

**DIN ISO 18589-5
(VDE 0493-4-5895)**
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 2019-02-14

 Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 18589-5:2010-06

Entwurf
**Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt –
Erdboden –**
**Teil 5: Strontium-90 – Messverfahren mit Proportional- oder
Flüssigszintillationszählung
(ISO/DIS 18589-5:2018);**
Text Deutsch und Englisch

 Measurement of radioactivity in the environment –
Soil –

 Part 5: Strontium-90 – Test method using proportional counting or liquid scintillation counting
(ISO/DIS 18589-5:2018);
Text in German and English

 Mesurage de la radioactivité dans l'environnement –
Sol –

 Partie 5: Strontium-90 – Méthode d'essai par comptage proportionnel et scintillation liquide
(ISO/DIS 18589-5:2018);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

 Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-12-14 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 78 Seiten

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

Nationales Vorwort

Das internationale Dokument ISO/DIS 18589-5 „Measurement of radioactivity in the environment – Soil – Part 5: Strontium-90 – Test method using proportional counting or liquid scintillation counting“ 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 Teil 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 nur 2 Monate 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 frühzeitig 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 Abschnichtsnummer, 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 18589-5:2010-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Überarbeitung der technischen Aussagen der ISO 18589-5:2009;
- b) die Einleitung und die Beschreibung des Anwendungsbereichs wurden erheblich erweitert;
- c) die Verweisungen wurden aktualisiert und ergänzt;
- d) Lücken in der Beschreibung der Verfahren wurden geschlossen (z. B. in [Abschnitt 4](#));
- e) die [Unterabschnitte 4.3.2 bis 4.3.4](#) zur Probenvorbereitung bzw. Bestimmung des Strahlungsuntergrunds wurden neu aufgenommen;
- f) die Gliederung der Norm wurde überarbeitet (z. B. wird jedem Verfahren ein eigener Abschnitt gewidmet) und die Beschreibung der Verfahren in den Haupttext der Norm überführt;
- g) die bisherigen [Anhänge A bis D](#) sind entfallen;
- h) im neuen [Anhang A](#) werden Beispiele von Auswerteverfahren gegeben.

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort	2
Vorwort	6
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich	9
2 Normative Verweisungen	9
3 Begriffe und Formelzeichen	10
4 Prinzip	11
4.1 Allgemeines	11
4.2 Chemische Trennung	11
4.3 Nachweis	12
4.3.1 Allgemeines	12
4.3.2 Vorbereitung der Prüfproben für die Flüssigszintillationszählung	12
4.3.3 Vorbereitung der Prüfprobe für die Proportionalzählung	12
4.4 Untergrundbestimmung	13
5 Chemische Reagenzien und Hilfsmittel	13
6 Strontiumaufschlussverfahren	14
6.1 Allgemeines	14
6.2 Technische Hilfsmittel	14
6.2.1 Geräte	14
6.2.2 Chemische Reagenzien	14
6.3 Vorgehensweise	14
7 Chemische Trennung durch Ausfällung	15
7.1 Allgemeines	15
7.2 Technische Hilfsmittel	15
7.2.1 Geräte	15
7.2.2 Chemische Reagenzien	16
7.3 Verfahren	16
7.3.1 Abtrennung der Alkalimetalle und des Calciums	16
7.3.2 Abscheidung von Barium, Radium und Blei	16
7.3.3 Abscheidung von Spaltprodukten und Yttrium	17
7.3.4 Reinigung des Strontiums	17
7.3.5 Yttrium-Extraktion	18
7.3.5.2 Vorbereitung der Prüfprobe für die Messung mit einem Proportionalzähler (PC)	18
7.3.6 Ermittlung der chemischen Ausbeute	18
8 Chemisches Trennverfahren mittel Flüssig-Flüssig-Extraktion	19
8.1 Allgemeines	19
8.2 Technische Hilfsmittel	20
8.2.1 Geräte	20

8.2.2	Chemische Reagenzien	20
8.3	Verfahren	20
8.3.1	Allgemeines	20
8.3.2	Chemische Trennung des Yttriums	21
8.3.3	Vorbereitung der Prüfprobe für die Messung mit einem Proportionalzähler (PC)	21
8.3.4	Vorbereitung der Prüfprobe für die Messung mit einem Flüssigszintillationszähler (LSC)	21
8.3.5	Bestimmung der chemischen Ausbeute	22
9	Chemisches Trennverfahren mittels Chromatographie (Kronen-Ether-Harz)	22
9.1	Allgemeines	22
9.2	Technische Hilfsmittel	23
9.2.1	Geräte	23
9.2.2	Chemische Reagenzien	23
9.3	Verfahren	23
9.3.1	Allgemeines	23
9.2.3	Chemische Trennung des Strontiums	23
9.3.3	Bestimmung der chemischen Ausbeute	24
10	Messung	24
10.1	Allgemeines	24
10.2	Flüssigszintillationszähler	24
10.3	Gasdurchfluss-Proportionalzähler	25
10.4	Effizienzkalibrierung	25
11	Angabe der Ergebnisse	25
11.1	Allgemeines	25
11.2	Bestimmung des ^{90}Sr im Gleichgewicht mit ^{90}Y	26
11.2.1	Berechnung der Aktivität je Masseneinheit	26
11.2.2	Standardunsicherheit	26
11.2.3	Erkennungsgrenze	27
11.2.4	Nachweisgrenze	27
11.3	Bestimmung von ^{90}Sr über ^{90}Y	27
11.3.1	Berechnung der Aktivität je Masseinheit	27
11.3.2	Standardunsicherheit	28
11.3.3	Erkennungsgrenze	28
11.3.4	Nachweisgrenze	28
11.4	Bestimmung von ^{90}Sr bei Vorhandensein von ^{89}Sr und radioaktivem Gleichgewicht zwischen ^{90}Sr und ^{90}Y	29
11.4.1	Berechnung der Aktivität je Masseneinheit	29
11.4.2	Standardunsicherheit	29
11.4.3	Erkennungsgrenze	30
11.4.4	Nachweisgrenze	30

11.5	Vertrauensgrenzen	31
8	Prüfbericht	31
	Anhang A (informativ) Beispiel für Auswertungsmodelle	32
A.1	Allgemeine Betrachtungen	32
A.2	Bestimmung von ^{90}Sr im Gleichgewicht mit ^{90}Y	32
A.2.1	Eingangsgrößen und ihre Werte	32
A.2.2	Spezifische Aktivität	33
A.2.3	Standardunsicherheit	33
A.2.4	Nachweis- und Erkennungsgrenze	33
A.3	Bestimmung von ^{90}Sr durch ^{90}Y	34
A.3.1	Eingangsgrößen und deren Werte	34
A.3.2	Spezifische Aktivität	35
A.3.3	Standardunsicherheit	35
A.3.4	Nachweis- und Erkennungsgrenze	35
A.4	Bestimmung von ^{90}Sr in Gegenwart von ^{89}Sr wenn ^{90}Sr im Gleichgewicht mit ^{90}Y ist	36
A.4.1	Eingangsgrößen und ihre Werte	36
A.4.2	Spezifische Aktivität	37
A.4.3	Standardunsicherheit	37
A.4.4	Nachweis- und Erkennungsgrenze	38
	Literaturhinweise	40

Tabellen

Tabelle 1 – Durchschnittliche Betaemissionsenergien (keV) und Halbwertszeiten von ^{90}Sr , ^{90}Y und ^{89}Sr	11
Tabelle 2 – Nachweisverfahren für Strontium, abhängig von seinem Ursprung.....	13
Tabelle A.1.....	32
Tabelle A.2.....	34
Tabelle A.3.....	36

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise 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 Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen 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 Beschreibung der Bedeutung von ISO-spezifischen Begriffen in Bezug auf die Konformitätsbewertung, ebenso wie die Information zu den ISO-Verbindungen zu den Prinzipien der Welthandelsorganisation (WTO) über die technischen Handelsbeschränkungen (TBT) siehe: www.iso.org/iso/foreword.html.

ISO 14708-2 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 150, Implants for surgery, Unterkomitee SC 6, Active implants, erarbeitet.

Dieses Dokument von vom technischen Komitee ISO/TC 85, Nuclear energy, Unterkomitee SC 2, Radiological protection erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 18589-5:2009), die technisch überarbeitet wurde.

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

Einleitung

Jeder ist natürlicher Strahlung ausgesetzt. Die natürlichen Strahlungsquellen sind die kosmische Strahlung und natürlich vorkommende radioaktive Stoffe, die im Erdboden und innerhalb des menschlichen Körpers vorkommen. Menschliche Aktivitäten wie die Verwendung von Strahlung und von radioaktiven Substanzen erzeugen eine Strahlenexposition zusätzlich zur natürlichen Strahlung. Einige dieser Aktivitäten, wie z. B. Bergbau und die Verwendung von Erzen, die natürlich vorkommende radioaktive Stoffe (NORM) enthalten, sowie die Energieerzeugung durch die Verbrennung von Kohle, die solche Stoffe enthält, erhöhen die Exposition durch natürliche Strahlenquellen. Kernreaktoren und andere kerntechnische Einrichtungen verwenden radioaktive Stoffe und erzeugen radioaktives Abwasser und radioaktiven Abfall während ihres Betriebs und ihrer Stilllegung. Die Verwendung von radioaktivem Material in Industrie, Agrarwirtschaft und Forschung nimmt rund um den Erdball zu.

Alle diese menschlichen Aktivitäten führen im Allgemeinen zu Strahlenexpositionen, die nur einen kleinen Teil der weltweit durchschnittlichen Höhe der natürlichen Strahlenexposition ausmachen. Die medizinische Anwendung von Strahlung ist die größte und weiterhin zunehmende menschengemachte Quelle der Strahlenexposition in entwickelten Ländern. Sie beinhaltet die diagnostische Radiologie, Strahlentherapie, Nuklearmedizin und interventionelle Radiologie.

Strahlenexposition ist auch die Folge von beruflichen Aktivitäten. Sie tritt sowohl bei Beschäftigten in Industrie, Medizin und Forschung bei der Verwendung radioaktiver Stoffe, als auch bei Passagieren und Besatzung von Flugzeugen während des Fluges und bei Astronauten auf. Die durchschnittliche Strahlenexposition von beruflichen Expositionen ist im Allgemeinen unterhalb des weltweiten Durchschnitts an natürlicher Strahlenexposition [1].

Mit der zunehmenden Verwendung von Strahlung nehmen auch die möglichen gesundheitlichen Risiken und die Bedenken in der Öffentlichkeit zu. Deshalb werden all diese Tätigkeiten regelmäßig bewertet, um das Verständnis der globalen Werte, der zeitlichen Trends in der Bevölkerung und bei den Arbeitnehmern zu verbessern, die Komponenten der Exposition festzustellen, die Anteile der Exposition zu bewerten und ein Maß für ihre relative Bedeutung zu ermitteln und auf neue Probleme, die mehr Aufmerksamkeit und Kontrolle bedürfen, reagieren zu können. Während die Strahlendosis von Arbeitnehmern meist direkt gemessen wird, werden die Expositionen der Bevölkerung üblicherweise durch indirekte Verfahren über die Ergebnisse von Radioaktivitätsmessungen verschiedener Quellen ermittelt: Abfall, Ableitungen und/oder Umweltproben.

In dem Prozess der Dosisermittlung ist es entscheidend, dass sich die Interessengruppen (die Betreiber, die Regulierungsbehörden, die örtlichen Informationsgremien und -vereinigungen usw.) auf geeignete Methoden und Prozeduren für Probenahme, Handhabung, Transport, Lagerung und Aufbereitung der Proben, die Prüfverfahren und für die Bestimmung der Messunsicherheit einigen, so dass die Daten, die aus den Radioaktivitätsüberwachungsprogrammen erhalten werden, ihren vorgesehenen Verwendungszweck unterstützen. Da zuverlässige vergleichbare und „fit for purpose“-Daten die wesentliche Grundlage für jede Entscheidung über die Gesundheit der Bevölkerung, die auf Radioaktivitätsmessdaten beruhen, sind, sind internationale Normen über geprüfte und validierte Radionuklid-Prüfverfahren ein wichtiges Werkzeug für die Erzeugung dieser Messergebnisse. Die Anwendung von Normen dient auch dazu, eine zeitliche Vergleichbarkeit der Prüfergebnisse zwischen den verschiedenen Prüflaboren sicherzustellen. Labore, die diese anwenden, weisen dann durch erfolgreiche Teilnahme an Ringversuchen ihre technische Qualifikation nach und erfüllen so zwei wesentliche Voraussetzungen, um eine nationale Akkreditierung zu erhalten. Heute stehen über 100 Internationale Normen, erarbeitet von Technischen Komitees einschließlich des ISO/TC 85 und der IEC, zur Anwendung in Prüflaboren zur Verfügung, um die wichtigsten Radionuklide zu messen.

Generische Normen helfen den Prüflaboren, den Messprozess zu verwalten, indem sie die allgemeinen Anforderungen und Methoden zur Kalibrierung und Validierung von Techniken festlegen. Diese Normen untermauern spezifische Normen, die die vom Personal durchzuführenden Prüfverfahren beschreiben, z. B. für verschiedene Probenarten. Die spezifischen Normen umfassen Prüfverfahren für:

- natürliche Radionuklide (einschließlich ^{40}K , ^3H , ^{14}C und die aus den Thorium- und Uran-Zerfallsreihen stammenden Radionuklide, insbesondere ^{226}Ra , ^{228}Ra , ^{234}U , ^{238}U , ^{210}Pb) die in Materialien natürlichen Ursprungs gefunden oder durch technische Prozesse, bei denen natürlich vorkommende radioaktive Materialien eingesetzt werden (z. B. im Bergbau und durch die Verarbeitung von Mineralsanden oder Phosphatdüngerproduktion und -verwendung), freigesetzt werden.

- von Menschen erzeugte Radionuklide, wie Transurane (Americium, Plutonium, Neptunium, Curium), ^3H , ^{14}C , ^{90}Sr und Gammastrahlung emittierende Radionuklide in Abfall, flüssigen und gasförmigen Ableitungen und in Umweltmedien (Wasser, Luft, Boden, Biota) sowie Lebensmittel und Futter als Folge der autorisierten Freisetzen in die Umwelt und des Fallouts aus der Explosion von Nuklearwaffen in der Atmosphäre sowie von Unfällen wie die, die in Tschernobyl und Fukushima aufgetreten sind.

Der Anteil der Untergrunddosisleistung, die auf den Menschen aus der Umgebungsstrahlung, hauptsächlich Gammastrahlung, einwirkt, ist sehr variabel und hängt von Faktoren wie der Radioaktivität im lokalen Gestein und Boden, der Art des Baumaterials und der Konstruktion der Häuser ab, in denen die Menschen leben und arbeiten. Die von der natürlichen Gamma-Umgebungsstrahlung herrührende Dosisleistung, die auf den Menschen einwirkt, weist beträchtliche geographische Schwankungen auf; sie kann in Gegenden mit Sedimentgestein sehr viel niedriger sein als in Gegenden mit vulkanischem Gestein und sie kann an einigen Stellen der Welt eine Größenordnung höher sein als an anderen. Radon, das aufgrund des Zerfalls von Uran und Thorium in der Erdkruste in die Luft freigesetzt wird, wird als Hauptanteil der Strahlenexposition des Menschen angesehen, das zu über 50 % zur jährlich akkumulierten Strahlendosis beiträgt [1]. In der Umwelt auf der Erdoberfläche natürlich vorkommende radioaktive Stoffe (NORM) tragen zu ungefähr 90 % zur jährlichen Strahlendosis der Bevölkerung bei.

Eine zuverlässige Bestimmung der spezifischen Aktivität sowohl der von Menschenhand erzeugten Radionuklide, der im Boden natürlich vorkommenden Radionuklide, Festgestein und Erz als auch in Baumaterial und -produkten, wie z. B. Keramik, verwenden NORM und jene aus der technischen Anwendung natürlich vorkommender radioaktiver Stoffe (TENORM), z. B. der Bergbau und Verarbeitung von mineralischem Sand oder Phosphatdüngerproduktion und deren Einsatz, ist für die Abschätzung der potenziellen Strahlenexposition des Menschen notwendig; um die Übereinstimmung der Strahlenschutz- und Umweltregelungen zu überprüfen oder dazu, dass sich Anleitungen zur Verringerung des Gesundheitsrisikos ergeben.

Folglich ist eine internationale Norm zur Bestimmung der Radioaktivität für den Einsatz durch Prüflabore, die Radionuklidmessungen durchführen und möglicherweise eine spezielle Akkreditierung für die Messung von Radionukliden in Gestein, Boden und Baumaterialien und -produkten haben müssen, berechtigt.

Diese Internationale Norm wurde in sieben Teilen veröffentlicht, je nach Bedarf für die gemeinsame oder separate Anwendung. Diese Teile sind ergänzend und an die gerichtet, die zuständig für die Bestimmung der Radioaktivität im Boden, Felsgestein oder Erz (NORM oder TENORM) sind. Die ersten zwei Teile sind allgemein gehalten und beschreiben das Aufstellen von Programmen und Sammeltechniken, Verfahren zur allgemeinen Probenaufbereitung im Labor (Teil 1), die Probenahmestrategie und die Sammeltechnik von Bodenproben, die Handhabung der Bodenproben und Probenvorbereitung (Teil 2). Die Teile 3 bis 5 behandeln nuklidspezifische Prüfverfahren, um die spezifische Aktivität von gamma-emittierenden Radionukliden (Teil 3), Plutonium-Isotopen (Teil 4) und ^{90}Sr (Teil 5) von Bodenproben zu bestimmen. Teil 6 handelt von nicht-spezifischen Messungen, um schnell Gesamtalpha- und Gesamtbeta-Aktivitäten zu quantifizieren, und Teil 7 beschreibt die In-Situ-Messung von gamma-emittierenden Radionukliden.

Die Prüfverfahren, die in den Teilen 3 bis 6 dieser Norm beschrieben sind, können ebenso für die Messung der Radionuklide in Klärschlamm, Sediment, Baumaterialien und Produkten nach geeigneten Probenahmeverfahren angewendet werden.

Diese Norm gehört zu einem Satz von Internationalen Normen für die Messung der Radioaktivität in der Umwelt.

Zusätzliche Teile können künftig zur ISO 18589 angefügt werden, sollte die Normung der Messung weiterer Radionuklide erforderlich werden.

**Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt –
Erdboden –
Teil 5: Strontium-90 –
Messverfahren mit Proportional- oder Flüssigszintillationszählung**

1 Anwendungsbereich

In diesem Dokument werden Verfahren für die Messung der Aktivität von ^{90}Sr im Gleichgewicht mit ^{90}Y und von ^{89}Sr , reine Betastrahler, in Bodenproben beschrieben. Erläutert werden verschiedene chemische Trennverfahren für die Herstellung von Strontium- und Yttriumquellen, deren Aktivität mit Hilfe eines Proportionalzählers (PC) oder eines Flüssigszintillationszählers (LSC) bestimmt wird. ^{90}Sr kann von Prüfproben erhalten werden, wenn das radioaktive Gleichgewicht zwischen ^{90}Sr und ^{90}Y erreicht ist. Die Auswahl des Messverfahrens hängt von der Kontaminationsquelle, den Eigenschaften des zu analysierenden Bodens, der geforderten Messgenauigkeit und der Ausstattung der verfügbaren Labore ab.

Diese Verfahren dienen der Bodenüberwachung nach früheren oder aktuellen, unbeabsichtigten oder routinemäßigen flüssigen oder gasförmigen Freisetzungen. Sie decken auch die Überwachung der durch globalen Fallout entstehenden Kontamination ab.

Im Falle eines neueren Fallouts unmittelbar nach einem nuklearen Störfall ist die Freisetzung von ^{89}Sr im Verhältnis zur Gesamtmenge der Strontium-Aktivität nicht vernachlässigbar. Diese Norm beschreibt auch ein Messverfahren zur Bestimmung der Aktivität von ^{90}Sr bei Vorhandensein von ^{89}Sr .

Die Prüfverfahren, die in diesem Dokument beschrieben sind, können ebenfalls zur Messung von Radionukliden in Klärschlamm, Sediment, Baumaterialien und -produkten, die geeigneten Probennahmeverfahren folgen, angewendet werden [2], [3], [4], [5], [6], [7].

Werden eine Probengröße von 20 g und Messzeiten von 1 000 min verwendet, können Nachweisgrenzen für ^{90}Sr von $0,1 \text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$ bis $0,5 \text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$ mit konventionellen und kommerziell erhältlichen Proportional- und Flüssigszintillationszählern erreicht werden, wenn die Gegenwart von ^{89}Sr vernachlässigt werden kann. Ist ^{89}Sr in der Prüfprobe vorhanden können Nachweisgrenzen von $1 \text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$ bis $2 \text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$ für beide Radionuklide, ^{90}Sr und ^{89}Sr , erreicht werden, wenn dieselbe Probengröße, Messzeit und Proportionalzähler oder Flüssigszintillationszähler wie im vorherigen Fall verwendet wird.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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 3696, *Water for analytical laboratory use – Specification and test methods*

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)*

ISO 19361, *Measurement of radioactivity – Determination of beta emitters activities – Test method using liquid scintillation counting*

IEC 61453, *Nuclear instrumentation – Scintillation gamma ray detector systems for the assay of radionuclides – Calibration and routine tests*

ISO 80000-10, *Quantities and units – Part 10: Atomic and nuclear physics*

3 Begriffe und Formelzeichen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe und Formelzeichen nach ISO 18589-1, ISO 11074, ISO 31-9 und ISO 11929 und die folgenden Formelzeichen.

m	Masse der Prüfmenge, in Kilogramm
a_i	Aktivität je Masseneinheit des Radionuklids i , in Becquerel je Kilogramm
$A_{i,s}$	Aktivität der Kalibrierquelle von Radionuklid i zum Kalibrierzeitpunkt, in Becquerel
A_i	Aktivität der Probenquelle von Radionuklid i zum Zeitpunkt $t = 0$, in Becquerel
t_g	Probenzähldauer, in Sekunden
t_0	Untergrundzähldauer, in Sekunden
t_s	Kalibrierquellenzähldauer
r_g	Gesamtzählrate je Sekunde
r_0	Untergrundzählrate je Sekunde
r_s	Kalibrierquellenzählrate je Sekunde
$R_{C,i}$	chemische Ausbeute der Extraktion von Radionuklid i
ε_i	Zählausbeute von Radionuklid i
λ_i	Zerfallskonstante von Radionuklid i
t_d, t_f	Anfangs- und Endzeitpunkt der Messung, bezogen auf $t = 0$, in Sekunden
r_{gj}	Gesamtzählrate je Sekunde für Messung j
r_{0j}	Untergrundzählrate je Sekunde für Messung j
r_j	Nettozählrate je Sekunde für Messung j
t_j	Startzeitpunkt der Messung j , bezogen auf $t = 0$
$u(a_i)$	Standardunsicherheit des Messergebnisses, in Becquerel je Kilogramm
U	erweiterte Unsicherheit, errechnet nach $U = k \cdot u(a_i)$ mit $k = 1, 2, \dots$, in Becquerel je Kilogramm
a_i^*	Erkennungsgrenze für Radionuklid i , in Becquerel je Kilogramm
$a_i^\#$	Nachweisgrenze von Radionuklid i , in Becquerel je Kilogramm
$a_i^\triangleleft, a_i^\triangleright$	untere und obere Grenze des Vertrauensintervalls von Radionuklid i , in Becquerel je Kilogramm

4 Prinzip

4.1 Allgemeines

^{90}Sr , ^{90}Y und ^{89}Sr sind Radionuklide mit reiner Betastrahlenemission. Ihre Betaemissionsenergien und Halbwertszeiten (nach BIPM) sind in Tabelle 1 angegeben.

Tabelle 1 – Durchschnittliche Betaemissionsenergien (keV) und Halbwertszeiten von ^{90}Sr , ^{90}Y und ^{89}Sr

	^{90}Sr	^{90}Y	^{89}Sr
Betaenergie	196 keV	926,7 keV	584,6 keV
Halbwertszeit	28,8 Jahre	2,67 Tage	50,6 Tage

Strontium kann direkt gemessen oder über die Messung seines Tochterprodukts Yttrium ermittelt werden. Alle Messungen basieren auf einer chemischen Trennung, gefolgt von einer Betazählung des Elements unter Verwendung eines Proportionalzählers (PC) oder eines Flüssigszintillationszählers (LSC) (siehe [Tabelle 2](#) und die Literaturstellen [\[8\]](#) und [\[9\]](#)).

In einem vorherigen Schritt wird Strontium aus einer Bodenprüfprobe mittels der Säuremethode abgetrennt und befindet sich in der Aufschlusslösung. Der Tracer oder der Träger wird am Beginn dieses Schrittes des Verfahrens hinzugefügt und, wenn die Zeit es erlaubt, gewöhnlich bis zu einem Tag abgewartet, bis man das Gleichgewicht vor dem Beginn des Strontium-Aufschlusses erhält.

Ein Strontium-Trennverfahren für Bodenproben ist in [Abschnitt 6](#) beschrieben.

4.2 Chemische Trennung

Nach dem Aufschluss der Bodenprobe muss das Strontium durch Ausfällen oder durch chromatographische Abtrennung über ein spezifisches Harz, z. B. Kronen-Ether-Harz, aus der Aufschlusslösung isoliert werden. Yttrium kann durch Ausfällen oder Flüssig-Flüssig-Extraktion isoliert werden.

Der Trennschritt sollte zu der höchstmöglichen Menge an reinem Element führen. Das gewählte Verfahren muss deshalb selektiv sein und eine hohe chemische Ausbeute liefern. Da Radioisotope von Thorium, Blei und Wismut im Boden vorkommen, müssen sie eliminiert werden, weil sie im Messschritt die Erkennung der Emission von ^{90}Sr , ^{90}Y oder ^{89}Sr stören können. Weitere Bodenbestandteile, die sich störend auswirken können, wie z. B. Erdalkalielemente, Calcium für Strontium, Transuran- und Lanthanidelemente für Yttrium, müssen ebenfalls eliminiert werden, da sie die chemische Ausbeute der Extraktion verringern.

Die Ausbeute der radiochemischen Trennung wird mit Hilfe eines Trägers, wie z. B. stabiles Sr oder Y, oder mit einem radioaktiven Tracer wie ^{85}Sr ermittelt. Empfohlen wird die Methode der Atomabsorptionsspektroskopie (AAS) oder der Atomemissionsspektroskopie (ICP-AES) oder Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) zur Messung des inaktiven Trägers und die Gammaskpektrometrie zur Messung des ^{85}Sr . Die Träger lassen sich auch mit gravimetrischen Verfahren bestimmen, doch können in den Auslauglösungen enthaltene inaktive Elemente (im Wesentlichen Erdalkalielemente) eine zu hohe radiochemische Ausbeute vortäuschen, was insbesondere für die Strontiummessung zutrifft.

Wenn stabiles Strontium als Träger hinzugegeben wird, muss dessen ursprüngliche Konzentration in der Prüfprobe bekannt sein, um die Berechnung einer zu hohen Ausbeute der radiochemischen Trennung zu vermeiden.

Die drei gebräuchlichen Techniken für die chemische Trennung sind: Fällung [\[10\]](#) [\[11\]](#), Flüssig-Flüssig Extraktion und chromatographische Trennung unter Verwendung von selektivem Kronen-Ether Harz [\[12\]](#) [\[13\]](#) [\[14\]](#). In den [Abschnitten 7, 8 und 9](#) ist für jeden dieser Techniken ein Verfahren beschrieben.

4.3 Nachweis

4.3.1 Allgemeines

Empfohlen wird die Verwendung eines Flüssigszintillationszählers, der Spektren liefert und Störungen durch unerwünschte Radionuklide erkennen lässt, wogegen ein Proportionalzähler die Emissionen verschiedener Betastrahler nicht unterscheiden kann. Bei der Verwendung eines Proportionalzählers wird empfohlen, die Reinheit des Fällungsprodukts durch Verfolgen der Änderung der Aktivität von ^{90}Y oder ^{89}Sr über einen angemessenen Zeitraum zu überprüfen, auch wenn dieses Verfahren zeitaufwändig ist.

4.3.2 Vorbereitung der Prüfproben für die Flüssigszintillationszählung

Der Flüssigszintillationszähler misst die Photonen, die in der Prüfprobe durch Wechselwirkung mit dem Cocktail (Szintillationsflüssigkeit) in Folge der Anregung durch die Betastrahlung entstehen. Für eine korrekte Durchführung der Messungen mit Flüssigszintillationszählung sollten die Empfehlungen der ISO 19361 berücksichtigt werden.

Der Sr- oder Y-Niederschlag wird aufgelöst und mit dem Cocktail (Szintillationsflüssigkeit) vermischt. Das Volumen der Lösung hängt vom verwendeten Messgerät (Größe der Messfläschchen) und dem verwendeten speziellen Cocktail (Szintillationsflüssigkeit) ab.

Die Kalibrierprobe muss aus einer bekannten Menge Tracer (^{90}Sr , ^{89}Sr , $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ oder ^{90}Y) mit derselben Geometrie und chemischen Zusammensetzung wie die zu messende Quelle hergestellt werden. Methoden, welche die Kalibrierung mit verschiedenen Radionukliden erlauben, sind ebenfalls verfügbar [15].

Die Blindprobe sollte nach dem gleichen Verfahren hergestellt werden, wobei mit einer Prüfmenge ohne ^{90}Sr (oder direkt mit demineralisiertem Wasser) zu beginnen ist.

4.3.3 Vorbereitung der Prüfprobe für die Proportionalzählung

Der Proportionalzähler misst direkt die Betastrahlung einer Prüfprobe, die in Form einer dünnen Schicht, um die Selbstabsorptionseffekte minimal zu halten, hergestellt wurde.

Der Sr- oder Y-Niederschlag wird nach Filterung als Rückstand auf dem Filter oder durch direktes Eindampfen auf einer Edelstahlschale abgeschieden.

Die Filter- oder Schalendurchmesser sollten der Detektorgröße entsprechen.

Die Kalibrierprobe muss aus einer bekannten Menge Tracer (^{90}Sr , ^{89}Sr , $^{90}\text{Sr}+^{90}\text{Y}$ oder ^{90}Y) mit derselben Geometrie und chemischen Zusammensetzung wie die zu messende Quelle hergestellt werden.

Die Blindprobe sollte nach dem gleichen Verfahren hergestellt werden, wobei mit einer unbelasteten Prüfmenge (oder direkt mit demineralisiertem Wasser) zu beginnen ist.

4.4 Untergrundbestimmung

Der Untergrund ist unter Verwendung einer für das gewählte Verfahren hergestellten Blindprobe zu messen.

Tabelle 2 – Nachweisverfahren für Strontium, abhängig von seinem Ursprung

Ursprung		Alter Fallout				Neuer Fallout	
Radioisotopen-gehalt		$^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$				$^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ ^{89}Sr	
Trennung	Element	Sr		→Y ¹		Sr	
	Methode	Chromatographie ²	Ausfällung	Extraktion	Ausfällung	Chromatographie ³	Ausfällung
	Produkt	^{90}Sr		^{90}Y		$^{90}\text{Sr} + ^{89}\text{Sr}$	
	Träger oder Tracer ⁴	^{85}Sr oder stabiles Sr		Stabiles Y		^{85}Sr oder stabiles Sr	
Messung(en)	Gleichgewicht $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$	Ja 15 bis 20 Tage (empfohlen)	↑ Nein ↓	Nein		Ja 15 bis 20 Tage (empfohlen)	Nein
	Anzahl	↓ 1	↓	1		≥ 2	
	Emissionen	^{90}Sr ^{90}Y		^{90}Y		^{90}Sr ^{90}Y ^{89}Sr	
	Hilfsmittel	Proportionalzähler oder Flüssigszintillationszähler (gesamt)		Proportionalzähler oder Flüssigszintillationszähler (gesamt oder Cerenkov)		Proportionalzähler oder Flüssigszintillationszähler (gesamt)	
	Kalibrierquellen	$^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$	^{90}Sr ^{90}Y	^{90}Y		$^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ ^{89}Sr	^{90}Sr ^{90}Y ^{89}Sr

1 Y-Trennung wird nach Erreichen des ^{90}Sr - ^{90}Y -Gleichgewichts in der Prüfprobe durchgeführt.

2 Spezifische Chromatographie mit Kronen-Ether-Harz.

3 Spezifische Chromatographie mit Kronen-Ether-Harz.

4 Träger- oder Tracermessungen werden für ^{85}Sr mit Hilfe der Gammaskpektrometrie und für Sr und Y mit gravimetrischen Verfahren, Atomabsorption (AAS) oder Massenspektrometrie (MS) durchgeführt.

5 Chemische Reagenzien und Hilfsmittel

Die erforderlichen chemischen Reagenzien und Hilfsmittel für die einzelnen Strontiummessverfahren sind in den [Abschnitten 7, 8 und 9](#) angegeben.

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

6 Strontiumaufschlussverfahren

6.1 Allgemeines

Strontium in der Bodenprobe kann durch einen einfachen Salpetersäureaufschluss herausgelöst werden.

Der Tracer oder der Träger wird zu Beginn dieses Verfahrensschritts zugefügt, und wenn die Zeit es gestattet, üblicherweise bis zu einem Tag, die Einstellung eines Gleichgewichtszustands abgewartet, bevor die Strontiumabtrennung beginnt.

Wenn stabiles Strontium als Träger zugegeben wird, muss vor dem Zusatz des Trägers die Strontiumkonzentration der Prüfprobe ermittelt werden.

6.2 Technische Hilfsmittel

6.2.1 Geräte

Folgende Geräte werden verwendet

- a) analytische Waage mit einer Genauigkeit von 0,1 mg;
- b) Heizplatte;
- c) Zentrifuge und Reagenzgläser;
- d) Ofen.

6.2.2 Chemische Reagenzien

Folgende Reagenzien sind erforderlich:

- a) Sr^{2+} -Träger, ^{85}Sr -Tracer oder Y-Metallträger;
- b) Salpetersäure, verdünnt, $c(\text{HNO}_3) = 8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$;
- c) Wasserstoffperoxid, $w(\text{H}_2\text{O}_2) = 30 \%$;
- d) Natriumnitrit (NaNO_2).

6.3 Vorgehensweise

Das nachfolgend beschriebene Verfahren, beruhend auf einem Zyklus von Säureaufschluss und Eindampfung bis zur Trockene, umfasst folgende Schritte:

- a) eine Menge zwischen 0,1 g und 50 g Prüfprobe abwiegen, die in Übereinstimmung mit ISO 18589-1 behandelt wird. Die Masse der Prüfmenge hängt von der angenommenen Aktivität der Probe, der gewünschten Nachweisgrenze und dem gewählten Verfahren ab;
- b) schrittweise je Gramm Probenmaterial 10 ml 8-molare HNO_3 langsam hinzugeben;
- c) den Tracer oder Träger hinzufügen und zum Homogenisieren umrühren;
- d) auf einer Heizplatte mindestens 8 h lang mit schrittweiser Zugabe von H_2O_2 digerieren;
- e) die Prüfmenge in ein Zentrifugenröhrchen füllen und zentrifugieren. Den Überstand aufbewahren;
ANMERKUNG 1 Es ist möglich, die Prüfmenge nach Abkühlung mit einem Glasfaserfilter zu filtern statt sie zu zentrifugieren.
- f) den Becher mit 8-molarer HNO_3 ausspülen und die Flüssigkeit in das selbe Zentrifugenröhrchen füllen, umrühren und zentrifugieren. Den Überstand mit der in Schritt e) aufbewahrten Flüssigkeit zusammen gießen. Den Vorgang wiederholen, bis die überstehende Flüssigkeit klar ist;
- g) den Überstand bis zur Trockene eindampfen;
- h) 50 ml 8-molare HNO_3 hinzugeben;
- i) 0,6 g NaNO_2 zufügen und erhitzen, um die nitrosen Dämpfe zu beseitigen. Dann abkühlen lassen.

Die Probe ist nun zur Durchführung der radiochemischen Trennung vorbereitet.

ANMERKUNG 2 Der Aufschluss kann auch mit einem Mikrowellengerät durchgeführt werden. Die Betriebsbedingungen für jedes System sollten an den benutzten Gerätetyp und die Art des aufzuschließenden Bodenmaterials angepasst werden.

7 Chemische Trennung durch Ausfällung

7.1 Allgemeines

Die Präzipitationstechnik ist zum Abscheiden aller mineralischen Elemente einschließlich Strontium in Bodenproben mit hohem Mineralsalzgehalt geeignet. Diese Technik ist sehr effizient, jedoch nicht selektiv für Strontium. Der notwendige Einsatz großer Mengen von Salpetersäure und die erforderliche Wartezeit bis zur Einstellung des Strontium/Yttrium-Gleichgewichts begrenzen ihren Einsatz. In dieser Norm führen die gebräuchlichsten Verfahren zu einem SrCO_3 Fällungsprodukt und die Verfahren sind hier aufgeführt.

Das Strontium wird durch die Zugabe von Salpetersäure ausgefällt. Yttrium und andere störende Elemente werden durch Ausfällen der Hydroxide nach einer Bariumchromatfällung eliminiert. Das Endprodukt ist ein Strontiumcarbonatniederschlag (SrCO_3), der nach Auflösung mit Proportional- (PC) oder Flüssigszintillationszählung (LSC) gemessen werden kann. Eine weitere Möglichkeit besteht darin, das Yttrium nach Erreichen des säkularen radioaktiven Gleichgewichts von Strontium durch Ausfällung in Form des Oxalates abzutrennen und anschließend mittels Proportional- (PC) oder Flüssigszintillationszählung (LSC) zu messen.

Für das Messverfahren mit ^{90}Sr und ^{90}Y im radioaktiven Gleichgewicht wird entweder die Summe der Aktivitäten von Yttrium und Strontium direkt im Niederschlag gemessen oder nur die Yttriumaktivität nach einer letzten Abtrennung vom Strontium. Im letzteren Fall wird die chemische Ausbeute durch Zugabe eines Yttriumträgers zur Prüfprobe vor der Yttriumtrennung ermittelt. Das Endprodukt ist ein Yttriumpräzipitat, üblicherweise in Form eines Oxalatniederschlags. Bei Abwesenheit von ^{89}Sr wird ^{90}Sr durch Zählen der von ^{90}Y oder von ^{90}Y und ^{90}Sr im Gleichgewicht emittierten Betastrahlung bestimmt.

Wenn der Gehalt an ^{89}Sr in der Prüfmenge nicht vernachlässigt werden kann, müssen zwei Strontiumbestimmungen zu unterschiedlichen Zeitpunkten durchgeführt werden.

Für die Masse der Prüfmenge müssen die angenommene Aktivität der Probe und die gewünschte Nachweisgrenze berücksichtigt werden. Das unten beschriebene Verfahren gilt für feste Proben von 1 g bis 50 g.

7.2 Technische Hilfsmittel

7.2.1 Geräte

Folgende Geräte werden verwendet:

- Standardlaboreinrichtung;
- Analysewaage mit einer Genauigkeit von 0,1 mg;
- Ofen;
- Schmelzofen;
- Heizplatte mit Temperaturregelung und Magnetrührer;
- pH-Messgerät;
- Zentrifuge und Reagenzgläser;
- Atomabsorptionsspektrometer (AAS) oder Atomemissionsspektrometer (ICP-AES) oder induktiv gekoppeltes Plasma-Massenspektrometer (ICP-MS) oder Gammaspektrometer;
- Proportional- oder Flüssigszintillationszähler.
- Filtriereinrichtung für Glasfaser- oder Zellulosefilter mit Durchmessern von 5,5 cm und 2,8 cm (die Durchmesserangaben sind nur Richtwerte; sie müssen für die Filtriereinrichtung geeignet sein und der Geometrie des benutzten Zählers entsprechen);
- Zellulose- und Glasfaserfilter;

- l) Büchner-Trichter;
- m) Infrarotlampen;
- n) Exsikkator;
- o) Testschalen, nichtrostender Stahl, mit einem Durchmesser entsprechend der Geometrie des Zählers oder Polyethylen-Vials;
- p) Kunststoffkolben.

7.2.2 Chemische Reagenzien

Folgende Reagenzien werden verwendet:

- a) demineralisiertes Wasser.
- b) Ammoniak, konzentriert, $w(\text{NH}_4\text{OH}) = 25 \%$.
- c) Salpetersäure, konzentriert, $w(\text{HNO}_3) = 65 \%$.
- d) Salpetersäure, verdünnt, $c(\text{HNO}_3) = 8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$;
- e) Salpetersäure, verdünnt, $c(\text{HNO}_3) = 2,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$;
- f) Natriumchromat, Lösung, $c(\text{Na}_2\text{CrO}_4) = 1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$;
- g) Natriumcarbonat, (Na_2CO_3) ;
- h) Fe^{3+} -Trägerlösung (20 mg/ml), $w(\text{FeCl}_3) = 30 \%$;
- i) Bariumacetat $(\text{Ba}(\text{CH}_3\text{OOH})_2)$, Lösung.
- j) Salzsäure, konzentriert, $w(\text{HCl}) = 37 \%$.
- k) Oxalsäure, gesättigte Lösung $(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 140 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1})$.
- l) Cocktail (Szintillationslösung), verträglich mit Salpetersäure;.
- m) Yttrium-Trägerlösung (20 mg/ml in HNO_3 von $0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) (nur im Fall der Y-Trennung).
- n) Methanol oder Ethanol.

7.3 Verfahren

7.3.1 Abtrennung der Alkalimetalle und des Calciums

Diese Phase umfasst die folgenden Schritte:

- a) Eindampfen der nach Vorbereitung der Prüfmenge erzeugten salpetersauren Lösung bis auf ein Volumen zwischen 50 ml und 100 ml oder bis Salze sichtbar werden.
- b) 200 ml konzentrierte HNO_3 zugeben; eindampfen bis auf 100 ml oder bis Salz sichtbar wird. Mit einem Uhrglas abdecken und abkühlen lassen;
- c) 50 ml konzentrierte HNO_3 zugeben;
- d) 30 min lang rühren;
- e) das gewonnene $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ mit der Vakuumpumpe und dem Glasfaserfilter filtrieren;
- f) den Niederschlag trocknen lassen. Mit konzentrierter HNO_3 reinigen und das Filtrat verwerfen;
- g) den Niederschlag in heißem demineralisiertem Wasser auflösen. Das Filter auswaschen, um 50 ml Lösung zu erhalten.

7.3.2 Abscheidung von Barium, Radium und Blei

Diese Phase besteht aus den folgenden Schritten:

- a) den pH-Wert mit konzentriertem Ammoniak auf 4 bis 6 einstellen;
- b) 4 ml Bariumazetat hinzugeben und erhitzen;

- c) 1 ml 1-molare HNO_3 zugeben und umrühren;
- d) abkühlen lassen und mit der Vakuumpumpe und einer Filtriereinrichtung oder einem Büchner-Trichter filtern;
- e) das Filter mit demineralisiertem Wasser auswaschen. Das Filter mit dem Niederschlag verwerfen.

7.3.3 Abscheidung von Spaltprodukten und Yttrium

Diese Phase besteht aus den folgenden Schritten:

- a) das Filtrat in einen 250 ml Glasbecher umfüllen und 1 ml Fe^{3+} -Trägerlösung hinzufügen;
- b) den pH-Wert mit konzentriertem Ammoniak auf 9 einstellen;
- c) 10 min lang erhitzen, jedoch nicht kochen;
- d) abkühlen lassen und durch das Glasfaserfilter filtrieren;
- e) das Filter mit 10 ml demineralisiertem Wasser auswaschen. Das Filter mit dem Niederschlag verwerfen;
- f) Datum und Uhrzeit der Ausfällung von $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ als $t = 0$ für den Zeitpunkt der Abscheidung des in der Prüfmenge enthaltenen Yttriums notieren.

7.3.4 Reinigung des Strontiums

7.3.4.1 Allgemeines

Diese Phase besteht aus den folgenden Schritten:

- a) den pH-Wert mit Ammoniak auf 8 einstellen, 20 ml der gesättigten Natriumcarbonatlösung zugeben und 30 min rühren;
- b) das gewonnene SrCO_3 mit der Vakuumpumpe durch ein Glasfaserfilter filtrieren. Den Becher ausspülen und den Niederschlag zunächst mit der 1-molaren HNO_3 und dann mit demineralisiertem Wasser waschen;
- c) das Filtrat verwerfen, den Niederschlag mit eingeschalteter Vakuumpumpe des Filtersystems mindestens 10 min lang trocknen;
- d) die Vakuumpumpe abschalten und langsam 100 ml konzentrierte HNO_3 durch den Niederschlag laufen lassen;
- e) die Vakuumpumpe einschalten und den Niederschlag trocknen lassen;
- f) den Niederschlag in Wasser auflösen und die Lösung in ein Becherglas geben; heißes Wasser kann verwendet werden;
- g) den pH-Wert mit konzentriertem Ammoniak auf 8 bis 9 einstellen, wenige Minuten lang erhitzen, jedoch nicht kochen lassen;
- h) 10 ml der gesättigten Natriumcarbonatlösung zugeben und 30 min rühren;
- i) das gewonnene SrCO_3 mit der Vakuumpumpe durch ein zuvor gewogenes Glasfaser- oder Zellulosefilter filtrieren. Den Becher ausspülen und den Niederschlag zunächst mit 1%iger Ammoniaklösung und dann mit demineralisiertem Wasser oder Methanol waschen.

7.3.4.2 Vorbereitung der Prüfprobe für die Messung mit dem Proportionalzähler (PC)

- a) Das Filter mit dem SrCO_3 -Niederschlag direkt in eine zuvor gewogene Testschale geben; dies ist die zu messende Probe;
- b) die Prüfprobe in einem Ofen bis zur Gewichtskonstanz trocknen und in einem Exsikkator abkühlen lassen;
- c) die Prüfprobe nach dem Wiegen bis zur Messung im Exsikkator aufbewahren.

7.3.4.3 Vorbereitung der Prüfprobe für die Messung mit dem Flüssigszintillationzähler (LSC)

- Den SrCO_3 -Niederschlag in höchstens 35 ml 2,5-molarer HNO_3 auflösen. Die Lösung in einen zuvor gewogenen Kunststoffkolben füllen und das Gewicht notieren;
- 14 ml dieser Lösung in ein zuvor gewogenes 20-ml-Polyethylen-Vial umfüllen und das Gewicht notieren;
- 6 ml Cocktail (Szintillationsflüssigkeit) zugeben, wiegen und vollständig durchmischen. Dies ist die zu messende Prüfprobe;
- bis zur Messung bei $4^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ lagern.

7.3.5 Yttrium-Extraktion

7.3.5.1 Allgemeines

- Den SrCO_3 -Niederschlag in höchstens 35 ml 2,5-molarer HNO_3 auflösen. Die Lösung in einen zuvor gewogenen Kunststoffkolben füllen und das Gewicht notieren;
- den Yttrium-Träger hinzufügen;
- 2 Wochen lang lagern, um ein radioaktives Gleichgewicht mit mehr als 95 % ^{90}Y zu erreichen;
- die im Gleichgewicht befindliche Lösung in ein Zentrifugenröhrchen geben, den pH-Wert mit Ammoniak auf 8 einstellen. Im Wasserbad auf 90°C erhitzen. Kalt zentrifugieren, um den Niederschlag abzutrennen;
- die überstehende Flüssigkeit in einen Becher umgießen. Sie enthält den Sr-Träger oder -Tracer, der die Bestimmung der Extraktionsausbeute an Strontium ermöglicht;
- Datum und Uhrzeit der Abtrennung des Strontiums notieren;
- den Yttriumniederschlag mit 5 Tropfen konzentrierter HCl in 30 ml demineralisiertem Wasser auflösen;
- unter Umrühren 5 ml gesättigte Oxalsäurelösung zugeben und den pH-Wert mit Ammoniak auf 2 bis 2,5 einstellen. Im Wasserbad auf 90°C erhitzen und 15 min lang abkühlen lassen;
- den Yttriumoxalatniederschlag durch das vorher gewogene Glasfaserfilter filtrieren. Das Zentrifugenröhrchen mit demineralisiertem Wasser ausspülen.

7.3.5.2 Vorbereitung der Prüfprobe für die Messung mit einem Proportionalzähler (PC)

- Das Filter mit dem Yttriumoxalatniederschlag direkt in eine zuvor gewogene Testschale geben. Dies ist die zu messende Prüfprobe;
- die Prüfprobe in einem Ofen bis zur Gewichtskonstanz trocknen und in einem Exsikkator abkühlen lassen;
- die Quelle nach dem Wiegen bis zur Messung im Exsikkator aufbewahren.

7.3.5.3 Vorbereitung der Prüfprobe für die Messung mit einem Flüssigszintillationszähler (LSC)

- Den Yttriumoxalatniederschlag in höchstens 35 ml 2,5-molarer HNO_3 auflösen. Die Lösung in einen zuvor gewogenen Kunststoffkolben füllen und das Gewicht notieren;
- 14 ml dieser Lösung in ein zuvor gewogenes 20-ml-Polyethylen-Vial umfüllen und das Gewicht notieren;
- 6 ml Cocktail (Szintillationsflüssigkeit) zugeben, wiegen und vollständig durchmischen. Dies ist die zu messende Prüfprobe;
- bis zur Messung bei $4^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ lagern.

7.3.6 Ermittlung der chemischen Ausbeute

- Die chemische Ausbeute an Yttrium (R_{cY}) wird aus dem Verhältnis der Masse des gewonnenen Oxalatniederschlags zur Masse des äquivalenten Yttriumoxalats, das als Träger im Verlauf des Verfahrens zugefügt wurde, nach Gleichung (1) errechnet:

$$R_{c,Y} = \frac{m_{o,p}}{m_{o,Y}} \quad (1)$$

Dabei ist

$m_{o,p}$ die Masse des erhaltenen Oxalatniederschlags;

$m_{o,Y}$ die Masse des Oxalats, errechnet aus der Menge des zugefügten Yttriumträgers.

b) Die chemische Ausbeute an Strontium ($R_{c,Sr}$) wird aus dem Strontiumträger oder -tracer mit einem der folgenden Verfahren errechnet:

- 1) Errechnung der chemischen Ausbeute aus dem Verhältnis der Masse des gewonnenen Carbonatniederschlags zur Masse des äquivalenten Strontiumcarbonats, das als Träger zu Beginn des Verfahrens zugesetzt wurde, nach Gleichung (2):

$$R_{c,Sr} = \frac{m_{c,p}}{m_{c,Sr}} \quad (2)$$

Dabei ist

$m_{c,p}$ die Masse des gewonnenen Carbonatniederschlags;

$m_{c,Sr}$ die Masse des Carbonats, errechnet aus der Menge des zugefügten Strontiumträgers.

- 2) Errechnung der chemischen Ausbeute aus dem Verhältnis der Aktivität des gewonnenen und mit Gammaspektrometrie gemessenen Carbonatniederschlags zur theoretischen Aktivität des äquivalenten ^{85}Sr , das als Tracer zu Beginn des Verfahrens zugesetzt wurde, nach Gleichung (3).

$$R_{c,Sr} = \frac{A_{\text{Sr}85,M}}{A_{\text{Sr}85,T}} \quad (3)$$

Dabei ist

$A_{\text{Sr}85,M}$ die Aktivität des ^{85}Sr , gemessen mit Gammaspektrometrie;

$A_{\text{Sr}85,T}$ die theoretische Aktivität des ^{85}Sr , das zu Beginn des Verfahrens zugesetzt wurde.

8 Chemisches Trennverfahren mittel Flüssig-Flüssig-Extraktion

8.1 Allgemeines

Diese Technik basiert auf der Extraktion von ^{90}Y aus einer im radioaktiven Gleichgewicht befindlichen $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ -Ausgangslösung unter Verwendung eines organischen Lösungsmittels. Die chemische Trennung ist schnell und verlangt nur geringe technische Hilfsmittel. Ein vorläufiges Ergebnis kann bereits nach drei Tagen (etwa einer Yttrium-Halbwertszeit) erhalten werden. Eine vollkommene Selektivität der Extraktion ist jedoch nicht immer möglich. Bei Vorhandensein hoher natürlicher Radioaktivität können Störungen auftreten, was die Bestimmung von Low-Level Aktivität erschwert.

Dieses Verfahren ist gut geeignet für Notfallsituationen und generell für alle Proben mit geringem Gehalt an Betastrahlern. Eine der gebräuchlichsten Methoden wird hier aufgeführt. Das Yttrium wird aus der Probenlösung unter Verwendung des organischen Lösungsmittels HDEHP bei einem pH-Wert von 1,4 extrahiert. Nach Waschen der organischen Phase in $1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1} \text{ HCl}$ und erneuter Extraktion des Yttriums aus derselben Phase mit $9 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1} \text{ HCl}$ wird die Lösung ein weiteres Mal mit TOM-Lösung gereinigt. Abschließend wird das Yttrium in Oxalatform ausgefällt und in einem Ofen bei 900°C geglüht, bevor es durch Beta-Zählung mit einem Proportionalzähler gemessen wird.

Das Fehlen anderer störender Betastrahler wird während des Zerfalls des ^{90}Y ermittelt, indem der Rückgang der Zählrate erfasst und nach abgeschlossenem Zerfall der verbleibende Aktivitätspegel mit der Untergrundaktivität verglichen wird.

Als Tracer wird inaktives Yttrium in Form von Metallpulver verwendet. Es wird der Probe während der Mineralisierungsphase in einem Verhältnis zwischen 5 mg und 10 mg je Gramm Prüfprobe zugefügt.

Bezüglich der Masse der Prüfprobe sollten die erwartete Aktivität der Probe und die gewünschte Nachweisgrenze berücksichtigt werden. Das nachstehend beschriebene Verfahren gilt für feste Proben von 5 g bis 10 g.

8.2 Technische Hilfsmittel

8.2.1 Geräte

Folgende Geräte werden verwendet:

- a) Analysewaage, Genauigkeit von 0,1 mg;
- b) Muffelofen mit programmierbarer Temperaturregelung;
- c) Heizplatte mit Temperaturregelung;
- d) Zentrifuge, gekühlt;
- e) pH-Messgerät;
- f) Filtriereinrichtung für aschenfreies Filterpapier;
- g) Gasdurchfluss-Proportional- oder Flüssigszintillationszähler;
- h) Membranfilter oder aschenfreies Filterpapier mit einer mittleren Porosität von 0,45 µm;
- i) Scheidetrichter, 250 ml;
- j) Testschalen, nichtrostender Stahl mit einem Durchmesser entsprechend der Geometrie des Zählers oder Polyethylen-Vials;
- k) Zentrifugengläser, 250 ml;
- l) Schmelztiegel, Silizium.

8.2.2 Chemische Reagenzien

Folgende Reagenzien werden verwendet:

- a) Demineralisiertes Wasser;
- b) Salzsäure, verdünnt, $c(\text{HCl}) = 9 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$;
- c) Salzsäure, verdünnt, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$;
- d) Heptan;
- e) HDEHP-Lösung [di-(2-ethylhexyl)-Phosphorsäure]: 145 ml HDEHP für 855 ml Heptan (die Reinheit des Reagenzes durch Waschen in der gleichen Menge Wasser sichergestellt werden, dessen pH-Wert danach höher als 3 sein muss);
- f) Toluol;
- g) TOM-Lösung (Trioctylmethyl-Ammoniumchlorid): 333 ml TOM für 666 ml Toluol;
- h) Ammoniak, konzentriert, $w(\text{NH}_4\text{OH}) = \text{mindestens } 28 \%$;
- i) Oxalsäure, gesättigte Lösung ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 140 \text{ g/l}$);
- j) Yttrium, metallisch, in Pulverform.

8.3 Verfahren

8.3.1 Allgemeines

Die Probe wird entsprechend dem in [Abschnitt 6](#) beschriebenen Verfahren gelöst. Der Tracer (5 mg bis 10 mg metallisches Yttrium je Gramm Prüfmaterial) wird der Probe während der Mineralisierungsphase zu-

gegeben. Dies führt im Prinzip zu einer salpetersauren Lösung, für die das nachstehend beschriebene organische Trennverfahren gilt.

8.3.2 Chemische Trennung des Yttriums

Die chemische Trennung des Yttriums besteht aus folgenden Schritten:

- a) die nach Aufschluss der Probe erhaltene salpetersaure Lösung bis fast zur Trockene eindampfen;
- b) 100 ml 1 mol·l⁻¹ HCl zugeben. Den pH-Wert mit verdünnter Ammoniaklösung auf 1,4 einstellen;
- c) die Probe in einen 250 ml Scheidetrichter gießen und 50 ml HDEHP-Lösung zugeben;
- d) mehrere Minuten lang kräftig schütteln. Datum und Uhrzeit der Trennung als $t = 0$ für den Zeitpunkt der Abtrennung des in der Prüfmenge vorhandenen Yttriums notieren. 30 min absetzen lassen. Die wässrige Phase verwerfen;
- e) die organische Phase fünfmal mit 20 ml 1 mol·l⁻¹ HCl waschen: jeweils 1 min schütteln, 2 min absetzen lassen und jedes Mal die wässrige Phase verwerfen;
- f) das ⁹⁰Y 5 mal aus der organischen Phase mit 10 ml 9 mol·l⁻¹ HCl extrahieren. Jeweils 1 min schütteln, 2 min absetzen lassen und die wässrigen Phasen sammeln;
- g) die wässrigen Phasen in einen weiteren 250-ml-Scheidetrichter überführen;
- h) 50 ml der TOM-Lösung zugeben, mehrere Minuten lang kräftig schütteln und 15 min absetzen lassen;
- i) die wässrige Phase in einem 250-ml-Becher auffangen und 50 ml demineralisiertes Wasser zugeben. Falls diese Phase trüb ist, eine erneute Reinigung mit 50 ml der TOM-Lösung durchführen;
- j) 60 ml bis 80 ml konzentrierte Ammoniaklösung zugeben und 2 min lang kochen, um das Yttriumhydroxid auszuflocken. Etwa 20 min lang absetzen und abkühlen lassen;
- k) in Zentrifugengefäße überführen und 10 min bei 3 000 Umdrehungen je Minute zentrifugieren;
- l) den Überstand verwerfen und den Rückstand durch Zugabe von 5 ml 2 mol·l⁻¹ HNO₃ auflösen;
- m) in einen 100-ml-Becher umfüllen und 10 ml gesättigte Oxalsäurelösung zugeben. Mit Wasser auf 50 ml auffüllen;
- n) zum Sieden bringen und die Hitze abschalten sobald Blasen erscheinen. Etwa 30 min lang absetzen lassen;
- o) durch ein 0,45-µm Membranfilter filtrieren, um den Yttriumoxalatniederschlag aufzufangen.

8.3.3 Vorbereitung der Prüfprobe für die Messung mit einem Proportionalzähler (PC)

- a) Das Filter in einen Silizium-Schmelztiegel geben, abdecken und 5 min bei 900 °C in den Muffelofen stellen. Dann abkühlen lassen;
- b) den Glührückstand (Yttriumoxid) mit 5 ml demineralisiertem Wasser aufnehmen und mit einer Pipettenspitze auf einer zuvor gewogenen Edelstahl-Testschale verteilen;
- c) die Testschale mit dem Yttriumoxid wiegen und die Masse des Y₂O₃ notieren.

8.3.4 Vorbereitung der Prüfprobe für die Messung mit einem Flüssigszintillationszähler (LSC)

- a) Den Yttriumoxalatniederschlag in höchstens 35 ml 2,5 mol·l⁻¹ Salpetersäure auflösen. Die Lösung in einen zuvor gewogenen Kunststoffkolben füllen und das Gewicht notieren;
- b) 14 ml dieser Lösung in eine zuvor gewogene 20-ml-Polyethylen-Vial umfüllen und das Gewicht notieren;
- c) 6 ml Cocktail (Szintillationsflüssigkeit) zugeben, wiegen und vollständig durchmischen. Dies ist die zu messende Prüfprobe;
- d) bis zur Messung bei 4 °C ± 3 °C lagern.

8.3.5 Bestimmung der chemischen Ausbeute

Die chemische Ausbeute wird auf folgende Weise errechnet:

- a) Bei der Messung mit Proportionalzähler wird die chemische Ausbeute des Yttriums ($R_{c,Y}$) aus dem Verhältnis der Masse des gewonnenen Yttriumoxidniederschlags zur Masse des als Träger zugegebenen metallischen Yttriums errechnet und mit einem Faktor 1,27 korrigiert wie in Gleichung (4) aufgeführt:

$$R_{c,Y} = \frac{m_{ox,p}}{m_{m,Y} \cdot 1,27} \quad (4)$$

Dabei ist

$m_{ox,p}$ die Masse des gewonnenen Oxidniederschlags;

$m_{m,Y}$ die Masse des zugefügten metallischen Yttriumträgers.

- b) Bei der Messung mit Flüssigszintillationszähler wird die chemische Ausbeute des Yttriums ($R_{c,Y}$) aus dem Verhältnis der Masse des gewonnenen Oxalatniederschlags zur Masse des als Träger zugegebenen äquivalenten Yttriumoxalats nach Gleichung (5) errechnet:

$$R_{c,Y} = \frac{m_{ox,p}}{m_{o,Y}} \quad (5)$$

Dabei ist

$m_{ox,p}$ die Masse des gewonnenen Oxalatniederschlags;

$m_{o,Y}$ die Masse des Oxalats, errechnet aus der Menge des zugefügten Yttriumträgers.

9 Chemisches Trennverfahren mittels Chromatographie (Kronen-Ether-Harz)

9.1 Allgemeines

Diese Technik basiert auf der selektiven chromatographischen Abtrennung von Strontium unter Verwendung eines spezifischen „Kronen-Ether-Harzes“. Die chemische Trennung ist schnell und gut geeignet für die Kontrolle und Überwachung der Umwelt.

Die Erdalkalielelemente (Strontium, Calcium, Barium) werden in einem basischen Medium als Phosphate ausgefällt. Wenn Barium in großen Mengen vorhanden ist, wird es als Nitrat entfernt. Das Strontium wird selektiv auf einer spezifischen „Kronen-Ether-Harz“-Säule in HNO_3 -saurer Lösung (zwischen $3 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ und $8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) adsorbiert und dann mit einer $0,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ HNO_3 -Lösung ausgewaschen. Die zu messende fertige Prüfprobe ist ein Strontiumniederschlag.

Für das Messverfahren mit ^{90}Sr und ^{90}Y im Gleichgewicht wird entweder die Summe der Aktivitäten von Yttrium und Strontium direkt im Niederschlag gemessen oder nur die Yttriumaktivität nach einer letzten Abtrennung vom Strontium. Im letzteren Falle wird die chemische Ausbeute durch Zugabe eines Yttriumträgers zur Quelle vor der Yttriumtrennung ermittelt. Das Endprodukt ist ein Yttriumpräzipitat, üblicherweise in Form eines Oxalatniederschlags.

Bei Abwesenheit von ^{89}Sr wird ^{90}Sr durch Zählen der von ^{90}Y oder ^{90}Y und ^{90}Sr im Gleichgewicht emittierten Betastrahlung bestimmt.

Wenn der Gehalt an ^{89}Sr in der Prüfmenge nicht vernachlässigt werden kann, müssen zwei Strontiumbestimmungen zu unterschiedlichen Zeitpunkten durchgeführt werden.

9.2 Technische Hilfsmittel

9.2.1 Geräte

- a) Waage, Genauigkeit von 0,1 mg;
- b) Zentrifuge,
- c) Ofen, belüftet oder Heizplatte mit Temperaturregelung;
- d) Atomabsorptionsspektrometer (AAS) oder Atomemissionsspektrometer (ICP-AES) oder Massenspektrometer (ICP-MS);
- e) pH-Messgerät;
- f) Verdampfungsapparatur;
- g) Beta-Zählplatz, ausgestattet mit Proportional- oder Flüssigszintillationszähler;
- h) Testschalen, nichtrostender Stahl, wenn Proportionalzählung gewählt wird, oder Messfläschchen, die für den benutzten Flüssigszintillationszähler geeignet sind;
- i) Zentrifugengläser, 50 ml.

9.2.2 Chemische Reagenzien

- a) Trennsäule mit „Kronen-Ether“-Harz, das spezifisch zur Extraktion von Strontium geeignet ist;
- b) Strontiumsalz, inaktiv;
- c) Wasser entsprechend Härtestufe 3 nach ISO 3696 oder besser;
- d) Strontium-Referenzlösung für die spektrophotometrische Bestimmung;
- e) Phosphorsäure, verdünnt, $c(\text{H}_3\text{PO}_4) = 9 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$;
- f) Aluminiumnitrat, $c[\text{Al}(\text{NO}_3)_3] = 0,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ in Salpetersäure, $c(\text{HNO}_3) = \text{zwischen } 3 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1} \text{ und } 8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$;
- g) Salpetersäure, verdünnt, $c(\text{HNO}_3) = \text{zwischen } 3 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1} \text{ und } 8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$;
- h) Salpetersäure, verdünnt, $c(\text{HNO}_3) = 0,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$;
- i) Ammoniak, konzentriert, $w(\text{NH}_4\text{OH}) = \text{mindestens } 28 \%$;
- j) Cocktail (Szintillationsflüssigkeit), wenn mit einem Flüssigszintillationszähler gemessen wird.

9.3 Verfahren

9.3.1 Allgemeines

Die Probe ist aufgeschlossen und liegt in gelöster Form vor. Der Träger (10 mg inaktives Strontium) wird während der Mineralisierungsphase der Probe hinzugegeben. Nach dem Aufschluss wird die erhaltene salpetersaure Lösung mit demineralisiertem Wasser auf 100 ml aufgefüllt.

9.2.3 Chemische Trennung des Strontiums

Folgende Schritte werden zur Abtrennung des ^{90}Sr durchgeführt:

- a) 5 ml $9 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1} \text{ H}_3\text{PO}_4$ zufügen;
- b) durch Zugabe von 28 %igem NH_4OH ein basisches Medium erzeugen, mit einem pH-Wert zwischen 9,5 und 10;
- c) den Niederschlag zentrifugieren (mehrmals, falls erforderlich);
- d) den Niederschlag in einem Ofen (bei 70°C) oder auf einer Heizplatte in demselben Behälter nahezu bis zur Trockene eindampfen;

- e) die Salze in mindestens 10 ml Lösung, die $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ von $0,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ und HNO_3 von $3 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ bis $8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ enthält (mehr, falls für die vollständige Auflösung erforderlich), auflösen;
- f) eine Säule mit 2,8 g Kronen-Ether-Harz in einen Halter montieren;
- g) einen Becher zum Auffangen der Lösungen unter die Säule stellen;
- h) das Harz durch Zugabe von 20 ml $3 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ bis $8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ HNO_3 vorbereiten;
- i) die Probe in Anteilen von 2,5 ml durch die Säule geben;
- j) den Probenbehälter mit 3 ml $3 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ bis $8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ HNO_3 spülen und die Lösung durch die Säule laufen lassen;
- k) die Säule mindestens dreimal mit 3 ml $3 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ bis $8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ HNO_3 nachspülen;
- l) nach der Spülung Datum und Uhrzeit notieren;
- m) an der Säule haftende Flüssigkeitsreste entfernen;
- n) ein kleines Gefäß unter die Säule stellen und das Strontium mit mindestens 10 ml (V_{eluiert}) $0,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ HNO_3 -Lösung eluieren;
- o) zur Ermittlung der chemischen Ausbeute einen aliquoten Teil der Lösung abnehmen;
- p) das verbleibende Flüssigkeitsvolumen auf einer Edelstahl-Testschale eindampfen, wenn die Aktivität durch Proportionalzählung gemessen wird, oder die Quelle für die Messung durch Flüssigszintillationszählung vorbereiten.

9.3.3 Bestimmung der chemischen Ausbeute

Die chemische Ausbeute des Strontiums wird ermittelt durch Gleichung

$$R_{\text{c,Sr}} = \frac{m_{\text{Sr}}}{m_{\text{Sr,T}}} \quad (6)$$

Dabei ist

m_{Sr} die Masse des Strontiums im Eluat, gemessen mit AAS, ICP-AES bzw. ICP-MS;

$m_{\text{Sr,T}}$ die Masse des ursprünglich hinzugefügten Strontiums.

10 Messung

10.1 Allgemeines

Für die Messung der Probe sollten dieselben Messparameter wie für die Messungen des Untergrunds und der Kalibrierstandards benutzt werden.

Die erforderliche Zähldauer hängt von den Proben- und Untergrundzählraten sowie von der geforderten Nachweis- und Erkennungsgrenze ab.

10.2 Flüssigszintillationszähler

Ein Flüssigszintillationszähler (LSC) misst direkt die Photonen, die in dem Cocktail durch die Betastrahlung erzeugt werden. Der Vorteil dieses Verfahrens ist die Möglichkeit, die Energie der Betastrahlung zu unterscheiden und damit das Vorhandensein anderer Betaverunreinigungen in der Prüfprobe festzustellen. Wenn diese Art von Gerät für die Bestimmung des Radiostrontiums benutzt wird, sollten die Empfehlungen der ISO 19361 berücksichtigt werden.

Wenn die ^{90}Sr -Aktivität durch Messung im radioaktiven Gleichgewicht mit ^{90}Y bestimmt werden soll, sind zwei Fälle zu unterscheiden: