

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung
Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen
 (Gruppe C)

Bestimmung der Radium-226-Aktivitätskonzentration in
 Trink-, Grund-, Oberflächen- und Abwasser (C 18)

DIN
38 404
 Teil 18

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; Physical and physical-chemical parameters (group C); Determination of Radium-226-concentration in potable water, ground water, surface water and waste water (C 18)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues; Paramètres physiques et physico-chimiques (groupe C); Détermination de la concentration de Radium-226 dans des eaux potables, des eaux souterraines, des eaux de surface et des eaux résiduaires (C 18)

Diese Norm wurde gemeinsam mit der Fachgruppe Wasserchemie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker aufgestellt (siehe Erläuterungen).

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabengebiet zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

1 Allgemeine Angaben

Das Radionuklid Radium Ra-226 (Halbwertszeit 1601 a) gehört zu der Uran-Zerfallsreihe und ist wie das Mutternuklid in Spuren fast überall in der Umwelt zu finden. Durch den Betrieb von Kohlekraftwerken, durch die Phosphatindustrie und durch die Herstellung von Kernbrennstoffen werden nennenswerte Mengen dieses Radionuklids in die Umwelt emittiert.

Ra-226 ist als besonders radiotoxisch einzustufen, wie der niedrige Grenzwert der Strahlenschutzverordnung anzeigt.

2 Anwendungsbereich

Das Verfahren ist geeignet, die Radium-226-Aktivitätskonzentration $c_{A,Ra226}$ in Trink-, Grund-, Oberflächen- und Abwasser zu bestimmen. Bei Anwesenheit größerer Mengen Ra-228 ist das Verfahren nicht anwendbar (siehe Abschnitt 4).

Mit üblichen Zähleinrichtungen liegt die Nachweisgrenze (siehe DIN 25 482 Teil 1) bei einem Probenvolumen von 1 l bei etwa 1 mBq/l Ra-226.

Fortsetzung Seite 2 bis 12

Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
 Normenausschuß Kerntechnik (NKe) im DIN

3 Grundlage des Verfahrens

Ra-226 wird nach Zugabe von inaktiver Barium-Trägerlösung aus der Wasserprobe direkt oder nach Eindampfen abgetrennt. Der Niederschlag wird durch Umfällen von Ca, Mg, Pb, Th und Po gereinigt. Im gereinigten Ba(Ra)-Präparat wird nach vollständiger Gleichgewichtseinstellung (nach 3 Wochen) die Alpha-Aktivität mit einer Low-Level-Meßeinrichtung gemessen.

Mit der Alpha-Messung werden Ra-226 und die nachgebildeten Alpha-Strahler Rn-222, Po-218 und Po-214 erfaßt [1]. Durch die Wartezeit von 3 Wochen zwischen der Ra-Abtrennung und der Messung wird sichergestellt, daß Ra-226 im Gleichgewicht mit den Folgeprodukten vorliegt. Aus der gemessenen Alpha-Zählrate kann mit Hilfe der bekannten Zerfallsdaten die Radium-Aktivitätskonzentration $c_{A, Ra226}$ in der Probe berechnet werden.

4 Störungen

Die Mitfällung von unerwünschten Radionukliden kann zu Störungen führen, so daß auf eine sorgfältige Ausführung der Trenn- und Reinigungsschritte zu achten ist. Da die gemessene Alpha-Zählrate sehr stark von der verwendeten Präparationstechnik zur Herstellung des Meßpräparates beeinflußt wird, muß vor der eigentlichen Messung der verwendete Zähler sorgfältig kalibriert werden. Hierzu sind Vergleichspräparate zu verwenden, die nach dem beschriebenen Verfahren mit bekannter Ra-226-Aktivität herzustellen sind.

Enthalten die Proben Th-232, so ist bei der Ra-226-Bestimmung mit Störungen durch die Alpha-Folgeprodukte von Ra-228 (Th-228, Ra-224, Rn-220, Po-216 und Po-212) zu rechnen. Aus den Halbwertszeiten der einzelnen Radioisotope läßt sich abschätzen, daß das beschriebene Verfahren für Ra-226 nicht mehr anwendbar ist, wenn das Konzentrationsverhältnis Ra-228 zu Ra-226 den Wert 25 überschreitet. Ein Hinweis auf die Anwesenheit von Ra-228 im Probenmaterial ergibt sich durch mehrfache Messung der Beta-Zählrate des gereinigten Ba(Ra)-Präparates zwischen der Herstellung des Präparates und der Messung der Alpha-Aktivität nach 21 Tagen. Nimmt die Beta-Zählrate nicht kontinuierlich zu, so ist die Anwesenheit von Ra-228 wahrscheinlich.

Enthält die Probe Barium, so ist dessen Konzentration getrennt zu bestimmen und das Ergebnis der chemischen Ausbeute entsprechend zu korrigieren.

5 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung der Radium-226-Aktivitätskonzentration $c_{A, Ra226}$ in Trink-, Grund-, Oberflächen- und Abwasser (C 18):

Verfahren DIN 38 404 — C 18

6 Geräte

— Low-Level-Meßeinrichtung (Detektor: z. B. Proportionalzählgerät; Abschirmung aus aktivitätsarmem Werkstoff zur Herabsetzung des Nulleffektes)

- Meßschalen, Durchmesser 50 mm bzw. 60 mm
- Becherglas, Nennvolumen 2 000 ml, z. B. Becher DIN 12 331 — H 2 000
- Eindampfvorrichtung, z. B. Oberflächenverdampfer
- Wärmeschrank, z. B. nach DIN 12 880 Teil 1
- Sandbad
- Wasserbad
- Heizplatte
- Exsikkator, z. B. Vakuum-Exsikkator nach DIN 12 491
- Büchner-Trichter, Durchmesser 50 mm
- Papierfilter, Durchmesser 55 und 110 mm, z. B. Rundfilter DIN 12 448 — A 55-2a
- Zentrifuge mit Zentrifugengläsern

7 Chemikalien

Als Chemikalien werden solche des Reinheitsgrades „zur Analyse“, als Wasser wird destilliertes Wasser verwendet.

7.1 Ba^{2+} -Trägerlösung, $\rho(\text{Ba}) = 25 \text{ g/l}$

4,7572 g Bariumnitrat, $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, in Wasser lösen; mit Wasser auf 100 ml auffüllen.

7.2 Pb^{2+} -Trägerlösung, $\rho(\text{Pb}) = 200 \text{ g/l}$

31,970 g Blei(II)-nitrat, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, in Wasser lösen; mit Wasser auf 100 ml auffüllen.

7.3 Citronensäure-Lösung

21,0 g Citronensäuremonohydrat, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$, in Wasser lösen; mit Wasser auf 100 ml auffüllen.

7.4 Salpetersäure, $c(\text{HNO}_3) = 10 \text{ mol/l}$

7.5 Salpetersäure, $c(\text{HNO}_3) = 1 \text{ mol/l}$

7.6 Schwefelsäure, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 18 \text{ mol/l}$

7.7 Schwefelsäure, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 3 \text{ mol/l}$

7.8 Essigsäure-Lösung, $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 6 \text{ mol/l}$

7.9 Ammoniak-Lösung, $c(\text{NH}_3) = 13 \text{ mol/l}$

7.10 Ammoniumsulfat-Lösung, $c((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4) = 0,2 \text{ mol/l}$

7.11 Ethanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$

7.12 Aceton, $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$

7.13 Trinatrium-Salz der Ethylendinitrilotetraessigsäure, Na_3HEDTA

7.14 Methylrot-Lösung

— 20 mg Methylrot in 50 ml Methanol, CH_3OH , lösen und mit 50 ml Wasser verdünnen.

7.15 Zertifizierte Ra-226-Standardlösung*)

8 Probenahme und Probenaufbewahrung

— Wasserproben derart entnehmen, daß für den Bereich und die Zeitspanne repräsentative Proben erhalten werden (siehe DIN 38402 Teil 11 bis Teil 15).

— In Fließgewässern Wasserproben nach Möglichkeit kontinuierlich (zeit- oder mengenproportional) entnehmen.

— Zur Stabilisierung und zur Vermeidung von Adsorptionseffekten an den Gefäßwandungen die Proben bei der Probenahme mit Salpetersäure ansäuern ($\text{pH} \leq 1$); Algenwachstum durch Aufbewahren im Dunkeln vermeiden.

— Falls eine Bestimmung in oder an den ungelösten Stoffen erfolgen soll, diese vor dem Ansäuern der Probe und vor Zugabe der Trägerlösung abtrennen.

Bei stehenden Gewässern sowie bei der Überwachung von Trink- und Grundwasser genügen Einzelproben an ausgewählten Entnahmestellen.

Das Probenvolumen muß unter Berücksichtigung der geforderten Nachweisgrenzen festgelegt werden.

9 Durchführung

9.1 Probenvorbereitung

— Die Probe mit Salpetersäure (nach Abschnitt 7.4) ansäuern (7 ml je l Probe) und mit 1 ml Ba^{2+} -Trägerlösung (nach Abschnitt 7.1) versetzen.

— Die Probe auf ein Volumen von 200 ml eindampfen.

— Die Probe in ein 2 000-ml-Becherglas überführen, mit weiteren 10 ml Salpetersäure (nach Abschnitt 7.4) versetzen und 30 bis 60 min sieden lassen.

— Nach dem Erkalten die Probe mit Wasser auf 1 000 ml auffüllen.

*) Zu beziehen durch:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Postfach 33 45, 38023 Braunschweig