

**DIN ISO 18589-4
(VDE 0493-4-5894)**
DIN

Diese Norm ist zugleich eine **VDE-Bestimmung** im Sinne von VDE 0022. Sie ist nach Durchführung des vom VDE-Präsidium beschlossenen Genehmigungsverfahrens unter der oben angeführten Nummer in das VDE-Vorschriftenwerk aufgenommen und in der „etz Elektrotechnik + Automation“ bekannt gegeben worden.

VDE

ICS 13.080.01; 17.240

Einsprüche bis 2019-03-25

 Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 18589-4:2010-06

Entwurf
**Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt –
Erdboden –**
**Teil 4: Messung von Plutonium-238 und Plutonium-239+240 –
Messverfahren mit Alphaspektrometrie
(ISO/DIS 18589-4:2018);**
Text Deutsch und Englisch

 Measurement of radioactivity in the environment –
Soil –

 Part 4: Plutonium 238 and plutonium 239 + 240 – Test method using alpha spectrometry
(ISO/DIS 18589-4:2018);
Text in German and English

 Mesurage de la radioactivité dans l'environnement –
Sol –

 Partie 4: Plutonium 238 et plutonium 239 + 240 – Méthode d'essai par spectrométrie alpha
(ISO/DIS 18589-4:2018);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

 Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-01-25 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

 Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses
Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an dke@vde.com möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an die DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE, Stresemannallee 15, 60596 Frankfurt am Main.

 Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 56 Seiten

 DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE
DIN-Normenausschuss Radiologie (NAR)

Anwendungsbeginn

Anwendungsbeginn dieser Norm ist ...

Inhalt	Seite
Nationales Vorwort.....	4
Vorwort.....	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe und Symbole	8
4 Prinzip.....	9
5 Chemische Reagenzien und Hilfsmittel.....	9
6 Verfahren	10
6.1 Aufschluss des Plutoniums.....	10
6.2 Chemische Trennung	10
6.3 Vorbereitung der zu messenden Quelle.....	10
6.3.1 Allgemeines	10
6.3.2 Verfahren der Elektrodeposition.....	10
6.3.3 Verfahren der Mitfällung	10
6.4 Untergrundbestimmung	10
6.5 Messung	11
7 Angabe von Ergebnissen	11
7.1 Berechnung der Aktivität je Masseneinheit	11
7.2 Standardmessunsicherheit.....	11
7.3 Erkennungsgrenze	12
7.4 Nachweisgrenze	12
7.5 Grenzen des Vertrauensbereichs.....	13
8 Prüfbericht	13
Anhang A (informativ) Aufschluss des Plutoniums.....	14
A.1 Prinzipien.....	14
A.2 Chemische Reagenzien	14
A.3 Geräte.....	14
A.4 Verfahren.....	15
A.4.1 Mehrstufige Säurebehandlung	15
A.4.2 Einfacher Aufschluss mit Salpetersäure.....	16
A.4.3 Fällung von Plutonium und Americium.....	16
Anhang B (informativ) Chemische Trennung des Plutoniums durch organische Lösemittel	18
B.1 Prinzip.....	18
B.2 Chemische Reagenzien	18
B.3 Geräte.....	18

B.4	Verfahren.....	18
B.4.1	Extraktion des Plutoniums.....	18
B.4.2	Waschen der organischen Phase	19
B.4.3	Rückextraktion des Plutoniums in eine wässrige Phase	19
Anhang C (informativ) Chemische Trennung des Plutoniums durch anionisches Harz		20
C.1	Prinzip	20
C.2	Chemische Reagenzien	20
C.3	Geräte	20
C.4	Verfahren.....	20
C.4.1	Allgemeines.....	20
C.4.2	Abtrennung des Plutoniums	20
C.4.3	Elution des Plutoniums.....	21
Anhang D (informativ) Chemische Trennung des Plutoniums durch spezifisches Harz.....		22
D.1	Prinzip	22
D.2	Chemische Reagenzien	22
D.3	Geräte	22
D.4	Verfahren.....	23
D.4.1	Allgemeines.....	23
D.4.2	Extraktion des Plutoniums.....	23
D.4.3	Elution des Plutoniums.....	23
D.4.4	Oxalataufschluss	23
Anhang E (informativ) Herstellen der Quelle durch elektrolytische Deposition.....		25
E.1	Prinzip	25
E.2	Chemische Reagenzien	25
E.3	Geräte	25
E.4	Verfahren.....	25
E.4.1	Aufbau der Elektrolysezelle.....	25
E.4.2	Herstellung der Quelle	26
Anhang F (informativ) Herstellung der Quelle durch Mitfällung		28
F.1	Prinzip	28
F.2	Chemische Reagenzien	28
F.3	Geräte	28
F.4	Verfahren.....	28
Literaturhinweise		29
Bilder		
Bild E.1 – Schemazeichnung einer Elektrolysezelle		27

Nationales Vorwort

Das internationale Dokument ISO/DIS 18589-4 „Measurement of radioactivity in the environment – Soil – Part 4: Plutonium 238 and plutonium 239 + 240 – Test method using alpha spectrometry“ ist unverändert in diesen Norm-Entwurf übernommen worden. Dieser Norm-Entwurf enthält eine noch nicht autorisierte deutsche Übersetzung.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung des DIS entsprechend der diesbezüglich durch die ISO erteilten Erlaubnis beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen ISO-Text.

Das internationale Dokument wurde vom ISO/TC 85/SC 2 „Radiological protection“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und den nationalen Mitgliedern zur Stellungnahme und Abstimmung vorgelegt.

Da der Abstimmungszeitraum für einen FDIS (en: Final Draft International Standard) nur 6 Wochen beträgt, und dann keine sachlichen Stellungnahmen mehr abgegeben werden können, sondern nur noch eine „JA/NEIN“-Entscheidung möglich ist, wobei eine „NEIN“-Entscheidung fundiert begründet werden muss, wird bereits der DIS als DIN-Norm-Entwurf veröffentlicht, um die Stellungnahmen aus der Öffentlichkeit noch vor der Abstimmung berücksichtigen zu können.

Für dieses Dokument ist das nationale Arbeitsgremium GK 851 „Aktivitätsmessgeräte für den Strahlenschutz“ der DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE (www.dke.de), Gemeinschaftsgremium mit dem DIN-Normenausschuss Radiologie (NAR) zuständig.

Für den Fall einer undatierten Verweisung im normativen Text (Verweisung auf ein Dokument ohne Angabe des Ausgabedatums und ohne Hinweis auf eine Abschnittsnummer, eine Tabelle, ein Bild usw.) bezieht sich die Verweisung auf die jeweils aktuellste Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments.

Für den Fall einer datierten Verweisung im normativen Text bezieht sich die Verweisung immer auf die in Bezug genommene Ausgabe des Dokuments.

Der Zusammenhang der zitierten Dokumente mit den entsprechenden deutschen Dokumenten ergibt sich, soweit ein Zusammenhang besteht, grundsätzlich über die Nummer der entsprechenden IEC-Publikation. Beispiel: IEC 60068 ist als EN 60068 als Europäische Norm durch CENELEC übernommen und als DIN EN 60068 ins Deutsche Normenwerk aufgenommen.

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 18589-4:2010-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Überarbeitung der technischen Aussagen der ISO 18589-4:2009;
- b) die Einleitung wurde erheblich erweitert;
- c) Lücken in der Beschreibung der Verfahren wurden geschlossen (z. B. in [Anhang F](#));
- d) Anmerkungen wurden in normativen Text überführt;
- e) die Verweisungen wurden aktualisiert;
- f) die Gliederung der Anhänge wurde korrigiert.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom technischen Komitee ISO/TC 85, Nuclear energy, nuclear technologies and radiological protection, Unterkomitee SC 2, Radiological protection erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (2009), die technisch überarbeitet wurde.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 18589 ist auf der ISO-Internetseite unter www.iso.org abrufbar.

Einleitung

Jedermann ist natürlicher Strahlung ausgesetzt. Die natürlichen Strahlungsquellen sind kosmische Strahlen und in der Natur vorkommende radioaktive Stoffe, die sich in der Erdkruste und im menschlichen Körper befinden. Menschliche Aktivitäten, die den Gebrauch von Strahlung und radioaktiven Stoffen einschließen, verursachen eine Strahlenbelastung (Exposition) zusätzlich zur natürlichen Belastung. Einige dieser Aktivitäten, z. B. der Abbau und die Verwendung von Erzen, die natürlich vorkommende radioaktive Stoffe enthalten, und die Erzeugung von Energie durch Verbrennung von Kohle, die solche Stoffe enthält, erweitern die Belastung durch natürliche Strahlungsquellen. In Kernkraftwerken und anderen kerntechnischen Anlagen werden radioaktive Stoffe verwendet und radioaktive Ableitungen und Abfälle während des Betriebs und der Stilllegung erzeugt. Die Verwendung radioaktiver Stoffe in Industrie, Landwirtschaft und Forschung nimmt weltweit zu.

Alle diese menschlichen Aktivitäten erhöhen im Allgemeinen auch die Strahlungsbelastungen, die nur einen kleinen Anteil am globalen durchschnittlichen Umfang an natürlicher Strahlenbelastung ausmachen. Die medizinische Anwendung von Strahlung ist die umfangreichste und eine wachsende vom Menschen erzeugte Quelle von Strahlenbelastung in entwickelten Ländern. Sie umfasst diagnostische Radiologie, Strahlentherapie, nuklearmedizinische und interventionelle Radiologie.

Strahlenbelastung tritt auch im Zusammenhang mit beruflichen Aktivitäten auf. Sie belastet sowohl Berufstätige in Industrie, Gesundheitswesen und Forschung, welche Strahlung oder radioaktive Stoffe verwenden, als auch Passagiere und Besatzungen während Flugreisen und Astronauten. Das mittlere Niveau der beruflichen Belastung ist im allgemeinen geringer als das globale mittlere Niveau der natürlichen Strahlungsbelastung [1].

Mit der zunehmenden Anwendung von Strahlung nehmen auch die potenziellen Gesundheitsrisiken und die öffentliche Besorgnis zu. Folglich werden alle diese Belastungen regelmäßig beurteilt, um die Kenntnisse hinsichtlich globaler Niveaus und zeitlicher Entwicklungen der Belastung von Öffentlichkeit und Berufstätigen zu verbessern, und die Komponenten der Belastung zu bewerten, um ein Maß ihrer relativen Bedeutung bereitzustellen und aufkommende Probleme zu identifizieren, die möglicherweise größere Aufmerksamkeit und Sorgfalt erfordern. Während Strahlungsdosen für Berufstätige meist direkt gemessen werden, werden Strahlungsdosen für die Öffentlichkeit üblicherweise durch indirekte Verfahren bestimmt, bei denen Ergebnisse von Radioaktivitätsmessungen verwendet werden, die an verschiedenen Quellen durchgeführt wurden: Abfall, Ableitungen und/oder Umweltproben.

Im Prozess der Dosisbewertung ist es wichtig, dass Beteiligte/Betroffene (die Betreiber, die Aufsichtsbehörden, die örtlichen Krisenstäbe und -organisationen usw.) zweckmäßige Verfahren und Vorgehensweisen für die Probenahme, die Handhabung, den Transport, die Lagerung und die Vorbereitung von Prüfproben, die Prüfverfahren und für die Berechnung der Messunsicherheit vereinbaren, um sicherzustellen, dass die erhaltenen Daten aus den Radioaktivitäts-Überwachungsprogrammen ihre bestimmungsgemäße Verwendung unterstützen. Da zuverlässige, vergleichbare und zweckmäßige Daten eine wesentliche Anforderung für jegliche Entscheidung hinsichtlich des Gesundheitswesens auf der Grundlage von Radioaktivitätsmessungen sind, sind Internationale Normen zu geprüften und validierten Radionuklid-Prüfverfahren ein wichtiges Instrument für den Erhalt solcher Messergebnisse. Die Anwendung von Normen dient auch der Sicherstellung einer Vergleichbarkeit der Prüfergebnisse und verschiedener Prüflaboratorien im Laufe der Zeit. Laboratorien wenden diese an, um ihre technische Qualifikation nachzuweisen und um Ertüchtigungsprüfungen und Labor-Vergleichsmessungen, zwei Voraussetzungen für das Erlangen einer nationalen Akkreditierung, erfolgreich abzuschließen. Heutzutage sind mehr als einhundert Internationale Normen verfügbar, erarbeitet durch Technische Komitees der International Organization for Standardization (ISO), einschließlich jener durch ISO/TC 85 erstellten, und durch die Internationale Elektrotechnische Kommission (IEC), die von Prüflaboratorien zur Messung der wichtigsten Radionuklide verwendet werden können.

Fachgrundnormen unterstützen Laboratorien bei der Organisation des Messverfahrens und spezifische Normen zur Beschreibung von Prüfverfahren unterstützen Mitarbeiter, die für Messungen der Radioaktivität zuständig sind. Letztgenannte Normen behandeln Prüfverfahren für:

- natürliche Radionuklide (einschließlich ^{40}K , ^3H , ^{14}C und jenen, die aus den Zerfallsreihen von Thorium und Uran stammen, insbesondere ^{226}Ra , ^{228}Ra , ^{234}U , ^{238}U , ^{210}Pb), die sowohl in der Erdkruste (Erboden, Felsgestein und Erz) als auch in jedem aus diesen natürlichen Ressourcen hergestellten Werkstoff vorkommen können;

- von Menschen erzeugte Radionuklide, z. B. Transuranelemente (Americium, Plutonium, Neptunium, Curium), Tritium, Kohlenstoff-14, Strontium-90 und Gammastrahlung emittierende Radionuklide, die in Abfall, flüssigen und gasförmigen Ableitungen und in der Umweltmatrix (z. B. Wasser, Luft, Boden, Flora und Fauna) als Ergebnis genehmigter Ableitungen vorkommen, und radioaktiver Niederschlag (Fallout), der bei der Explosion von Nuklearwaffen und bei Störfällen, wie z. B. in Tschernobyl und Fukushima entsteht.

Der Anteil der Dosisraten der natürlichen Hintergrundstrahlung für den Menschen, der sich aus der Umgebungsstrahlung, hauptsächlich Gammastrahlung, ergibt, ist stark veränderlich und abhängig von Faktoren wie der Radioaktivität des örtlichen Grundgesteins und Bodens, der Art von Baustoffen und dem Aufbau von Gebäuden, in denen Menschen leben und arbeiten. Die Dosisraten für Menschen aus natürlicher Umgebungs-Gammastrahlung weisen folglich erhebliche geographische Unterschiede auf, wobei sie möglicherweise in Gebieten mit Sedimentgestein im Vergleich zu Gebieten mit vulkanischem Gestein viel geringer und möglicherweise in manchen Teilen der Erde um einige Größenordnungen größer sind. Radon, das beim Zerfall von Uran und Thorium in der Erdkruste entsteht, wird als wesentliche Quelle der Belastung für Menschen durch ionisierende Strahlung angesehen, und macht über 50 % der jährlichen kumulierten Strahlendosis aus [1]. In der Umwelt auf der Erdoberfläche natürlich vorkommende radioaktive Stoffe (NORM; en: naturally occurring radioactive materials) tragen 90 % zur jährlichen Strahlendosis für die Bevölkerung bei.

Eine zuverlässige Bestimmung der Aktivitätskonzentration sowohl von durch Menschen erzeugten Radionukliden als auch von natürlichen Radionukliden im Boden, in Grundgestein und Erz und in Baustoffen und -produkten, Keramik usw., in denen NORM verwendet werden, und jener von technologischen Prozessen, die technologisch verbesserte natürlich vorkommende radioaktive Stoffe (TENORM-Stoffe; en: Technologically Enhanced Naturally Occurring Radioactive Materials) einbeziehen, z. B. die Förderung und die Verarbeitung von mineralischen Sanden oder die Produktion und Anwendung von Phosphatdüngern usw., ist erforderlich, um die potenzielle Belastung von Menschen durch Radioaktivität durch alle diese Quellen zu bewerten, und die Einhaltung der Vorschriften für den Strahlenschutz und Umweltvorschriften nachzuweisen oder Hinweise zur Verringerung von Gesundheitsrisiken bereitzustellen.

Somit ist eine Internationale Norm mit Verfahren zur Bestimmung der Aktivität für die Anwendung durch Prüflaboratorien begründet, die Messungen von Radionukliden durchführen, da sie möglicherweise eine spezifische Akkreditierung für Radionuklid-Messungen in Grundgestein, Erdboden und Baustoffen und -produkten erlangen müssen.

ISO 18589 ist in mehreren Teilen veröffentlicht, welche je nach Bedarf gemeinsam oder einzeln anwendbar sind. Diese Teile sind ergänzend und richten sich an jene Personen, welche für die Bestimmung der im Erdboden, in Grundgestein und Erzen (NORM oder TENORM) vorhandenen Radioaktivität verantwortlich sind. Die ersten zwei Teile sind allgemeiner Art und beschreiben das Aufstellen von Programmen und Probenahmeverfahren, allgemeine Verfahren zur Probenbehandlung im Laboratorium (Teil 1), die Probenahme-strategie und das Verfahren zur Entnahme von Bodenproben, die Handhabung und die Vorbereitung einer Bodenprobe (Teil 2). Teil 3 bis Teil 5 behandeln nuklidspezifische Prüfverfahren zur Quantifizierung der Aktivitätskonzentration von Gammastrahlung emittierenden Radionukliden (Teil 3), Plutoniumisotopen (Teil 4) und Strontium-90 (Teil 5) von Bodenproben. Teil 6 behandelt nicht-spezifische Messungen zur schnellen Quantifizierung von Gesamt-Alpha- oder Gesamt-Betaaktivitäten, und Teil 7 beschreibt In-situ-Messungen von Gammastrahlung emittierenden Radionukliden.

Die in Teil 3 bis Teil 6 von ISO 18589 beschriebenen Prüfverfahren können bei Befolgung eines ordnungsgemäßen Probenahmeverfahrens auch für die Messung der Radionuklide in Schlamm, Sediment, Baustoffen und -produkten verwendet werden [2] [3] [4] [5] [6] [7].

Die vorliegende Norm ist Teil einer Reihe von Internationalen Normen zu Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt.

Zusätzliche Teile können zu ISO 18589 ergänzt werden, wenn die Standardisierung von Messverfahren für andere Radionuklide notwendig werden sollte.

**Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt –
Erdboden –
Teil 4: Messung von Plutonium-238 und Plutonium-239+240 –
Messverfahren mit Alphaspektrometrie**

1 Anwendungsbereich

Im vorliegenden Dokument wird ein Verfahren für die Messung der Plutoniumisotope 238 und 239+240 in Proben von Erdboden durch Alphaspektrometrie unter Anwendung chemischer Trenntechniken beschrieben.

Dieses Verfahren kann für jede Art von Umweltstudien oder zur Umweltüberwachung angewendet werden. Diese Techniken können außerdem für Messungen sehr geringer Aktivitätspegel genutzt werden, die eine oder zwei Größenordnungen niedriger sind als die Alphaemissionspegel von natürlichen Radionukliden.

Die im vorliegenden Dokument beschriebenen Prüfverfahren können bei Befolgung eines ordnungsgemäßen Probenahmeverfahrens auch für die Messung der Radionuklide in Schlamm, Sediment, Baustoffen und -produkten verwendet werden [2] [3] [4] [5] [6] [7].

Die erforderliche Masse der Prüfmenge hängt von der angenommenen Aktivität der Probe und der gewünschten Nachweisgrenze ab. In der Praxis können Prüfproben von 0,1 g bis 100 g verwendet werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 31-9, *Quantities and units – Part 9: Atomic and nuclear physics*

ISO 11074, *Soil quality – Vocabulary*

ISO/IEC 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

ISO 11929, *Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the confidence interval) for measurements of ionizing radiation – Fundamentals and application*

ISO 18589-1, *Measurement of radioactivity in the environment – Soil – Part 1: General guidelines and definitions*

ISO 18589-2, *Measurement of radioactivity in the environment – Soil – Part 2: Guidance for the selection of the sampling strategy, sampling and pre-treatment of samples*

ISO/IEC Guide 98-3, *Uncertainty of measurement – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*

3 Begriffe und Symbole

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 18589-1, ISO 11074 and ISO 31-9 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

m	Masse der Prüfmenge, in Kilogramm;
a	Aktivität je Masseneinheit, in Becquerel je Kilogramm;
A	Aktivität des zugefügten Tracers, zur Zeit der Messung, in Becquerel;
t_g	Probenzähldauer, in Sekunden;
t_0	Untergrundzähldauer, in Sekunden;
r_g, r_{gt}	Gesamtzählrate je Sekunde des gemessenen Plutoniums bzw. des Tracers;
r_0, r_{0t}	Untergrundzählrate je Sekunde des gemessenen Plutoniums bzw. des Tracers;
R	Gesamtausbeute der Messung;
$u(a)$	Standardunsicherheit in Bezug auf das Messergebnis, in Becquerel je Kilogramm;
U	erweiterte Unsicherheit, errechnet nach $U = k \cdot u(a)$ mit $k = 1, 2, \dots$, in Becquerel je Kilogramm;
a^*	Erkennungsgrenze, in Becquerel je Kilogramm;
$a^\#$	Nachweisgrenze, in Becquerel je Kilogramm;
$a^\triangleleft, a^\triangleright$	untere und obere Grenzen des Vertrauensintervalls, in Becquerel je Kilogramm.

4 Prinzip

Das Plutonium wird als dünne Quelle für die alphaspektrometrische Messung unter Verwendung einer Gitterkammer oder einer Messeinrichtung mit Halbleiterdetektor abgeschieden. Die Quellen werden üblicherweise durch elektrolytische Deposition oder durch Mitfällung nach einer chemischen Trennung und Reinigung der in der Prüfmenge enthaltenen Plutoniumisotope hergestellt [8] [9] [10] [11]. Direkte Abscheidungsverfahren auf dem Zehlschälchen, wie beispielsweise das Elektrospray-Verfahren, können ebenfalls verwendet werden.

Die Anwendung spezifischer chemischer Trenn- und Reinigungsverfahren ist erforderlich, um Störungen durch das Vorhandensein natürlicher oder künstlicher Alphastrahler und durch stabile Nuklide in der Probe in Größenordnungen zu vermeiden, die oft größer als die Plutoniumisotope während ihrer Messung sind.

Diese Verfahren ermöglichen es, die Hauptursachen für Störungen zu beseitigen, einschließlich

- des Salzgehalts der Auslauglösungen, insbesondere hydrolysierbare Elemente, um möglichst dünne Quellen zu erzeugen;
- weiterer Alphateilchen emittierender Radionuklide wie ^{241}Am und Thoriumisotope, deren Emissionen sich mit denen der Plutoniumisotope überlagern können.

Die Gesamtausbeute jeder Analyse (Ergebnis der chemischen Trennung, Ablagerung einer dünnen Schicht und Messung) wird ermittelt, indem eine Standardlösung von ^{236}Pu oder ^{242}Pu , hinzugegeben wird, die als Tracer angesehen wird. Als Ergebnis muss das Verfahren einen Redoxzyklus umfassen, in welchem der Tracer und die zu messenden Plutoniumisotope auf dieselbe Oxidationsstufe eingestellt werden, um bei allen ein identisches chemisches Verhalten zu erzielen.

5 Chemische Reagenzien und Hilfsmittel

Die chemischen Reagenzien und Hilfsmittel werden in [Anhang A](#) für den Aufschluss (Desorption) von Plutonium, in den Anhängen B, C und D für die chemische Behandlung und in den Anhängen E und F für die Herstellung der abgeschiedenen Quelle beschrieben.

Alle für die Durchführung dieses Verfahrens benötigten chemischen Reagenzien müssen von analysereiner Qualität sein.

6 Verfahren

6.1 Aufschluss des Plutoniums

Es ist notwendig, das in der Prüfmenge enthaltene Plutonium aufzuschließen (zu desorbieren) und zu lösen. Wenn das Plutonium von Bodenpartikeln einer wässrigen Lösung oder von direkt auf dem Boden abgelagerten Partikeln eines globalen Fallouts absorbiert wird, wird es ohne Weiteres durch eine direkte Säurebehandlung aufgeschlossen (desorbiert). Durch Tiere oder Pflanzen metabolisiertes Plutonium bildet im Erdboden organische Komplexe, die in Bodenproben zu finden sind. Es wird durch Zerstörung der organischen Substanz durch Veraschung der Bodenproben bei 550 °C bis 600 °C aufgeschlossen. In einigen Fällen kann das Plutonium bei der Erwärmung sehr beständige Verbindungen bilden, die eine Behandlung mit Flusssäure oder ein Aufschmelzen erfordern, um das Plutonium in eine lösliche Form zu bringen [11].

In [Anhang A](#) werden zwei Verfahren für den Aufschluss (Desorption) von Plutonium im Erdboden beschrieben.

Ein Tracer wird zu Beginn dieses Verfahrensschritts zugefügt, um die Ausbeute der Aufbereitung zu quantifizieren, wobei üblicherweise eine Aufschlusszeit bis zu einem Tag gewährt wird, damit sich vor der Plutoniumablagerung (Aufschluss des Plutoniums) ein Gleichgewicht einstellen kann.

6.2 Chemische Trennung

Für die chemische Trennung von Plutonium gibt es drei häufig angewendete Techniken: Flüssig-flüssig-Extraktion, Extraktion auf einem Ionenaustauschharz oder einem spezifischen Harz für Extraktionschromatografie. In den Anhängen B bis D ist ein Verfahren jeder Technik beschrieben: organisches Lösemittel (flüssig-flüssig) [12], Trennung durch anionisches Harz [13] oder durch Harz für Extraktionschromatografie [14], [15].

6.3 Vorbereitung der zu messenden Quelle

6.3.1 Allgemeines

Die Quelle kann durch Ablagerung (Deposition), entweder durch elektrolytische Deposition auf einem Zähl-schälchen (einer Scheibe aus nichtrostendem Stahl) (6.3.2), oder durch Mitfällung (6.3.3) hergestellt werden.

6.3.2 Verfahren der Elektrodeposition

Die Elektrodeposition wird nach der chemischen Trennung des Plutoniums von anderen störenden Elementen durchgeführt. Sie ermöglicht die elektrochemische Ablagerung (Deposition) der Radionuklide auf dem Zähl-schälchen in einer ultradünnen Schicht [16], [17]. Das in [Anhang E](#) beschriebene Verfahren gilt für die drei in den Anhängen B, C und D beschriebenen chemischen Trennverfahren.

ANMERKUNG Die Elektrodeposition ist kein selektives Verfahren, da alle Metallkationen, die zur Bildung unlöslicher Hydroxide neigen, gleichzeitig mit dem Plutonium abgelagert werden können.

6.3.3 Verfahren der Mitfällung

Die Mitfällung mittels schwer löslicher Fluoride kann nach der chemischen Trennung des Plutoniums von anderen störenden Elementen vorgenommen werden. Sie ermöglicht die Fällung des Radionuklids bzw. der Radionuklide in Form einer dünnen Schicht auf einem Filter. Das in [Anhang F](#) beschriebene Verfahren kann für die drei in den Anhängen B bis D beschriebenen chemischen Trennverfahren angewendet werden.

6.4 Untergrundbestimmung

Der radiochemische Untergrund wird mit einer für das gewählte Verfahren vorbereiteten Blindprobe bestimmt, wobei mit einer nicht kontaminierten Prüfmenge (oder direkt mit destilliertem Wasser) begonnen wird.

6.5 Messung

Die Alpha- und Betaaktivitäten je Masseneinheit werden durch Zählen der Probe über einen angemessenen Zeitraum berechnet. Für die Messung der Proben, der Kalibrierquellen und des Untergrunds sollten die gleichen Geräteeinstellungen benutzt werden.

Die benötigte Messdauer hängt von der Proben- und der Untergrundzählrate sowie von den geforderten Nachweis- und Erkennungsgrenzen ab.

Die Spektren sollten überprüft werden, um zu bestätigen, dass eine gute Peaktrennung gegeben ist und keine Störpeaks vorliegen.

7 Angabe von Ergebnissen

7.1 Berechnung der Aktivität je Masseneinheit

Die Aktivität der Plutoniumisotope wird durch Integration der durch Alphaspektrometrie erfassten Impulsanzahlen in den entsprechenden Peaks des Radionuklid-Tracers, des ^{238}Pu und/oder $^{239+240}\text{Pu}$, im Alphaemissionsspektrum der Probe berechnet. Die Ergebnisse dieser Integrationen, dividiert durch die Zähldauer, ergeben die Gesamtzählraten r_{gt} und r_{g} für den Tracer bzw. für die Plutoniumisotope.

r_{gt} und r_{g} werden entsprechend dem Untergrundbeitrag und, sofern erforderlich, dem Tailingbeitrag der höherenergetischen Peaks, der von den Kenngrößen des Detektors abhängt, korrigiert.

Untergrundzählraten werden aus dem Alphaemissionsspektrum einer Blindprobe durch Integration der Impulsanzahlen in den interessierenden Bereichen (ROI; en: regions of interest), in dem die Peaks des Probenspektrums auftreten, berechnet. Die Ergebnisse dieser Integrationen, dividiert durch die Zähldauer, ergeben die Gesamtzählraten r_{0t} und r_0 für den Tracer bzw. für die Plutoniumisotope.

ANMERKUNG Die Blindprobe wird durch Anwendung des bei der Analyse benutzten Verfahrens ohne Boden und mit oder ohne Tracer hergestellt und gemessen.

Die Aktivität je Masseneinheit a eines Plutoniumisotops wird mit Gleichung (1) berechnet:

$$a = (r_{\text{g}} - r_0) / (m \cdot R) = (r_{\text{g}} - r_0) \cdot w \quad (1)$$

Dabei ist $w = \frac{1}{m \cdot R}$

Die Gesamtmessausbeute R wird aus der Aktivität A des zugefügten Tracers und der Nettozählrate im zugehörigen Peak berechnet, wie in Gleichung (2) angegeben:

$$R = (r_{\text{gt}} - r_{0t}) / A \quad (2)$$

Die Nachweiswahrscheinlichkeit des Detektors ermöglicht die Berechnung der chemischen Ausbeute. Dieser Wert ist wichtig für die Qualitätskontrolle.

7.2 Standardmessunsicherheit

Nach ISO/IEC Guide 98-3 wird die Standardmessunsicherheit von a mit Gleichung (3) berechnet:

$$\begin{aligned} u(a) &= \sqrt{w^2 \cdot [u^2(r_{\text{g}}) + u^2(r_0)] + a^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \\ &= \sqrt{w^2 \cdot (r_{\text{g}}/t_{\text{g}} + r_0/t_0) + a^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \end{aligned} \quad (3)$$

wobei die Unsicherheit der Zähldauer vernachlässigt wird.

Die relative Standardmessunsicherheit von w wird mit Gleichung (4) berechnet:

$$u_{\text{rel}}^2(w) = u_{\text{rel}}^2(R) + u_{\text{rel}}^2(m) \quad (4)$$

Die relative Standardmessunsicherheit von R wird mit Gleichung (5) berechnet:

$$\begin{aligned} u_{\text{rel}}^2(R) &= u_{\text{rel}}^2(r_{\text{gt}} - r_{0t}) + u_{\text{rel}}^2(A) \\ &= (r_{\text{gt}}/t_{\text{g}} + r_{0t}/t_0) / (r_{\text{gt}} - r_{0t})^2 + u_{\text{rel}}^2(A) \end{aligned} \quad (5)$$

$u_{\text{rel}}(A)$ beinhaltet alle Unsicherheitsbeiträge im Zusammenhang mit der Traceraktivität, d. h. der Aktivitäts-Standardlösung, der Herstellung der Tracerlösung und der Zugabe der Tracerlösung zur Probe.

Die Berechnung der charakteristischen Grenzen (siehe ISO 11929) erfordert die Bestimmung von $\tilde{u}(\tilde{a})$, d. h. die Standardmessunsicherheit von a als Funktion ihres wahren Werts, nach Berechnung durch Gleichung (6):

$$\tilde{u}(\tilde{a}) = \sqrt{w^2 \cdot \left[(\tilde{a} / w + r_0) / t_{\text{g}} + r_0 / t_0 \right] + \tilde{a}^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (6)$$

7.3 Erkennungsgrenze

Die Erkennungsgrenze a^* wird aus Gleichung (6) für $\tilde{a} = 0$ (siehe ISO 11929) ermittelt. Dies ergibt Gleichung (7):

$$a^* = k_{1-\alpha} \cdot \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} \cdot w \cdot \sqrt{r_0 / t_{\text{g}} + r_0 / t_0} \quad (7)$$

$\alpha = 0,05$ mit $k_{1-\alpha} = 1,65$ wird häufig als Vorgabewert benutzt.

7.4 Nachweisgrenze

Die Nachweisgrenze $a^\#$ wird mittels Gleichung (8) berechnet (siehe ISO 11929):

$$\begin{aligned} a^\# &= a^* + k_{1-\beta} \cdot \tilde{u}(a^\#) \\ &= a^* + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{w^2 \cdot \left[(a^\# / w + r_0) / t_{\text{g}} + r_0 / t_0 \right] + a^{\#2} \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \end{aligned} \quad (8)$$

$\beta = 0,05$ mit $k_{1-\beta} = 1,65$ wird häufig als Vorgabewert benutzt.

Die Nachweisgrenze kann berechnet werden, indem Gleichung (8) nach $a^\#$ aufgelöst wird oder, auf einfachere Weise, durch Iteration mit a , beginnend mit der Näherung $a^\# = 2 \cdot a^*$.

Mit der Annahme, dass $\alpha = \beta$ ist, ergibt sich $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ und die Lösung der Gleichung (8) ergibt Gleichung (9):

$$a^\# = \frac{2 \cdot a^* + (k^2 \cdot w) / t_{\text{g}}}{1 - k^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (9)$$

7.5 Grenzen des Vertrauensbereichs

Die unter Grenze $a^{\triangleleft}$, und die obere Grenze $a^{\triangleright}$, des Vertrauensbereichs werden mit den Gleichungen (10) und (11) berechnet (siehe ISO 11929):

$$a^{\triangleleft} = a - k_p \cdot u(a); p = \omega \cdot (1 - \gamma/2) \quad (10)$$

$$a^{\triangleright} = a + k_q \cdot u(a); q = 1 - \omega \cdot \gamma/2 \quad (11)$$

mit

$\omega = \Phi[y/u(y)]$, wobei Φ die Verteilungsfunktion der standardisierten Normalverteilung ist.

$\omega = 1$ darf angenommen werden, wenn $a \geq 4 \cdot u(a)$ und Gleichungen (12) gilt:

$$a^{\triangleleft, \triangleright} = a \pm k_{1-\gamma/2} \cdot u(a) \quad (12)$$

$\gamma = 0,05$ mit $k_{1-\gamma/2} = 1,96$ wird häufig als Vorgabewert gewählt.

8 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss die Anforderungen von ISO/IEC 17025 erfüllen und folgende Informationen enthalten:

- Verweisung auf diesen Teil von ISO 18589;
- Kennzeichnung der Probe;
- Maßeinheiten, in denen die Ergebnisse angegeben sind;
- Prüfergebnis $a \pm u(a)$ oder $a \pm U$ mit dem zugehörigen k -Wert.

Es können ergänzende Angaben gemacht werden wie die folgenden:

- Wahrscheinlichkeiten, α , β und $(1 - \gamma)$;
- Erkennungsgrenze und Nachweisgrenze.
- abhängig von Forderungen des Kunden gibt es verschiedene Formen der Ergebnisdarstellung:
 - wenn die Aktivität je Masseneinheit a mit der Erkennungsgrenze verglichen wird (siehe ISO 11929), sollte das Ergebnis der Messung als $\leq a^*$ angegeben werden, wenn das Ergebnis unterhalb der Erkennungsgrenze liegt;
 - wenn die Aktivität je Masseneinheit a mit der Erkennungsgrenze verglichen wird, kann das Ergebnis der Messung als $\leq a^\#$ angegeben werden, wenn das Ergebnis unterhalb der Erkennungsgrenze liegt; Falls die Nachweisgrenze den Richtwert übersteigt, muss dokumentiert werden, dass das Verfahren für den Messzweck nicht geeignet ist.
- Angabe aller relevanten Informationen über eine wahrscheinliche Beeinflussung der Ergebnisse.

Anhang A (informativ)

Aufschluss des Plutoniums

A.1 Prinzipien

Die radioaktiven Tracer ^{236}Pu oder ^{242}Pu werden während dieser ersten Behandlungsphase zugefügt.

Die Prüfmenge wird zwischen 550 °C und 600 °C verascht, und in dieser Situation kann es sein, dass eine Extraktion des Plutoniums ohne eine mehrstufige Säurebehandlung (siehe A.4.1) nicht möglich ist.

Wenn die Bodenprüfmenge weder organische Substanzen, noch Plutonium als „hot particles“ oder hoch erhitztes Plutoniumoxid enthält, sollte die Probe nicht verascht sondern das Plutonium vorzugsweise mit Salpetersäure extrahiert werden (siehe A.4.2).

A.2 Chemische Reagenzien

A.2.1 **Zertifizierte Lösung von ^{236}Pu oder ^{242}Pu -Tracer.**

A.2.2 **Salzsäure**, konzentriert, $c(\text{HCl}) = 12,0 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,19 \text{ g/ml}$, Massenanteil $w(\text{HCl}) = 37 \%$.

A.2.3 **Salpetersäure**, konzentriert, $c(\text{HNO}_3) = 14,4 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,40 \text{ g/ml}$, Massenanteil $w(\text{HNO}_3) = 65 \%$.

A.2.4 **Salpetersäure**, verdünnt, $c(\text{HNO}_3) = 8 \text{ mol/l}$.

A.2.5 **Wasserstoffperoxid**, $w(\text{H}_2\text{O}_2) = 30 \%$.

A.2.6 **Natriumnitrit** (NaNO_2).

A.2.7 **Flusssäure**, konzentriert, $c(\text{HF}) = 22,6 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,13 \text{ g/ml}$, Massenanteil $w(\text{HF}) = 48 \%$ bis 51% .

A.2.8 **Oxalsäure**.

A.2.9 **Salpetersäure**, verdünnt, $c(\text{HNO}_3) = 4 \text{ mol/l}$.

A.2.10 **Calciumnitrat**.

A.2.11 **Ammoniaklösung** (NH_4OH).

A.2.12 **Eisen(III)chlorid** (FeCl_3).

A.2.13 **Natriumhydroxid** (NaOH).

A.2.14 **Salzsäure**, verdünnt, $c(\text{HCl}) = 9,0 \text{ mol/l}$.

A.3 Geräte

A.3.1 **Standardlaboratoriumseinrichtung**.

A.3.2 **Analysewaage** mit einer Genauigkeit von $0,1 \text{ mg}$.

A.3.3 **Heizplatte**.

A.3.4 Zentrifuge und Reagenzgläser.

A.3.5 Ofen.

A.3.6 Tiegel.

A.3.7 Becherglas, Teflon¹.

A.4 Verfahren

A.4.1 Mehrstufige Säurebehandlung

Dieses Verfahren beruht auf einem Zyklus von Säureauslaugung und Abrauchen (trockene Verdampfung) und umfasst die folgenden Schritte:

- a) Von einer nach ISO 18589-2 hergestellten Prüfprobe werden zwischen 0,1 g und 15 g abgewogen. Die Masse der Prüfmenge muss von der erwarteten Aktivität der Probe und der geforderten Nachweisgrenze abhängig sein.
- b) Die Prüfmenge wird zwischen 550 °C und 600 °C mindestens 5 h lang verascht und im Tiegel (A.3.6) abkühlen gelassen.
- c) Die Probe wird in ein Becherglas geben und je Gramm der Probe werden 10 ml verdünnte HNO₃ (A.2.4) langsam hinzugefügt und umgerührt.
- d) Es wird ein Tag Ruhe gewährt.
- e) Die ²³⁶Pu- oder ²⁴²Pu-Tracerlösung (A.2.1) wird hinzugeben und durch Umrühren homogenisiert.
- f) Langsam werden 150 ml konzentrierte HNO₃ (A.2.3) und 50 ml konzentrierte HCl (A.2.2) hinzugeben.
- g) Der Inhalt wird 1 h lang unter Umrühren gekocht.
- h) Auf Raumtemperatur abkühlen lassen.
- i) Die Flüssigkeit wird in ein anderes Becherglas umgefüllt und aufbewahrt.
- j) Die Schritte e) bis h) werden wiederholt, wobei die Flüssigkeit mit der aufbewahrten Lösung vereint und bis zur Trockenheit eingedampft wird.
- k) Das verbleibende Bodenmaterial wird in einen Teflonbecher (A.3.7) mit 30 ml konzentrierter HNO₃ (A.2.3) gegeben, 15 ml konzentrierte HF (A.2.7) werden zugegeben und bis zur Trockenheit eingedampft.
- l) 30 ml konzentrierte HNO₃ (A.2.3) und 30 ml HF (A.2.7) werden zugegeben. Es wird bis zur Trockenheit eingedampft.
- m) 5 ml konzentrierte HNO₃ (A.2.3) und 1 ml H₂O₂ (A.2.5) werden zugegeben. Es wird bis zur Trockenheit eingedampft.
- n) 20 ml konzentrierte HNO₃ (A.2.3) werden in Teilmengen von 5 ml zugegeben und zwischen jeder Teilmengenzugabe eingedampft.
- o) Die verbleibenden Feststoffe werden unter Verwendung von HNO₃ von 8 mol/l (A.2.4) in ein Zentrifugenröhrchen (A.3.4) überführt. Diese Lösung wird mit der in Schritt h) gewonnenen Flüssigkeit vermischt.
- p) Schritt n) wird zweimal mit 50 ml HNO₃ von 8 mol/l (A.2.4) wiederholt.
- q) Die vermischte Lösung wird bis nahe zur Trockenheit eingedampft und in 50 ml HNO₃ von 8 mol/l (A.2.4) aufgelöst.

Die Prüfmenge ist nun für die Durchführung der radiochemischen Trennung vorbereitet.

¹ TeflonTM ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Teils der ISO 18589 und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produkts durch die ISO.

Die Verwendung größerer Prüfmengen ist möglich, doch ist als letzter Schritt eine Mitfällung des Plutoniums erforderlich, um einen eventuell störenden Einfluss stabiler Elemente zu vermeiden, die vor der radiochemischen Trennung eliminiert werden müssen. Diese Mitfällung erfolgt durch Zugabe von FeCl_3 zur Lösung nach der Behandlung und der Mitfällung durch Zugabe von Ammoniaklösung bis zum Erreichen des pH-Wertes von 10. Der Überstand wird entsorgt und der Eisenhydroxidniederschlag, in dem das Plutonium und andere Aktinide enthalten sind, wird zur weiteren Analyse eingesetzt.

Die Auflösung kann auch mit einem geeigneten Mikrowellen-Aufschlussgerät durchgeführt werden. Die Betriebsbedingungen für jedes System sollten an den Gerätetyp und die Art des zu behandelnden Bodenmaterials angepasst werden.

A.4.2 Einfacher Aufschluss mit Salpetersäure

Dieses Verfahren beruht auf einem Zyklus von Säureauslaugung und Abrauchen:

- von einer nach ISO 18589-2 hergestellten Prüfprobe werden zwischen 0,1 g und 15 g abgewogen. Die Masse der Prüfmenge hängt von der erwarteten Aktivität der Probe und der geforderten Nachweisgrenze ab.
- Langsam werden je Gramm einer Probe 10 ml HNO_3 von 8 mol/l (A.2.4) hinzugeben.
- Der ^{236}Pu - oder ^{242}Pu -Tracer (A.2.1) wird hinzugefügt und durch Umrühren homogenisiert.
- Auf einer Heizplatte (A.3.3) wird mindestens 8 h lang mit gelegentlicher Zugabe von H_2O_2 (A.2.5) digeriert. Ein Abkühlen wird zugelassen.
- Die Prüfmenge wird in ein Zentrifugenröhrchen (A.3.4) überführt und die Feststoffe werden von der flüssigen Phase getrennt. Der Überstand wird aufbewahrt.
Statt die Prüfmenge zu zentrifugieren, kann sie auch über ein Glasfaserfilter filtriert werden.
- Das Becherglas wird mit HNO_3 von 8 mol/l (A.2.4) ausgespült, die Flüssigkeit in das selbe Zentrifugenröhrchen (A.3.4) gefüllt, umgerührt und zentrifugiert. Der Überstand wird zu der nach Schritt e) aufbewahrten Flüssigkeit hinzugefügt. Der Vorgang wird wiederholt, bis die überstehende Flüssigkeit klar ist.
- Der Überstand wird bis zur Trockenheit eingedampft.
- 50 ml HNO_3 von 8 mol/l (A.2.4) werden zugeben.
- 0,6 g NaNO_2 (A.2.6) werden zugefügt und erwärmt, um die nitrosen Gase zu beseitigen, und dann abkühlen gelassen.

Die Prüfmenge ist nun für die Durchführung der radiochemischen Trennung vorbereitet.

Die Verwendung größerer Prüfmengen ist möglich, doch ist als letzter Schritt eine Mitfällung des Plutoniums erforderlich, um einen eventuell störenden Einfluss stabiler Elemente zu vermeiden, die vor der radiochemischen Trennung eliminiert werden müssen. Diese Mitfällung erfolgt durch Zugabe von FeCl_3 zur Lösung nach der Behandlung und der Mitfällung durch Zugabe von Ammoniaklösung bis zum Erreichen des pH-Wertes von 10. Der Überstand wird entsorgt und der Eisenhydroxidniederschlag, in dem das Plutonium und andere Aktinide enthalten sind, wird zur weiteren Analyse eingesetzt.

Die Auflösung darf auch mit einem geeigneten Mikrowellen-Aufschlussgerät durchgeführt werden. Die Betriebsbedingungen für jedes System sollten an den Gerätetyp und die Art des zu behandelnden Bodenmaterials angepasst werden.

A.4.3 Fällung von Plutonium und Americium

Wenn in derselben Prüfmenge großer Masse neben Plutonium auch Americium gemessen wird, muss das spezifische Fällungsverfahren folgendermaßen angepasst werden:

- Nachdem die Extraktion abgeschlossen ist, werden 50 g Oxalsäure (A.2.8) und 200 mg Ca als Nitrat (A.2.10) zugegeben.

- b) Mit NH_4OH (A.2.11) wird durch Fällung ein pH-Wert von 2,5 herbeigeführt. Dies ermöglicht die Pu-Mitfällung am Calciumoxalat und die Abscheidung von Fe und anderen Kationen, da die Fällung bei einem sehr niedrigen pH-Wert erfolgt.
- c) Das System wird für 6 h bei 90 °C ständig umgerührt, dann wird ein Reifen der Kristalle über Nacht zugelassen.
- d) Der Überstand wird in ein Becherglas überführt und der Niederschlag wird aufbewahrt.
- e) Zum Überstand werden 200 mg Ca (A.2.10) geben und die vorherigen Schritte wiederholt.
- f) Der letztlich erhaltene Niederschlag wird in HNO_3 von 8 mol/l (A.2.4) gelöst und in ein 250-ml-Becherglas gegeben.
- g) Auf einer Heizplatte (A.3.3) erfolgt ein Eindampfen bis zur Trockenheit und das Oxalat vollständig abgeraucht.
- h) Nach Entfernung des Oxalats wird der Rückstand in HNO_3 von 4 mol/l (A.2.9) gelöst und 50 mg Fe als FeCl_3 -Lösung (FeCl_3) (A.2.12) werden zugegeben. Dann wird mit NaOH (A.2.13) ein pH-Wert von 12 eingestellt.
- i) Die Überstände werden filtriert und entsorgt.
- j) Der Niederschlag wird in HCl von 9 mol/l (A.2.14) gelöst.
- k) Es erfolgt ein Eindampfen bis zur Trockenheit.
- l) 50 ml HNO_3 von 8 mol/l (A.2.4) werden zugegeben.
- m) 0,6 g NaNO_2 (A.2.6) werden zugegeben, es wird eine Erwärmung durchgeführt, um die nitrosen Gase zu entfernen, und dann abkühlen gelassen.

Die Prüfmenge ist nun für die Durchführung der radiochemischen Reinigung vorbereitet.