

**Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Aktivität
von Strontium-90 in Lebensmitteln
mit dem Proportionalzählrohr
(Dicyclohexyl-18-Krone-6 – Methode)**

E-Sr-90-LEBM-03

Bearbeiter:

F. Ober

D. Tait

Leitstelle für Boden, Bewuchs, Futtermittel und Nahrungsmittel
pflanzlicher und tierischer Herkunft

Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Aktivität von Strontium-90 in Lebensmitteln mit dem Proportionalzählrohr (Dicyclohexyl-18-Krone-6 – Methode)

1 Anwendungsbereich

Das Verfahren ist für die Überwachung der spezifischen Aktivität von Strontium-90 (Sr-90) in Lebensmitteln nach dem Strahlenschutzgesetz (StrlSchG) [1] und der Richtlinie zur Erfassung der Emissionen und Immissionen kerntechnischer Anlagen (REI) [2] geeignet. Mit diesem Verfahren können die in der Allgemeinen Verwaltungsvorschrift zum Integrierten Mess- und Informationssystem zur Überwachung der Radioaktivität in der Umwelt nach dem Strahlenschutzvorsorgegesetz (AVV-IMIS) [3] geforderten Nachweisgrenzen erreicht werden.

Anmerkung:

Im Rahmen einer IMIS-Vergleichsanalyse [4] betrug der Mittelwert der spezifischen Aktivität von Sr-90 einer Spinatpulverprobe mit dieser Methode $(102 \pm 6,7) \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$; dies liegt in guter Übereinstimmung mit dem Gesamtmittelwert des Ringvergleichs von $(103 \pm 19) \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$.

2 Probeentnahme

Zur Probeentnahme von Lebensmitteln wird auf das Verfahren E- γ -SPEKT-LEBM-01 verwiesen.

3 Analyse

3.1 Prinzip des Verfahrens

Das Prinzip dieses Verfahrens ist im Verfahren F-Sr-90-BODEN-02 beschrieben.

3.2 Probenvorbereitung

Zur Probenvorbereitung wird auf das Verfahren E- γ -SPEKT-LEBM-01 verwiesen. Diese Vorschrift sieht die Trockenveraschung der feuchten Proben bei 400 °C vor. Die Qualität der so gewonnenen Aschen ist in den meisten Fällen für die Sr-90-Analytik nicht ausreichend. Bei Routineproben ist es zudem oft vorteilhaft die erforderlichen großen Probenmengen durch Trocknung zu verkleinern und die getrocknete Probe bis zur späteren Veraschung aufzubewahren. Die Trocknung kann in einem Umlufttrockenschrank bei 105 °C (z. B. bei Blattgemüseproben) oder in einer Gefriertrocknungsanlage (z. B. Gesamtnahrung, Fleisch, Eier) durchgeführt werden. Da die Qualität der Asche für die Extraktion des Strontiums und die chemische Ausbeute entscheidend ist, werden die vom obigen Ver-

fahren abweichenden Angaben zur Vorbereitung und Durchführung der Veraschung im Folgenden detailliert beschrieben.

- Alle luftgetrockneten Proben werden grundsätzlich vor der Veraschung auf eine Teilchengröße kleiner als 1 mm gemahlen.

Anmerkung:

Für das Mahlen haben sich Schneidemühlen mit Probenabsaugung (Zyklonabsaugung) und Zentrifugalmühlen bewährt. Bei Probenarten, die das Sieb der Schneidemühle verstopfen, kann nur auf eine Teilchengröße von etwa 2 mm gemahlen werden. Das erhaltene Mahlgut wird anschließend mit der Zentrifugalmühle auf eine Teilchengröße kleiner als 1 mm gemahlen.

- Gefriergetrocknete Proben – insbesondere stark fetthaltige, schwer zu mahlende Proben wie Gesamtnahrung – werden zu einem feinkörnigen Schüttgut homogenisiert, das abhängig vom Fettgehalt leicht verklumpen kann.

Anmerkung:

Für das Homogenisieren von fetthaltigen, gefriergetrockneten Proben haben sich sogenannte Emulgatormixer, die in professionellen Küchen benutzt werden, bewährt. Die gefriergetrocknete Probe wird bei ca. 20 °C in die Schüssel (Fassungsvermögen 3,5 Liter) des Gerätes gestellt und bei zunehmender Umdrehungszahl im Bereich 300 Umdrehungen pro Minute bis 3000 Umdrehungen pro Minute für maximal eine Minute homogenisiert.

- Die Veraschung erfolgt bei diesem Verfahren mit einem Temperaturprogramm bis zu 600 °C.

Eine vollständige Veraschung der Probe ist neben der Temperatur von weiteren Faktoren wie Probenart, Probenaufbereitung, Gesamtmasse der Proben im Ofen, Ofenkonstruktion und Luftzufuhrbedingungen abhängig. Deshalb wird das vorbereitete Probenmaterial bis zu einer Füllhöhe von maximal 10 mm in einer Schale aus Quarz oder Quarzglas verteilt.

In der Leitstelle hat sich ein Veraschungsofen (siehe Abschnitt 8.2) unter Verwendung des folgenden Temperaturprogramms für Probenmassen bis 1,6 kg Trockenmasse bewährt:

- innerhalb von zwei Stunden linear auf eine Temperatur von 250 °C beim geschlossenen Luftzutrittsventil des Ofens aufheizen;
- die Temperatur von 250 °C zwei Stunden halten;
- innerhalb von drei Stunden linear auf eine Temperatur von 400 °C erhöhen;
- die Temperatur von 400 °C zwei Stunden halten (der Hauptanteil des organischen Materials ist dann entfernt und das Luftzutrittsventil kann geöffnet werden);
- innerhalb von vier Stunden linear auf eine Temperatur von 600 °C aufheizen;
- die Temperatur von 600 °C zehn Stunden halten.

Sind in der Asche kleine braune oder schwarze Teilchen zu erkennen, ist die Veraschung zu wiederholen, um Probleme bei der radiochemischen Trennung zu umgehen. Aschen von auf mehrere Schalen verteilten Proben werden nach der Veraschung vereinigt und homogenisiert.

Die Aschen werden bei etwa 100 °C aus dem Ofen genommen, sofort bearbeitet oder im Exsikkator aufbewahrt, da die Aschen von manchen Lebensmittelproben zum Teil stark hygroskopisch sind. Das kann zum einen dazu führen, dass sich die Asche mit der Oberfläche der Veraschungsschale verbindet; zum anderen kann durch die Aufnahme von Wasser aus der Luft die Ascheausbeute verfälscht werden. Falls Ascheproben über längere Zeit in Kunststoffbeuteln oder in Flaschen aufbewahrt wurden, muss eine Feuchtigkeitsbestimmung vor der weiteren Nutzung der Asche erfolgen.

3.3 Radiochemische Trennung

Die radiochemische Trennung wird nach dem Verfahren F-Sr-90-BODEN-02 durchgeführt. Die Angaben zu Beginn des Abschnittes 3.3 des genannten Verfahrens dienen als Orientierungshilfe.

Die meisten Aschen von Lebensmittelproben sind bei einer konventionellen Extraktion des Strontiums mit siedender, verdünnter Salpetersäure bereits nach zwei Minuten nahezu vollständig gelöst. Falls nach der konventionellen Extraktion ein Rückstand bleibt, kann eine anschließende mikrowellenunterstützte Extraktion bei 10 bar erforderlich sein.

Es werden für die Extraktion bis zu 10 g Asche eingesetzt.

Anmerkung:

Bei im Verfahren F-Sr-90-BODEN-02 beschriebenen Flüssig-Flüssig-Extraktion trennen sich die Phasen gelegentlich nur langsam. In solchen Fällen führt die Zugabe von maximal 5 ml Methanol zu einer raschen Phasentrennung.

4 Messung der Aktivität

Zur Durchführung der Kalibrierung, der Ausbeutebestimmung und zur Messung des Null-effekts und des Messpräparats wird auf das Verfahren F-Sr-90-MILCH-04 verwiesen.

5 Berechnung der Analysenergebnisse

5.1 Ergebnisgröße

Die Berechnung der spezifischen Aktivität von Sr-90 erfolgt nach Gleichung (1). Entsprechend des gesetzlich geforderten Massenbezuges für die spezifische Aktivität in der Probenart steht in dieser Gleichung m entweder für die Trockenmasse (m_{TM}) oder die Feuchtmasse (m_{FM}).

$$a = \varphi \cdot R_n = f_2 \cdot \frac{\varphi_A}{\eta_{Sr} \cdot m} \cdot (R_b - R_0) \quad (1)$$

Dabei bedeuten:

- a spezifische Aktivität von Sr-90, in $\text{Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$, bezogen auf Trockenmasse (TM) für Futtermittel und Futtermittelrohstoffe oder auf Feuchtmasse (FM) für Weide- und Wiesenbewuchs;
- A_{Std} Aktivität des Sr-90-Kalibrierpräparats, in Bq;
- f_2 Korrektionsfaktor für das Abklingen der Aktivität von Sr-90 für die Zeitspanne zwischen Probeentnahme und Messbeginn:

$$f_2 = e^{\lambda_{\text{Sr-90}} \cdot t_A}$$
- m Masse der eingesetzten Lebensmittelprobe, in kg,
 bezogen auf Trockenmasse (TM): $m = m_{\text{TM}} = m_a \cdot q_1$
 bezogen auf Feuchtmasse (FM): $m = m_{\text{FM}} = m_a \cdot q_1 \cdot q_2$
- m_a Einwaage der Probenasche, in kg;
- q_1 Verhältnis Trockenmasse / Aschemasse;
- q_2 Verhältnis Feuchtmasse / Trockenmasse
- R_b Bruttozählrate, in s^{-1} ;
- R_n Nettozählrate, in s^{-1} ;
- $R_{n,\text{Std}}$ Nettozählrate Sr-90-Kalibrierpräparats, in s^{-1} ;
- R_0 Nulleffektzählrate, in s^{-1} ;
- t_A Zeitspanne zwischen Probeentnahme und Messbeginn, in s;
- $t_{\text{Sr-90}}$ Halbwertszeit von Sr-90, in s;
- $\lambda_{\text{Sr-90}}$ Zerfallskonstante von Sr-90, in s^{-1} :

$$\lambda_{\text{Sr-90}} = \frac{\ln 2}{t_{\text{Sr-90}}}$$
- η_{Sr} chemische Ausbeute für Strontium;
- φ verfahrensbezogener Kalibrierfaktor, in $\text{Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{kg}^{-1}$;
- φ_A aktivitätsbezogener Kalibrierfaktor, in $\text{Bq} \cdot \text{s}$.

$$\varphi_A = \frac{A_{\text{Std}}}{R_{n,\text{Std}}}$$

5.2 Standardunsicherheit der Ergebnisgröße

Unsicherheitsbeiträge aus der Probeentnahme werden im Rahmen dieser Messanleitungen nicht berücksichtigt, da diese von vielen, oft nicht quantifizierbaren Faktoren abhängen können.

Die Standardunsicherheit beinhaltet neben der zählstatistischen auch die Standardunsicherheiten der Masse, der chemischen Trennung, der Ausbeutebestimmung und der Kalibrierung. Standardunsicherheiten von Zeitangaben werden hingegen vernachlässigt.

Die relative Standardunsicherheit der spezifischen Aktivität $u(a) \cdot a^{-1}$ beträgt nach Gleichung (2):

$$\frac{u(a)}{a} = \sqrt{\frac{1}{(R_b - R_0)^2} \cdot \left(\frac{R_b}{t_m} + \frac{R_0}{t_0} \right) + u_{\text{rel}}^2(\varphi)} \quad (2)$$

mit

$$u_{\text{rel}}^2(\varphi) = u_{\text{rel}}^2(f_2) + u_{\text{rel}}^2(\varphi_A) + u_{\text{rel}}^2(\eta_{\text{Sr}}) + u_{\text{rel}}^2(m) \quad (3)$$

Dabei bedeuten:

- t_m Messdauer, in s;
- t_0 Messdauer des Nulleffekts, in s;
- $u(a)$ Standardunsicherheit der spezifischen Aktivität von Sr-90 zum Zeitpunkt der Probeentnahme, in $\text{Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$;
- $u_{\text{rel}}(f_2)$ relative Standardunsicherheit des Abklingkorrektionsfaktors für Sr-90 für die Zeitspanne zwischen Probeentnahme und Messbeginn, kann in der Regel vernachlässigt werden;
- $u_{\text{rel}}(m)$ relative Standardunsicherheit der Masse der eingesetzten Probe,
für Feuchtmasse: $u_{\text{rel}}^2(m) = u_{\text{rel}}^2(m_{\text{FM}}) = u_{\text{rel}}^2(m_a) + u_{\text{rel}}^2(q_1) + u_{\text{rel}}^2(q_2)$
für Trockenmasse: $u_{\text{rel}}^2(m) = u_{\text{rel}}^2(m_{\text{TM}}) = u_{\text{rel}}^2(m_a) + u_{\text{rel}}^2(q_1)$
- $u_{\text{rel}}(m_a)$ relative Standardunsicherheit der Masse der eingesetzten Probenasche
- $u_{\text{rel}}(q_1)$ relative Standardunsicherheit des Verhältnisses Trockenmasse zu Aschemasse;
- $u_{\text{rel}}(q_2)$ relative Standardunsicherheit des Verhältnisses Feuchtmasse zu Trockenmasse;
- $u_{\text{rel}}(\eta_{\text{Sr}})$ relative Standardunsicherheit der chemischen Ausbeute für Strontium;
- $u_{\text{rel}}(\varphi)$ relative Standardunsicherheit des verfahrensbezogenen Kalibrierfaktors;
- $u_{\text{rel}}(\varphi_A)$ relative Standardunsicherheit des aktivitätsbezogenen Kalibrierfaktors.

Bei der Berechnung der relativen Standardunsicherheit der spezifischen Aktivität werden im Allgemeinen die Beiträge der relativen Standardunsicherheit des Korrektionsfaktors $u_{\text{rel}}(f_2)$ und der Masse der eingesetzten Probenasche $u_{\text{rel}}(m_a)$ sowie die Umrechnungsfaktoren $u_{\text{rel}}(q_1)$ und $u_{\text{rel}}(q_2)$ vernachlässigt.

6 Charakteristische Grenzen des Verfahrens

Die Berechnung der charakteristischen Grenzen erfolgt entsprechend der Normenreihe DIN EN ISO 11929 [5]. Für weiterführende Betrachtungen wird auf die Allgemeinen Kapitel CHAGR-ISO-01 und CHAGR-ISO-02 dieser Messanleitungen verwiesen [6, 7].

6.1 Erkennungsgrenze

Zur Berechnung der Nachweisgrenzen des Verfahrens wird zunächst die Erkennungsgrenze a^* gemäß Gleichung (4) ermittelt:

$$a^* = k_{1-\alpha} \cdot \varphi \cdot \sqrt{R_0 \cdot \left(\frac{1}{t_m} + \frac{1}{t_0} \right)} \quad (4)$$

Dabei bedeuten:

a^* Erkennungsgrenze der spezifischen Sr-90-Aktivität, in $\text{Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$;

$k_{1-\alpha}$ Quantil der Standardnormalverteilung zum Fehler 1. Art α .

6.2 Nachweisgrenze

Die Nachweisgrenze $a^\#$ wird nach der impliziten Gleichung (5) berechnet:

$$a^\# = a^* + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{a^{\#2} \cdot u_{\text{rel}}^2(\varphi) + \varphi^2 \cdot \left(\frac{a^\#}{t_m \cdot \varphi} + \frac{R_0}{t_m} + \frac{R_0}{t_0} \right)} \quad (5)$$

Nach Auflösung und Vereinfachung der Gleichung (5) wird für die Berechnung der Nachweisgrenze Gleichung (6) erhalten:

$$a^\# = \frac{a^* \cdot \psi}{\theta} \cdot \left[1 + \sqrt{1 - \frac{\theta}{\psi^2} \cdot \left(1 - \frac{k_{1-\beta}^2}{k_{1-\alpha}^2} \right)} \right] \quad (6)$$

mit den Hilfsgrößen

$$\theta = 1 - k_{1-\beta}^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(\varphi) \quad (7)$$

$$\psi = 1 + \frac{k_{1-\beta}^2}{2 \cdot a^*} \cdot \frac{\varphi}{t_m} \quad (8)$$

Dabei bedeuten:

$a^\#$ Nachweisgrenze der spezifischen Sr-90-Aktivität, in $\text{Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$;

$k_{1-\beta}$ Quantil der Standardnormalverteilung zum Fehler 2. Art β .

6.3 Grenzen des Überdeckungsintervalls

Eine Betrachtung der Grenzen des Überdeckungsintervalls ist nicht erforderlich.

7 Rechenbeispiel

Die Auswertung kann manuell (siehe Abschnitt 7.1) oder softwaregestützt mit UncertRadio (siehe Abschnitt 7.2) erfolgen. Eine Projektdatei zum Programm UncertRadio ist auf der Internetseite dieser Messanleitung abrufbar.

Im folgenden Beispiel wird die spezifisch Sr-90-Aktivität in einer Grünkohlprobe bezogen auf Feuchtmasse aus den nachstehend erhaltenen Werten berechnet.

R_b	=	$57,55 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$;	t_m	=	$0,17 \cdot 10^6 \text{ s}$;
R_0	=	$5,83 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$;	t_0	=	$0,25 \cdot 10^6 \text{ s}$;
t_A	=	$3,456 \cdot 10^6 \text{ s}$;	$t_{\text{Sr-90}}$	=	$0,9088 \cdot 10^9 \text{ s}$;
m_a	=	$0,010 \text{ kg}$;	$u_{\text{rel}}(m_a)$	=	$0,0$;
q_1	=	$10,0$;	$u_{\text{rel}}(q_1)$	=	$0,0$;
q_2	=	$5,88$;	$u_{\text{rel}}(q_2)$	=	$0,0$;
η_{Sr}	=	$0,750$;	$u_{\text{rel}}(\eta_{\text{Sr}})$	=	$0,05$;
φ_A	=	$1,615 \text{ Bq} \cdot \text{s}$;	$u_{\text{rel}}(\varphi_A)$	=	$0,04$.

Die relativen Standardunsicherheiten für die Zeitangaben können vernachlässigt werden.

7.1 Manuelle Auswertung

Bei der manuellen Auswertung werden die Zwischenergebnisse und das Endergebnis mit vier signifikanten Stellen gerundet angegeben.

Die Nettozählrate R_n wird berechnet sich zu:

$$R_n = 57,55 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1} - 5,83 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1} \approx 51,72 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$$

Der verfahrensbezogene Kalibrierfaktor φ beträgt:

$$\begin{aligned} \varphi &= \frac{1,615 \text{ Bq} \cdot \text{s}}{0,750 \cdot 0,010 \text{ kg} \cdot 10,0 \cdot 5,88} \cdot e^{\frac{\ln 2 \cdot 3,456 \cdot 10^6 \text{ s}}{0,9088 \cdot 10^9 \text{ s}}} \approx 3,662 \text{ Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot 1,00 \approx \\ &\approx 3,662 \text{ Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{kg}^{-1} \end{aligned}$$

Die spezifische Aktivität des Radionuklids Sr-90 beträgt mit Gleichung (1):

$$a = 3,662 \text{ Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot 51,72 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1} \approx 0,1894 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)}$$

Die Varianz des verfahrensbezogenen Kalibrierfaktors $u_{\text{rel}}(\varphi)$ wird mit Gleichung (3) bestimmt:

$$u_{\text{rel}}^2(\varphi) = 0^2 + 0,04^2 + 0,05^2 + 0^2 + 0^2 + 0^2 = 4,1 \cdot 10^{-3}$$

Der Wert der relativen Standardunsicherheit der spezifischen Aktivität $u_{\text{rel}}(a)$ wird mit Gleichung (2) erhalten:

$$\begin{aligned} \frac{u(a)}{a} &= \sqrt{\frac{1}{(51,72 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})^2} \cdot \left(\frac{57,55 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}}{0,17 \cdot 10^6 \text{ s}} + \frac{5,83 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}}{0,25 \cdot 10^6 \text{ s}} \right) + 4,1 \cdot 10^{-3}} \approx \\ &\approx \sqrt{0,1353 \cdot 10^{-3} + 4,1 \cdot 10^{-3}} \approx 0,0651 \end{aligned}$$

Die spezifische Aktivität des Radionuklids Sr-90 in der Grünkohlprobe zum Zeitpunkt der Probeentnahme beträgt für dieses Beispiel:

$$a = (0,189 \pm 0,012) \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)}$$

Mit den oben genannten Werten sowie dem Wert 3 für das Quantil der Standardnormalverteilung $k_{1-\alpha}$ und dem Wert 1,645 für das Quantil der Standardnormalverteilung $k_{1-\beta}$ wird die Erkennungsgrenze a^* mit Gleichung (4) berechnet:

$$\begin{aligned} a^* &= 3 \cdot 3,672 \text{ Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \sqrt{5,83 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1} \cdot \left(\frac{1}{0,17 \cdot 10^6 \text{ s}} + \frac{1}{0,25 \cdot 10^6 \text{ s}} \right)} \approx \\ &\approx 11,02 \text{ Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \sqrt{57,61 \cdot 10^{-9} \text{ s}^{-2}} \approx 2,644 \cdot 10^{-3} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)} \end{aligned}$$

Für die Berechnung des Wertes für die Nachweisgrenze $a^\#$ werden zunächst die Hilfsgrößen θ und ψ mit den Gleichungen (7) und (8) ermittelt:

$$\theta = 1 - 1,645^2 \cdot 4,1 \cdot 10^{-3} \approx 0,9889$$

$$\psi = 1 + \frac{1,645^2}{2 \cdot 2,644 \cdot 10^{-3} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}} \cdot \frac{3,672 \text{ Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{kg}^{-1}}{0,17 \cdot 10^6 \text{ s}} \approx 1,011$$

Der Wert der Nachweisgrenze $a^\#$ beträgt mit Gleichung (6):

$$\begin{aligned} a^\# &= \frac{2,644 \cdot 10^{-3} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)} \cdot 1,011}{0,9889} \cdot \left[1 + \sqrt{1 - \frac{0,9889}{1,011^2} \cdot \left(1 - \frac{1,645^2}{3^2} \right)} \right] \approx \\ &\approx 2,703 \cdot 10^{-3} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)} \cdot 1,569 \approx 4,241 \cdot 10^{-3} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)} \end{aligned}$$

7.2 Softwaregestützte Auswertung

Die Resultatseite der zu dieser Messanleitung gehörenden UncertRadio-Projektdatei wird nachstehend gezeigt. Die Datei steht auf der Internetseite dieser Messanleitungen zur Verfügung.

The screenshot shows the 'Ergebnisse' (Results) tab of the UncertRadio software. The window title is 'UR UncertRadio: Calculation of uncertainty budget and detection limits - E-Sr-90-LEBM-03_V2025-07.bxp'. The interface includes a menu bar (Datei, Bearbeiten, Optionen, Hilfe) and a toolbar with various icons. The main content area is divided into several sections:

- Gesamtes Messergebnis für aSr90:**
 - Wert der Ergebnisgröße: 0,18991 Bq/kg
 - erweiterte (Std.-)Unsicherheit: 1,23588E-02 Bq/kg
 - relative erw.(Std.-)Unsicherheit: 6,5079 %
 - Beste Schätzwerte nach Bayes: ☐ min. Überdeck.-Intervall
 - Wert der Ergebnisgröße: 0,18991 Bq/kg
 - erweiterte (Std.-)Unsicherheit: 1,23588E-02 Bq/kg
 - untere Bereichsgrenze: 0,16568 Bq/kg
 - obere Bereichsgrenze: 0,21413 Bq/kg
- Erweiterungsfaktor k:** 1,0
- Wahrscheinlichkeit (1-gamma):** 0,950
- Erkennungs- und Nachweisgrenze: aSr90:**
 - Erkennungsgrenze (EKG): 2,6440E-03 Bq/kg Iterationen: 1
 - Nachweisgrenze (NWG): 4,2405E-03 Bq/kg Iterationen: 1
- Monte Carlo Simulation:**
 - Anzahl der simul. Messungen: 100000 ☐ min. Überdeck.-Intervall
 - Anzahl der Runs: 1
 - reISD%:
 - primärer Messwert: 0,19038 Bq/kg 0,021
 - Unsichh. primärer Messwert: 1,24830E-02 Bq/kg 0,224
 - Wert der Ergebnisgröße: 0,19038 Bq/kg 0,021
 - erweiterte Unsicherheit: 1,24830E-02 Bq/kg 0,224
 - relative erw.(Std.-)Unsicherheit: 6,5570 %
 - untere Bereichsgrenze: 0,16728 Bq/kg 0,063
 - obere Bereichsgrenze: 0,21624 Bq/kg 0,049
 - Erkennungsgrenze (EKG): 2,65961E-03 Bq/kg 0,873
 - Nachweisgrenze (NWG): 4,23151E-03 Bq/kg 0,570
 - aktiver Run: 1 | IT: 14 | Start MC

8 Verzeichnis der Chemikalien und Geräte

8.1 Chemikalien

Die verwendeten Chemikalien sollen analysenrein sein.

- Ammoniumcarbamat;
- Dicyclohexyl-18-Krone-6 in Chloroform: 0,05 mol·l⁻¹;
- Natriumacetat-Essigsäure-Lösung: 0,05 mol·l⁻¹ Natriumacetat in 0,05 mol·l⁻¹ Essigsäure;
- Natriumdichromatlösung, Na₂Cr₂O₇: 1,31 mol·l⁻¹;
- Natriumhydroxidlösung, NaOH: 3 mol·l⁻¹, 10 mol·l⁻¹;
- Salpetersäure, HNO₃: 6 mol·l⁻¹;

Trägerlösungen

- Bariumträgerlösung: 2 mg Ba^{2+} pro ml Lösung:
0,356 g Bariumchloriddihydrat ($\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$) in entionisiertem Wasser lösen, 1 ml Salzsäure ($3 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) zugeben, dann auf 100 ml mit entionisiertem Wasser auffüllen;
- Strontiumträgerlösung: 20 mg Sr^{2+} pro ml Lösung:
6,086 g Strontiumchloridhexahydrat ($\text{SrCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$) in entionisiertem Wasser lösen, 1 ml Salzsäure ($3 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) zugeben, dann auf 100 ml mit entionisiertem Wasser auffüllen;
- Yttriumträgerlösung: 20 mg Y^{3+} pro ml Lösung:
6,83 g Yttriumchloridhexahydrat ($\text{YCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$) in entionisiertem Wasser lösen, 1 ml Salzsäure ($3 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) zugeben, dann auf 100 ml mit entionisiertem Wasser auffüllen.

8.2 Geräte

Für dieses Verfahren wird die übliche Laborausstattung benötigt.

Darüber hinaus sind nachstehende Geräte erforderlich:

- Schneidemühle mit Sieben für Teilchengröße kleiner 2 mm oder 1 mm und Probenabsaugung sowie Zentrifugalmühle mit einem Sieb für Teilchengröße weniger als 1 mm;
- Küchen-Emulgator-Mixer mit Edelstahlschüssel mit einem Fassungsvermögen von 3,5 Liter und mit geregeltem Drehzahlmesser für Drehzahlen im Bereich 300 Umdrehungen pro Minute bis 3000 Umdrehungen pro Minute (z. B. Blixer 5 V.V. der Fa. Robot-Coup);
- Veraschungsschalen, z. B. aus Quarz oder Quarzglas 55 mm hoch, 145 mm breit, 205 mm lang und einer Wandstärke von 4 mm bis 5 mm;
- Kammerofen mit katalytischer Abgasreinigung, z. B. Typ N150 der Fa. Nabertherm, modifiziert mit Luftzutrittsventilen und -verteilungsschlitzen für eine gleichmäßige Veraschung der Proben in der Kammer;
- optional: Mikrowellengerät mit 250-ml-Druckbehältern, z. B. Fa. MLS;
- feine, quantitative Papierfilter mit einem Porendurchmesser kleiner als $2 \mu\text{m}$ oder Filter aus Zellulosenitrat mit einem Porendurchmesser von $0,45 \mu\text{m}$;
- Low-level-Beta-Proportionalzählrohr mit Antikoinzidenzeinheit (Nulleffektzählrate kleiner als $0,008 \text{ s}^{-1}$);
- Laborzentrifuge.

Literatur

- [1] *Gesetz zum Schutz vor der schädlichen Wirkung ionisierender Strahlung (Strahlenschutzgesetz - StrlSchG)* vom 27. Juni 2017 (BGBl. I S. 1966), zuletzt geändert durch die Bekanntmachung vom 3. Januar 2022 (BGBl. I S. 15).
- [2] *Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung kerntechnischer Anlagen (REI)*. Gemeinsames Ministerialblatt Nr. 6-9, S. 102.
- [3] *Allgemeine Verwaltungsvorschrift zum integrierten Mess- und Informationssystem zur Überwachung der Radioaktivität in der Umwelt (IMIS) nach dem Strahlenschutzvorsorgegesetz (AVV-IMIS)*. Bundesanzeiger, 13.12.2006 Nr. 244a, S. 4-80.
- [4] Roos, N., Tait, D.: *Vergleichsprüfung mit Spinatpulver als Probenart für umweltrelevante Radionuklide*. In: Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit sowie Universität Bremen, Institut für Umweltphysik (Hrsg.): 15. Fachgespräch zur Überwachung der Umweltradioaktivität: Daten – Modelle – Information, Freiburg, 05. – 07. März 2013. Bonn: Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit, 2014, S. 258-267. ISSN 1869-585X. Verfügbar unter: https://www.bmu.de/fileadmin/Daten_BMU/Download_PDF/Strahlenschutz/umweltradioaktivitaet_tagungsband_15_fachgespraeche_bf.pdf. [Letzter Zugriff am 03.06.2025].
- [5] Normenreihe DIN EN ISO 11929:2021, *Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Überdeckungsintervalls) bei Messungen ionisierender Strahlung – Grundlagen und Anwendungen (Teile 1 bis 3)*.
- [6] Kanisch, G., Aust, M.-O., Bruchertseifer, F., et al.: *Bestimmung der charakteristischen Grenzen bei der Aktivitätsbestimmung radioaktiver Stoffe – Teil 1: Grundlagen*. CHAGR-ISO-01. In: Bundesministerium für Umwelt, Klimaschutz, Naturschutz und nukleare Sicherheit (Hrsg.): Messanleitungen für die Überwachung radioaktiver Stoffe in der Umwelt und externer Strahlung. ISSN 1865-8725. Verfügbar unter: <https://www.bundesumweltministerium.de/WS1517>.
- [7] Kanisch, G., Aust, M.-O., Bruchertseifer, F., et al.: *Bestimmung der charakteristischen Grenzen bei der Aktivitätsbestimmung radioaktiver Stoffe – Teil 2: Anwendungsbeispiele*. CHAGR-ISO-02. In: Bundesministerium für Umwelt, Klimaschutz, Naturschutz und nukleare Sicherheit (Hrsg.): Messanleitungen für die Überwachung radioaktiver Stoffe in der Umwelt und externer Strahlung. ISSN 1865-8725. Verfügbar unter: <https://www.bundesumweltministerium.de/WS1517>.