

Bestimmung von Aktiniden und Radiostrontium SEITE 1
in großen Meerwasserproben

Neuigkeiten & Publikationen SEITE 2

Agenda SEITE 4

In Kürze: Anwendertreffen in Bath (G-B) SEITE 4



LIEBE KUNDEN

Wir wünschen Ihnen eine gute und erfolgreiche Rückkehr aus dem Sommerurlaub. Wir hoffen Sie im Verlaufe einer der ab September stattfindenden Konferenzen zu treffen: Triskem Triskem Anwendertreffen in Bath (G-B), ERA12 in Bath (G-B), ISTR 2014 in La Baule (FR), Triskem Anwendertreffen in Moskau (RU)...

Diese Ausgabe der Triskem Infos behandelt Beispiele für die schnelle Bestimmung von Aktiniden und Radiostrontium in Meerwasserproben. Für Rückfragen steht Ihnen unser Kundenservice jederzeit sehr gerne unter contact@triskem.fr zur Verfügung.

Michaela Langer
Präsidentin TRISKEM

Bestimmung von Aktiniden und Radiostrontium in großen Meerwasserproben

Die in der Umweltanalytik geforderten Nachweisgrenzen sind in der Regel sehr niedrig. Der Unfall in Fukushima andererseits hat gezeigt, dass es auch dringend notwendig ist, dass Laboratorien Ergebnisse in möglichst kurzer Zeit zur Verfügung stellen können. Bei Störfällen ist Dies leichter möglich, da die anzuwendenden Alarm-/Aktionsgrenzwerte in der Regel recht hoch sind, und auch mit kleinen Probenmengen und kurzen Messzeiten erreicht werden können. Solche Schnellmethoden müssen, sollen sie auch in der Routineanalytik eingesetzt werden, modifiziert werden um die geforderten niedrigen Nachweisgrenzen erreichen zu können. Um die Gesamtanalysedauer nicht durch sehr lange Messzeiten deutlich zu verlängern, ist es notwendig mit sehr großen Probenvolumina bzw. -massen zu arbeiten.

Diese Ausgabe der Triskem Infos beschäftigt sich erneut mit Methoden zur Analyse von großen Proben, genauer gesagt mit der Bestimmung von Aktiniden und Radiostrontium in großen Meerwasserproben. In der jüngeren Vergangenheit sind eine Reihe von Arbeiten zur Bestimmung von Radionukliden in Meerwasserproben veröffentlicht worden. Diese Arbeiten basieren auf neuen Probenvorbereitungsschritten, welche sowohl zu einer deutlichen Verringerung der Dauer der Probenvorbereitung führen, als auch zu einer deutlichen Verringerung des Matrixgehalts der Säulen-Probenaufgabelösungen. Meerwasserproben von bis zu 80L konnten in 4-8h mit chemischen Gesamtausbeuten (Probenvorbereitung, Trennung und Messprobenherstellung) von 85-95% [1] aufbereitet werden.

Abbildung 1 zeigt die Probenvorbereitungsschritte welche bei der Bestimmung von Pu/Np und Am/Cm in 80L Meerwasserproben eingesetzt wurden. Zunächst wurden die Aktiniden mittels einer Eisenhydroxid/Ti³⁺ Mitfällung aufkonzentriert. Wichtig ist hierbei die Kontrolle des pH Wertes um möglichst wenig Ca mitzufällen. Eine zweite Mitfällung mit LaF₃ entfernt Fe und Ti. Pu und Np werden dann, wie in Abbildung 2 gezeigt, auf TEVA Resin abgetrennt, und Am/Cm auf DGA Resin.

Wenn Th oder Po in der Probe vorhanden sind, so werden beide aus 3M HNO₃ auf TEVA Resin zurückgehalten. Th kann leicht mit 9M HCl von der Säule gewaschen werden, höhere Spülvolumina verbessern dabei die Th Entfernung. Po⁴⁺ wird zwischen 0,1M und 10M HCl sehr stark auf dem TEVA Resin zurückgehalten. Es stört zwar weder die Pu Bestimmung via ICP-MS, noch fällt es normalerweise bei der CeF₃ Mikromitfällung mit, es kann aber, sofern die Messproben für die Alpha-Spektrometrie durch Elektrodeposition hergestellt werden, bei der Alpha Messung spektral interferieren. In diesem Falle ist ein zusätzlicher Entfernungsschritt, wie zum Beispiel ein Eindampfen der Probe aus HCl bei erhöhten Temperaturen notwendig. U wird auf dem DGA Resin fixiert und kann, zusammen mit La und Ca mit 0,05M HNO₃ entfernt werden. Falls etwas Po⁴⁺ auf das DGA Resin gelangt, so wird es ebenfalls in diesem Schritt entfernt werden.

Die chemischen Gesamtausbeuten für 16-80L Proben sind grösser als 85%: für Pu betragen sie 86.4% +/- 3.9% und für Am 94.0% +/- 3.4%. Bei einer Messzeit von 16h, einer Alpha-Nachweiswahrscheinlichkeit von 25%, 40L Probenvolumen und einer Ausbeute von 90% kann ein MDA (minimum detectable activity) von etwa 13µBq/L erreicht werden. Für eine Messzeit von 7 Tagen...

(WEITER) SEITE 2

N°12
August
2014

TRISKEM INFOS

Redaktionsleitung : Michaela Langer • Redaktion : Aude Bombard
Graphik Design : Essentiel – Rennes • ISSN 2116-6773



Neuigkeiten

• Neue Produktlinien:

Wir freuen uns sehr Ihnen bekannt zu geben, dass wir zwei neue Produktlinien einführen werden: **klassische Labormaterialien** (Becher, Zentrifugenröhrchen...) und **ICP-MS Einzel- und Multi-element Standardlösungen**.

Für weitere Informationen kontaktieren Sie uns bitte unter contact@triskem.fr

• Neue Methoden online :

Prozeduren zur Bestimmung von **Pu und Np in Meerwasser** und **Sr-90 in Meerwasser** sind auf Anfrage erhältlich.

Literatur

Wir würden gerne Ihre Aufmerksamkeit auf die folgenden kürzlich erschienenen Publikationen lenken:

- Narek Gharibyan von Ralf Sudowes Arbeitsgruppe an der UNLV hat sich mit der Retention von Am und Cm auf einer Reihe verschiedener Resins aus verschiedenen Säurelösungen beschäftigt (<http://dx.doi.org/10.1080/07366299.2014.884888>).
- Jake Surman von Jackie Pates Arbeitsgruppe an der Lancaster University hat sich mit der Charakterisierung des kommenden TK100 Resins beschäftigt (<http://dx.doi.org/10.1016/j.talanta.2014.06.041>).
- Emmanuelle Nottoli hat während Ihrer Doktorarbeit in der CEA an der Verwendung des CL Resins zur Bestimmung von I-129 in gebrauchten Ionenaustauscher Harzen mittels AMS gearbeitet. (<http://dx.doi.org/10.1016/j.apradso.2014.01.010>).

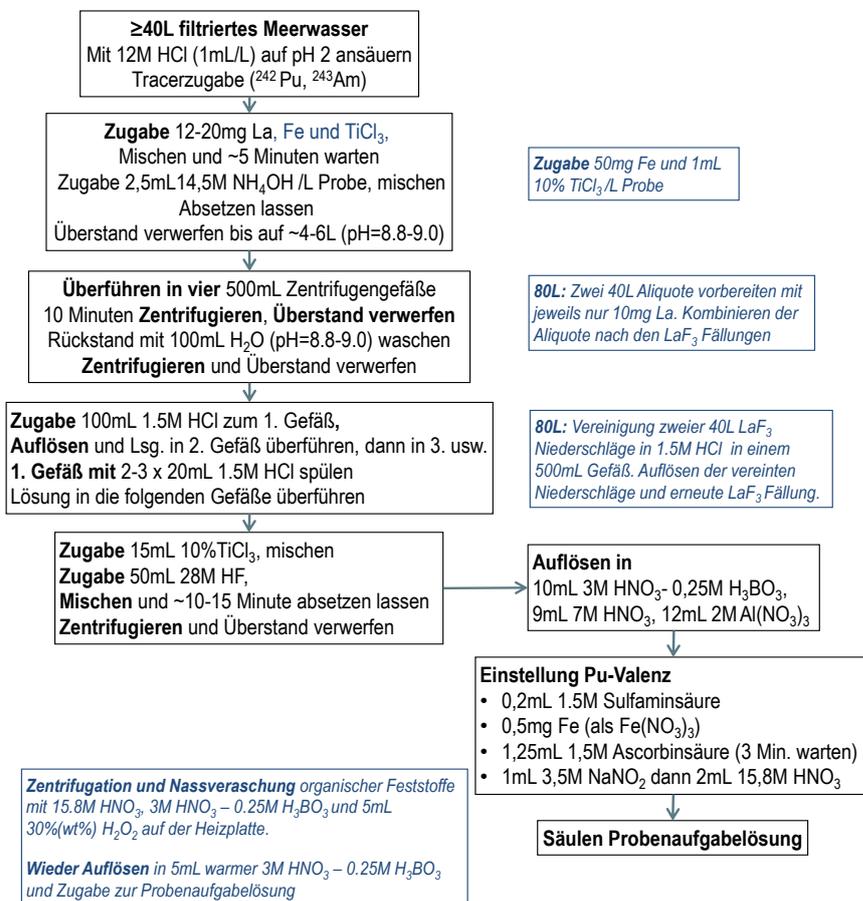


Abb. 1: Probenvorbereitung von 80L Meerwasserproben [1].

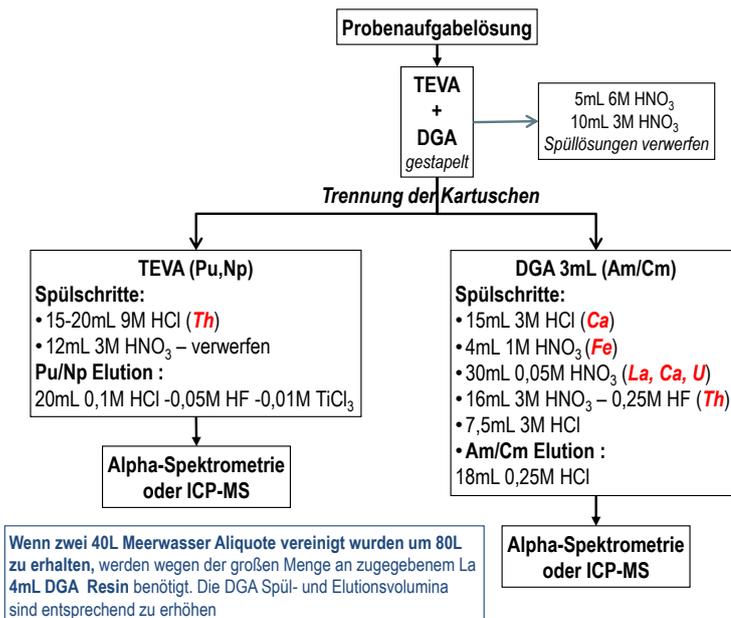
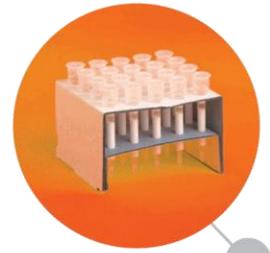


Abb. 2: Trennschema Aktinide in 80L Meerwasserproben [1].

*Zur ICP-MS Bestimmung von Pu ist eine weitere Aufreinigung des Pu zur U Entfernung notwendig. Bei Verwendung einer UTEVA/DGA Methode beträgt die U Dekontamination etwa 10E6 - 10E7, für DGA alleine beträgt sie bis zu 10E5 - 10E6.



...25% Nachweiswahrscheinlichkeit, 80L Probenvolumen und 90% Ausbeute beträgt der MDA etwa $1\mu\text{Bq/L}$. Pu kann auch über ICP-MS bestimmt werden, hierzu ist es aber notwendig zusätzliche Reinigungsschritte durchzuführen um eine hinreichende Entfernung von ^{238}U zu erreichen [2].

Zwei neue Schnellmethoden zur Bestimmung von Radiostrontium wurden am Savannah River National Laboratory (SRNL) entwickelt. Eine Methode erlaubt die simultane Bestimmung von ^{89}Sr und ^{90}Sr in bis zu 2L Meerwasser. Abb. 3 zeigt die Details der Methode. Es werden zwei aufgereinigte Fraktionen erhalten, eine Sr Fraktion (via SR Resin) und eine Y Fraktion (via DGA Resin). ^{90}Sr kann dementsprechend auf zwei verschiedenen Wegen bestimmt werden: durch LSC Messung der Sr Fraktion, oder über ^{90}Y nach Cerenkov oder LSC Messung der Y Fraktion. Dieser Ansatz erlaubt es auch ^{89}Sr und ^{90}Sr durch zwei unabhängige Messungen zu bestimmen, ^{89}Sr kann durch Cerenkov Messung der Sr Fraktion bestimmt werden, während eine Bestimmung von ^{90}Sr direkt via ^{90}Y möglich ist.

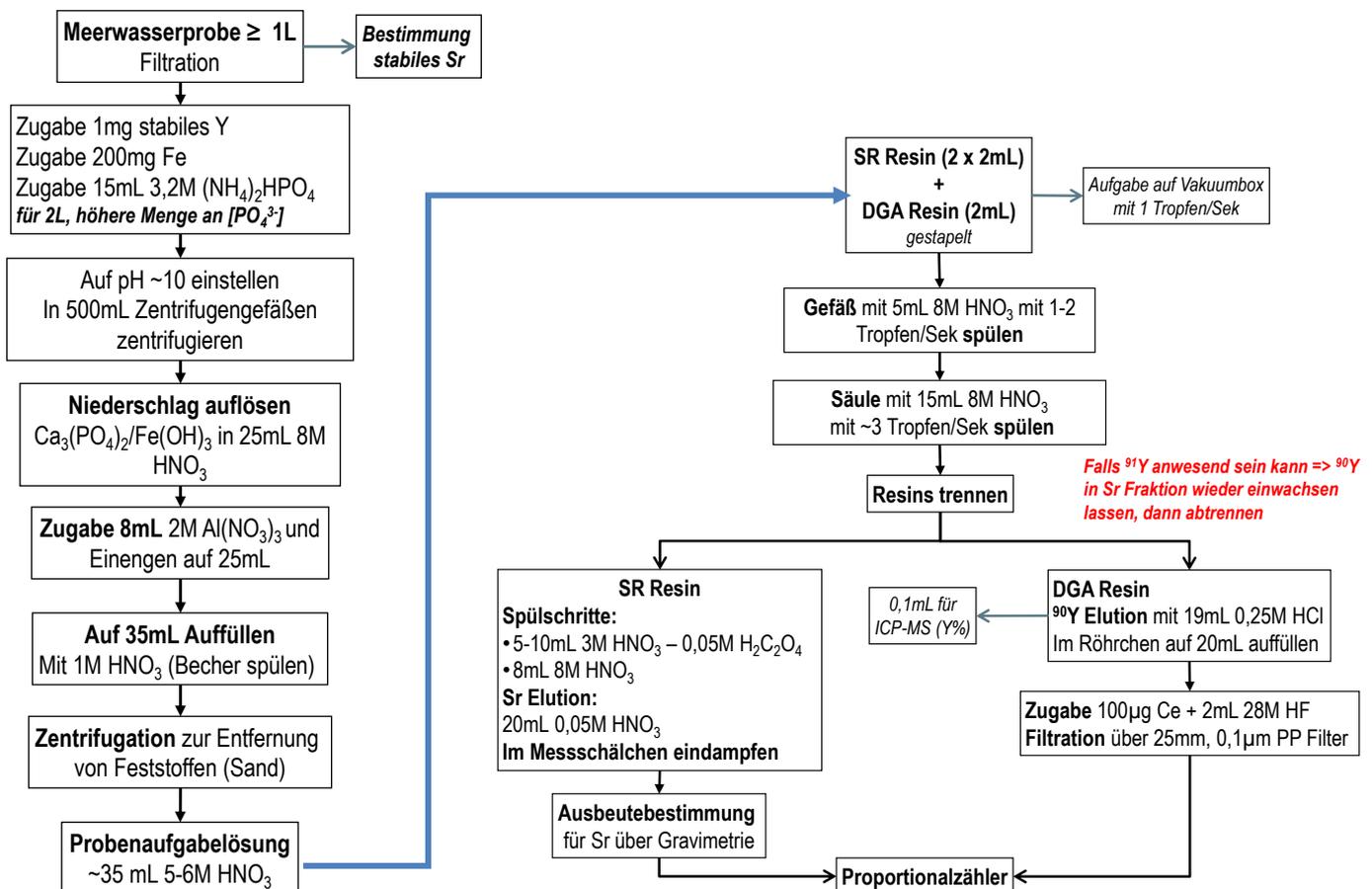


Abb. 3: Trennschema Radiostrontium in Meerwasser [3].

Tabelle 1 fasst die Ergebnisse der Untersuchung mit ^{90}Sr gespiketer Meerwasserproben (Probenvolumen 1 bis 10L) zusammen. Die ^{90}Sr Aktivitäten wurden sowohl via ^{90}Sr , als auch via ^{90}Y ermittelt, die chemischen Ausbeuten wurden mittels ICP-MS unter Verwendung von stabilem Sr oder Y bestimmt.

Die zweite Methode, eine schnelle Methode zur Bestimmung von ^{90}Sr in großen Meerwasserproben erlaubt es ^{90}Sr mit sehr niedrigen Nachweisgrenzen zu bestimmen. Die Methode basiert auf der schnellen Aufkonzentrierung von ^{90}Y aus großvolumigen Proben und anschließender Aufreinigung über DGA [3], wobei andere, möglicherweise interferierende Betaemitter entfernt werden. Bei Verwendung von 10L Proben und 1000 min Messzeit am Proportionalzähler können für ^{90}Sr MDAs von $0,61\text{ mBq L}^{-1}$ erreicht werden. Neben der Messung am Proportionalzähler kann das aufgereinigte ^{90}Y auch über Cerenkov oder LSC Messung bestimmt werden, und daraus die ^{90}Sr Aktivitätskonzentration der Meerwasserprobe berechnet werden. Die Probenvorbereitung dauerte weniger als 8 Stunden.

Für weitere Informationen kontaktieren Sie uns bitte
oder besuchen Sie unsere Web-Seite



AGENDA

Wir werden unter anderem an den folgenden Konferenzen teilnehmen und freuen uns darauf Sie dort zu treffen. Wir stehen Ihnen für Fragen und Auskünfte jederzeit sehr gerne zur Verfügung!

° **22. Jahrestagung der Arbeits-Gemeinschaft Radiochemie / Radiopharmazie**, 11. – 13.09.14, Mainz (DE)
<http://agrr14.vokativ.de>

° **TrisKem Anwendertreffen**, 16.09.2014, Bath (G-B)
<http://www.triskem-international.com/pageLibre0001440d.asp>

° **ERA12 - Nuclear & Environmental Radiochemical Analysis**, 17-19.09.2014, Bath (G-B)
<http://www.rsc.org/Membership/Networking/InterestGroups/Radiochemistry/ERA12/?CFID=636621&CFTOKEN=66f83f173b853bb4-BD0FEFBC-063C-0FE8-99DFE8BF86289728>

° **ISTR 2014 - 8th International Symposium on Technetium and Rhenium: Science and Utilization**, 29.09-03.10.2014, Pornichet La Baule (FR)
<http://istr2014.sciencesconf.org/>

° **TrisKem Anwendertreffen**, 6-7.10.2014, Moskau (RU) – weitere Informationen erhalten Sie in Kürze auf unserer Webseite oder auf Anfrage von Tatiana Semenova
tsemenova@triskem.fr

Sie finden eine aktualisierte Liste der Konferenzen an welchen wir teilnehmen auf unserer Webseite

www.triskem-international.com



Proben-volumen (L)	Zugegebene ⁹⁰ Sr Aktivität (mBq.L ⁻¹)	Chemische Sr Ausbeute (%)	Chemische Y Ausbeute (%)	Replikate	Bias (%)
1	148	88.8 +/- 5.3	/	11	1.2
		/	95.0 +/- 1.6		3.1
2	148	81.9 +/- 4.1	/	4	4.2
		/	89.1 +/- 2.8		6.6
4*	740	/	91.6 +/- 2.6	1	-2.0
4*	74	/	88.7 +/- 2.5	1	0.0
10*	74	/	93.0 +/- 2.4	3	-2.7

Tabelle 1: Ergebnisse nach 2 Stunden Messzeit; * nur via DGA Resin (⁹⁰Y). Die angegebenen Unsicherheiten entsprechen den einfachen Standardabweichungen

Die Ergebnisse zeigen, dass ⁹⁰Sr über beide Fraktionen richtig, und mit sehr guter Ausbeute, bestimmt werden kann. Getestet wurde die Methode an Proben bis zu 10L, in jüngeren Tests sogar bis zu 40L.

Referenzen

- [1] Maxwell, S.L., et al., Rapid determination of actinides in seawater samples. J Radioanal Nucl Chem (2014), doi: 10.1007/s10967-014-3079-0
- [2] Maxwell, S.L., et al., Rapid Determination of ²³⁷Np and Plutonium Isotopes in Urine By Inductively-Coupled Plasma Mass Spectrometry and Alpha Spectrometry. Health Physics (2011) - Vol 101 - Issue 2 - pp 180-186
- [3] Maxwell, S.L., et al., Rapid determination of radiostrontium in seawater samples. J Radioanal Nucl Chem (2013), doi: 10.1007/s10967-013-2430-1

In Kürze: TrisKem Anwendertreffen, Bath(G-B)

Wir freuen uns sehr Sie zu unserem Anwendertreffen einzuladen, welches am **16. September** in Bath (G-B) stattfinden wird.

Es werden unter anderem die folgenden Themengebiete diskutiert werden:

- Schnellmethoden zur Bestimmung von Aktiniden und Radiostrontium
- Bestimmung von Radionukliden in großen Umweltproben
- Bestimmung von langlebigen Radionukliden in Rückbau- und Abfallproben
- Neue Entwicklungen

Sie sind herzlich eingeladen Ihre Arbeiten zu präsentieren!

Falls Sie teilnehmen möchten, so füllen Sie bitte ein Anmeldeformular (Sie finden Dies unter http://www.triskem-international.com/iso_album/registration_form_ugm_bath.pdf) aus, und senden es bis zum 1. September 2014 per E-Mail an tsemenova@triskem.fr, per Fax an +33(2) 99 05 07 27 oder per Post an TrisKem International, Parc Lormandière, Bat.C – Campus de Ker Lann, 35170 Bruz, France.

Falls Sie Ihre Arbeiten vorstellen möchten, so füllen Sie bitte das Anmeldeformular entsprechend aus und senden Sie es per E-Mail an abombard@triskem.fr

<http://www.triskem-international.com/pageLibre0001440d.asp>

Wir freuen uns darauf Sie dort zu treffen und mit Ihnen zu diskutieren!

BITTE ZÖGERN SIE NICHT UNS FÜR WEITERE INFORMATIONEN ZU KONTAKTIEREN