

Verfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Blei-210 in Abwasser

K-Pb-210-AWASS-01

Bearbeiter:

M. Hartmann
U.-K. Schkade

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

Verfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Blei-210 in Abwasser

1 Anwendbarkeit

Das beschriebene Verfahren dient der Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Pb-210 im Abwasser. Mit diesem Verfahren können Aktivitätskonzentrationen für Pb-210 von mehr als $0,05 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ 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-AWASS-01 verwiesen. Bei Abwasserproben ist die Gesamtaktivität aus gelöster und ungelöster Phase des Wassers zu bestimmen. Die Wässer werden deshalb vor Ort nicht filtriert. Zur Stabilisierung und Vermeidung von Adsorptionseffekten an den Gefäßwänden 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 der Methode wird auf das Verfahren K-Pb-210-TWASS-01 verwiesen.

3.2 Probenvorbereitung

Die Abwasserproben werden eingedampft und im Muffelofen verascht. Um Pb-210-Verluste zu vermeiden darf bei der Veraschung eine Temperatur von 400 °C nicht überschritten werden. Die veraschten Proben werden anschließend mit Salpetersäure ($14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$) abgeraucht. Der Rückstand wird mehrmals mit Fluorwasserstoffsäure ($22,6 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$) und anschließend mit Salpetersäure ($14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$) abgeraucht. Die jeweiligen Rückstände werden in destilliertem Wasser (einige 100 ml) gelöst und die Lösung mit Salzsäure ($12 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$) bzw. Salpetersäure ($14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$) angesäuert.

Wird die Probe nicht gleich weiter bearbeitet, ist sie gemäß dem Verfahren H-Pb-210-AWASS-01 zu entgasen, da durch radioaktiven Zerfall von gelöstem Rn-222 als Folgeprodukt Pb-210 entsteht.

3.3 Radiochemische Trennung

Die radiochemische Trennung ist im Verfahren K-Pb-210-TWASS-01 beschrieben.

4 Messung der Aktivität

4.1 Allgemeines

Der Nachweis von Pb-210 beruht auf der elektrochemischen Abscheidung seines kurzlebigen Tochternuklids Bi-210 auf Nickel und anschließender Messung seiner Betastrahlung mit einer Maximalenergie von 1161 keV.

Grundsätzlich werden neben Bismut auch alle diejenigen Elemente bzw. deren Isotope abgeschieden, die edler als Bismut sind. Da einige der abgeschiedenen Radionuklide sowie deren Tochternuklide die Messung stören können, wird das Messpräparat zur Unterdrückung der störenden Radionuklide mit Aluminiumfolie abgedeckt. Dabei wird die flächenbezogene Masse der Aluminiumfolie so gewählt, dass die niederenergetische Betastrahlung und die Alphastrahlung bis etwa 5,5 MeV durch diese Folie absorbiert wird, die Schwächung der Betastrahlung des Bi-210 hingegen nur gering ist.

Als störende Radionuklide treten Bi-214, Bi-212 und deren Tochternuklide Po-212, Po-214 und Tl-208 sowie das vergleichsweise langlebige Po-210 auf.

Erstere sind kurzlebig, so dass sie nach einer Abklingzeit von einigen Stunden bis zur Messung soweit zerfallen sind, dass sie die Messung nicht mehr stören. Letzteres wird durch die oben genannte Aluminiumfolie unterdrückt, deren flächenbezogene Masse $7 \text{ mg}\cdot\text{cm}^{-2}$ beträgt.

Nach einer Wartezeit von mindestens 5 Stunden wird die Betaaktivität der mit einer Aluminium-Folie abgedeckten Nickelscheibe in einer Low-Level-Antikoinzidenzmess-einrichtung gemessen.

Größere Mengen von Bismut (einige zehn Milligramm) und der Elemente, die neben Bismut ebenfalls abgeschieden werden, stören bei der elektrochemischen Abscheidung und führen zu niedrigen Ausbeuten. Dies ist insbesondere zu beachten, wenn Ausbeuten mit Hilfe von Pb-210/Bi-210-Tracer-Lösungen bestimmt werden sollen (siehe Punkt 5), da die kommerziell angebotenen Aktivitätsnormale zum Teil erhebliche Mengen der entsprechenden Elemente als Träger enthalten.

In Proben mit niedrigen Pb-210-Aktivitäten und sehr hohen Urangehalten kann man eine Kontamination des Messpräparates mit Uran und dem Folgenuklid Pa-234m ($E_{\beta} = 2,28 \text{ MeV}$, Nachbildung über Th-234 mit $t_r = 24,1 \text{ Tage}$) nicht ausschließen. Diese kann erkannt werden, wenn das Abklingverhalten des zur Messung vorgesehenen Radionuklids Bi-210 ($t_r = 5,01 \text{ Tage}$) durch wiederholte Betames-sung überwacht wird.

4.2 Kalibrierung

Zur Bestimmung der Nachweiswahrscheinlichkeit wird auf das Verfahren K-Pb-210-TWASS-01 verwiesen.

5 Berechnung der Analysenergebnisse

Zur Berechnung der Analysenergebnisse wird auf das Verfahren K-Pb-210-TWASS-01 verwiesen.

6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Für die Berechnung der Nachweisgrenze wird entsprechend Kapitel IV.5 dieser Messanleitungen und dem Verfahren K-Pb-210-TWASS-01 verfahren.

7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

7.1 Chemikalien

Die verwendeten Chemikalien sollten analysenrein sein.

- Ascorbinsäure, $C_6H_8O_6$: fest;
- Fluorwasserstoffsäure, HF: $22,6 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$;
- Perchlorsäure, $HClO_4$: $12 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$;
- Salpetersäure, HNO_3 : $14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$;
- Salzsäure, HCl: $12 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$.

7.2 Geräte

- Low-Level-Antikoinzidenzmesseinrichtung;
- Umlufttrockenschrank;
- Muffelofen;
- Nickelscheiben zur Abscheidung;
- Haltevorrichtung für Nickelscheiben aus PTFE (z. B. Teflon®);
- Thermostat;
- Aluminium-Folie (etwa $7 \text{ mg}\cdot\text{cm}^{-2}$);
- Laborgrundausstattung.