

Verfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Radium-226 in Sickerwasser

K-Ra-226-SWASS-01

Bearbeiter:

M. Beyermann
U.-K. Schkade

Leitstelle für Fragen der Radioaktivitätsüberwachung
bei erhöhter natürlicher Radioaktivität (ENORM)

Verfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Radium-226 in Sickerwasser

1 Anwendbarkeit

Das beschriebene Verfahren dient der Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Ra-226 im Sickerwasser. Mit diesem Verfahren können Aktivitätskonzentrationen für Ra-226 von mehr als $0,01 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ erfasst werden. Damit erfüllt das Verfahren die Anforderungen der Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung bei bergbaulichen Tätigkeiten (REI Bergbau).

2 Probeentnahme

Zur Probeentnahme wird auf das Verfahren H- γ -SPEKT-RESAB-01 und auf die Hinweise in (1) verwiesen.

Eine Ausnahme bilden Sickerwässer, bei denen die Trübung (partikulär-kolloidale Phase) nicht durch die Freisetzung aus dem bergbaulichen Objekt selbst, sondern durch den Vorgang der Probeentnahme verursacht worden ist. In diesen Fällen sollte die Filtration unmittelbar vor Ort und mit Filtern einer Porenweite kleiner $50 \mu\text{m}$ noch vor dem Zusatz von Salpetersäure erfolgen.

Zur Stabilisierung und Vermeidung von Adsorptionseffekten an den Gefäßwandungen werden die Wässer nach der Probeentnahme vor Ort mit Salpetersäure ($14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$) auf einen pH-Wert von ungefähr 1 angesäuert. Dazu sind üblicher Weise 10 ml Salpetersäure ($14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$) je Liter Wasser ausreichend.

3 Analyse

3.1 Prinzip des Verfahrens

Zum Prinzip des Verfahrens wird auf die Messanleitung H-Ra-226-TWASS-01 verwiesen. Es beruht auf dem Nachweis der Alphastrahlung von Rn-222 und seinen Folgenukliden Po-218 und Po-214 nach Überführung des Rn-222 aus einer entsprechend vorbereiteten Probe in eine Szintillationsmesskammer, eine sogenannte Lucas-Kammer (Abbildung 1); dieses Verfahren wird auch als Emanometrie bezeichnet. Die wesentlichen Bearbeitungsschritte sind:

- Mitfällung von Ra-226 unter Zusatz von Bariumträgerlösung und Schwefelsäure an Bariumsulfat;
- Lösen des Niederschlages in Tetranatriummethylen-diamintetraacetat-Lösung (Na_4EDTA -Lösung) und Überführen in ein Emaniergefäß;
- Nachbildung des Folgenuklides Rn-222 über einen Zeitraum von ca. 14 Tagen;
- Überführen des Rn-222 in eine Lucas-Kammer;
- Nachbildung der kurzlebigen Rn-222-Folgeprodukte über einen Zeitraum von ca. 3 Stunden;
- Nachweis der Alphastrahlung.

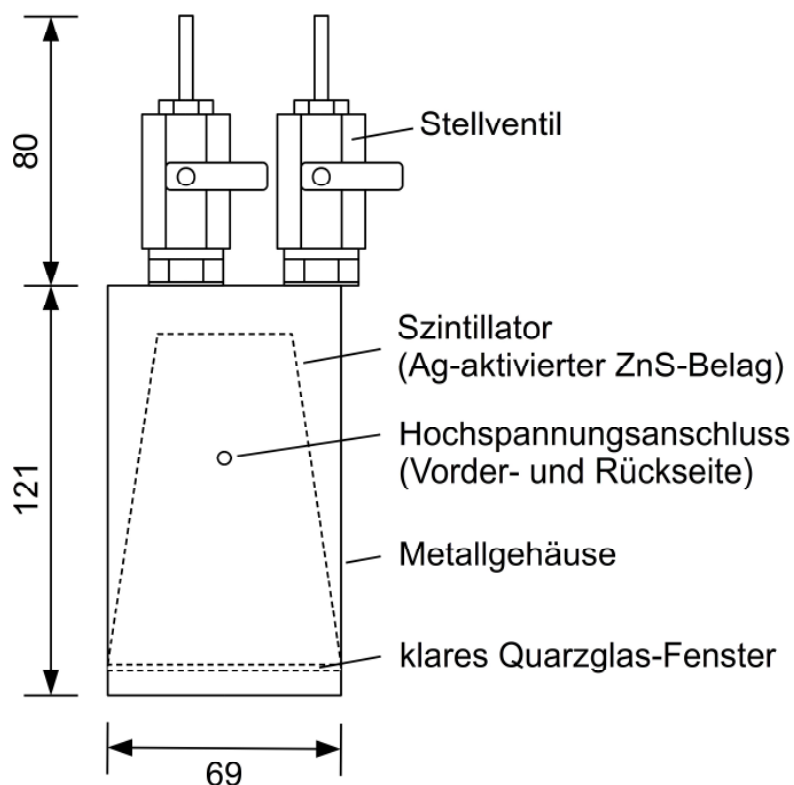


Abb. 1: Lucas-Kammer (Abmessungen in mm)

3.2 Störungen

Das Verfahren ist spezifisch für die Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Ra-226; Störungen durch andere Radiumisotope oder Radionuklide treten nicht auf.

3.3 Probenvorbereitung

Die Proben werden im Labor bei Bedarf nochmals filtriert, um eventuell vorhandene Verunreinigungen, die den Analysengang stören könnten, abzutrennen. Dabei kann davon ausgegangen werden, dass an Partikeln gebundene radioaktive Stoffe durch den Säurezusatz bereits in Lösung gegangen sind und erfasst werden.

3.4 Radiochemische Trennung

Die radiochemische Trennung ist im Verfahren K-Ra-226-TWASS-01 beschrieben.

3.5 Entemanation des Emaniergefäßes nach der Probenvorbereitung

Die Arbeitsvorschrift ist im Verfahren K-Ra-226-TWASS-01 beschrieben.

3.6 Überführung von Rn-222 aus dem Emaniergefäß in die Lucas-Kammer

Die Arbeitsvorschrift ist im Verfahren K-Ra-226-TWASS-01 beschrieben.

4 Messung der Aktivität

Zur Messung der Aktivität wird auf das Verfahren K-Ra-226-TWASS-01 verwiesen.

5 Berechnung der Analysenergebnisse

Zur Berechnung der Analysenergebnisse wird auf das Verfahren K-Ra-226-TWASS-01 verwiesen.

6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Für die Berechnung der Nachweisgrenze wird entsprechend Kapitel IV.5 dieser Messanleitungen und dem Verfahren K-Ra-226-TWASS-01 verfahren.

7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

7.1 Chemikalien

Die verwendeten Chemikalien sollten analysenrein sein:

- Ammoniaklösung, NH_3 : $13 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ (25 %ig);
- Bariumnitratlösung, $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$: $0,043 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ (11,2 g $\cdot \text{l}^{-1}$);
- Calciumchlorid, CaCl_2 : wasserfrei
- Citronensäurelösung: $1,0 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ (210,15 g $\cdot \text{l}^{-1}$);
- Na_4EDTA -Lösung: $0,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$
(186,0 g $\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ und 40 g NaOH in deion. Wasser zu einem Liter auflösen);
- Methylrotlösung: 0,1 %ig;
- Salpetersäure, HNO_3 : $14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$;
- Schwefelsäure, H_2SO_4 : $9 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$.

7.2 Geräte

- Szintillationsmesskammer (Lucas-Kammer);
- Emaniovorrichtung mit Emaniergefäß;
- Messplatz bestehend aus: Photomultiplier, Verstärker, Hochspannungsversorgung, Zählgerät, Registriereinrichtung;
- Heizrührer;
- übliche Ausrüstung eines radiochemischen Labors.

Literatur

- (1) Norm DIN 38402 Teil 13 Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Allgemeine Angaben (Gruppe A); Probenahme von Grundwasserleitern (A 13), 1985-12