

Verfahren zur gammaspektrometrischen Bestimmung spezifischer Aktivitäten von Radionukliden in Fisch und Fischerzeugnissen

G- γ -SPEKT-FISCH-02

Bearbeiter:

P. Nogueira

M.-O. Aust

G. Kanisch

Leitstelle für Fisch und Fischereierzeugnisse, Krustentiere,
Schalentiere, Meereswasserpflanzen

Verfahren zur gammaspektrometrischen Bestimmung der spezifischen Aktivitäten von Radionukliden in Fisch und Fischerzeugnissen

1 Anwendungsbereich

Das nachstehend beschriebene Verfahren wird vor allem nach einer Freisetzung radioaktiver Stoffe eingesetzt, um nach dem IMIS-Intensivmessprogramm [1] schnell einen Überblick über Art und Ausmaß der Kontamination zu bekommen. Insbesondere erlaubt dieses Verfahren die Bestimmung der spezifischen Aktivitäten von Jodisotopen, die mit dem Verfahren G- γ -SPEKT-FISCH-01 aufgrund der Flüchtigkeit des Jods bei der Veraschung nicht quantitativ bestimmt werden können.

Das vorliegende Verfahren kann aber auch zur Bestimmung der spezifischen Aktivitäten gammastrahlender Radionuklide in Proben von Fisch und Fischerzeugnissen gemäß dem IMIS-Routinemessprogramm [1] nach Strahlenschutzgesetz (StrlSchG) [2] und der Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung kerntechnischer Anlagen (REI) im bestimmungsgemäßen Betrieb [3] verwendet werden .

2 Probeentnahme

Zu Grundsätzen der Probeentnahme von Fisch wird auf die Messanleitung G- γ -SPEKT-FISCH-01 verwiesen. Die Probenmenge muss so bemessen sein, dass zur Messung etwa 1,5 kg Feuchtmasse des zu analysierenden Materials zur Verfügung stehen, um eine 1-Liter-Ringschale zu befüllen.

Im Falle erhöhter Kontaminationen sind bei der Probeentnahme und der weiteren Probenbehandlung von Fischen besondere Vorsichtsmaßnahmen zu beachten [4]. Unmittelbar nach der Tötung sind die Tiere in Polyethylenbeutel zu verpacken und in geeigneten Behältern auf Eis zu lagern. Die Proben sollten nach Möglichkeit nicht eingefroren werden, da sie zur sofortigen Messung vorgesehen sind. Lässt sich ein Einfrieren nicht vermeiden, ist das beim Auftauen freiwerdende Gewebewasser mit zu messen. Dabei ist darauf zu achten, dass es zusammen mit dem zerkleinerten Fleisch homogen über das Volumen der Ringschale verteilt wird.

Bei importierter Ware werden neben Fischen auch Krusten- und Schalentiere sowie Konserven (Fischerzeugnisse) beprobt. Die Proben werden über die im jeweiligen Bundesland tätigen Importeure oder den Einzelhandel beschafft und die essbaren Anteile analysiert. Je nach Verzehrgeohnheit ist der Inhalt von Konserven mit oder ohne Flüssigkeit zu entnehmen.

Zur korrekten Probenkennzeichnung wird auf das Verfahren G- γ -SPEKT-FISCH-01 und die Literatur [5] verwiesen.

3 Analyse

3.1 Prinzip des Verfahrens

Frischer Fisch wird zunächst filetiert. Fischfilets bzw. Fischerzeugnisse aus Konserven werden zerkleinert und homogenisiert. Anschließend erfolgt die Bestimmung der spezifischen Aktivitäten der Gammastrahlen emittierenden Radionuklide, einschließlich der Jodisotope, mit Hilfe einer Gammaspektrometriemesseinrichtung in einer 1-Liter-Ringschale.

3.2 Probenvorbereitung

Alle für die Probenvorbereitung eingesetzten Werkzeuge, z. B. Filetierbretter und Filetirmesser, sowie Ringschalen sind vor jeder Benutzung mit einer Reinigungslösung zu säubern.

Die Fische werden nach einer haushaltsüblichen Reinigung filetiert, wobei Haut und Gräten weitgehend entfernt werden. Das erhaltene Fleisch wird fein gewürfelt und anschließend nach Zugabe eines Konservierungsmittels, z. B. Natriumazid, durchmischt (siehe unten). Von der Verwendung eines Mixers oder Fleischwolfs wird abgeraten, wenn eine erhöhte Kontamination zu erwarten ist.

Im Falle von Fischerzeugnissen ist zu beachten, dass neben dem Füllgut aus Konserven die Aufgussflüssigkeit (z. B. Soßen) entsprechend der Verzehrgeohnheiten mitverarbeitet wird; andernfalls ist diese abzugießen. Eine weitergehende Säuberung des Füllgutes erfolgt nicht; je nach Konsistenz des Füllgutes ist eine Zerkleinerung erforderlich. Die Zugabe eines Konservierungsmittels erfolgt vor der Homogenisierung.

Im Allgemeinen ist das Messpräparat nur kurz haltbar. Die Zugabe des Konservierungsmittels wie Natriumazid verlangsamt mikrobiologische Prozesse im Messpräparat, durch die Gase freigesetzt werden, die zu einem Aufquellen des Messpräparates führen. Es ist darauf zu achten, dass der Deckel auf dem Messgefäß nur locker aufliegt. Zusätzlich sollte entweder die verwendete Messkammer mit Folie ausgekleidet oder das Messgefäß in einem genügend großen Kunststoffbeutel, z. B. Müllbeutel, eingebracht werden.

Bei längerer Wartezeit ist das Messpräparat bis zum Beginn der Messung in einem Kühlschrank aufzubewahren.

3.3 Radiochemische Trennung

Eine radiochemische Trennung ist nicht erforderlich.

4 Messung der Aktivität

4.1 Allgemeines

Zu grundlegenden Ausführungen zur Gammaskpektrometrie wird auf das Allgemeine Kapitel γ -SPEKT/GRUNDL dieser Messanleitungen [6] sowie auf die Literatur [7, 8, 9] verwiesen.

4.2 Nulleffekt

Für grundlegende Ausführungen zur Ermittlung des Nulleffektes wird auf das Verfahren G- γ -SPEKT-FISCH-01 und das Allgemeine Kapitel γ -SPEKT/NULLEF dieser Messanleitungen verwiesen [10].

Der Nulleffekt ist mit verkürzten Messdauern häufiger, z. B. arbeitstäglich, zu kontrollieren, wenn im Fischfleisch um mehr als zwei Größenordnungen höhere spezifische Aktivitäten als im Routinebetrieb vorliegen.

Für Fischproben ist die zuverlässige Bestimmung der K-40-Nulleffektzählrate von Bedeutung, damit bei der späteren Auswertung die in der Fischprobe ermittelte spezifische K-40-Aktivität zur Plausibilisierung der Messwerte verwendet werden kann.

4.3 Kalibrierung

Die Kalibrierung erfolgt mit geeigneten Kalibrierpräparaten, z. B. wässrigen Lösungen von rückführbaren Aktivitätsnormalen der zu bestimmenden Radionuklide.

Für Fischfleisch kann eine Dichtekorrektur der Nachweiswahrscheinlichkeit vernachlässigt werden. Die Dichte des Probenmaterials unterscheidet sich kaum von der Dichte der wässrigen Kalibrierlösung ($1 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$), da frisches Fischfleisch zu ca. 80 % aus Wasser besteht.

Für weitergehende Informationen zur Kalibrierung und zur Selbstschwächung wird auf das Allgemeine Kapitel γ -SPEKT/GRUNDL dieser Messanleitungen verwiesen [6].

4.4 Messung

Die Messung wird nach Abschnitt 4.4 des Verfahrens G- γ -SPEKT-FISCH-01 durchgeführt. Anstelle des dort beschriebenen zylindrischen Messbeckers wird jedoch eine 1-Liter-Ringschale eingesetzt.

5 Berechnung der Analysenergebnisse

5.1 Ergebnisgröße

Bei der Bestimmung spezifischer Aktivitäten von Radionukliden in Fischfleisch treten kaum Interferenzen zwischen Gammalinien verschiedener Radionuklide auf. Deshalb lassen sich die spezifischen Aktivitäten der zu bestimmenden Radionuklide entweder aus jeweils einer Gammalinie oder im Falle von Mehrliniennukliden unter Verwendung eines gewichteten Mittelwerts berechnen. Für Details wird auf die Allgemeinen Kapitel γ -SPEKT/GRUNDL und γ -SPEKT-INTERF dieser Messanleitungen verwiesen [6, 11].

Wurde eine Linie des Radionuklids r mit der Nettozählrate $R_{n,r}$ nachgewiesen, wird die spezifische Aktivität a_r des Radionuklids r , bezogen auf die Feuchtmasse (FM) und den Zeitpunkt der Probeentnahme, nach Gleichung (1) berechnet:

$$a_r = \varphi \cdot R_{n,r} = \frac{f_1 \cdot f_2 \cdot f_3 \cdot f_4}{\varepsilon_W \cdot p_\gamma \cdot m_F} \cdot R_{n,r} \quad (1)$$

mit:

$$f_3 = \frac{\lambda_r \cdot t_m}{1 - e^{-\lambda_r \cdot t_m}} \quad (2)$$

$$f_4 = e^{\lambda_r \cdot t_A} \quad (3)$$

Dabei bedeuten:

- f_1 Korrektionsfaktor für Koinzidenz; bei einer ungestörten Gammalinie gilt: $f_1 = 1$;
- f_2 Korrektionsfaktor der Selbstschwächung für Fischfleisch relativ zu Wasser, $f_2 = 1$;
- f_3 Korrektionsfaktor für das Abklingen des Radionuklids r während der Messung;
- f_4 Korrektionsfaktor für den Zerfall des Radionuklids r bezogen auf einen Bezugszeitpunkt;
- m_F Masse des zur Messung eingesetzten Fischfleisches, in kg;
- p_γ Emissionsintensität der betrachteten Gammalinie des Radionuklids r ;
- t_A Zeitdauer zwischen Bezugsdatum und Messbeginn, in s;
- t_m Messdauer, in s;
- ε_W Nachweiswahrscheinlichkeit in Wasser, abhängig von der Energie und Füllhöhe, in $\text{Bq}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$;
- λ_r Zerfallskonstante des Radionuklids r , in s^{-1} ;
- φ verfahrensbezogener Kalibrierfaktor, in $\text{Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{kg}^{-1}$.

Die Nettozählrate der betrachteten Gammalinie des Radionuklids r ist gemäß Gleichung (4) zusammengesetzt:

$$R_{n,r} = R_{b,r} - R_{T,r} - R_{0,r} \quad (4)$$

Dabei bedeuten:

$R_{b,r}$ Bruttozählrate der betrachteten Gammalinie des Radionuklids r , in s^{-1} ;

$R_{T,r}$ Linienuntergrundzählrate der betrachteten Gammalinie des Radionuklids r , z. B. als Trapezuntergrundzählrate, in s^{-1} ;

$R_{0,r}$ Nettozählrate der betrachteten Gammalinie des Radionuklids r im Nulleffektspektrum, in s^{-1} .

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.

Im allgemeinen Ansatz für die Unsicherheit der Nettozählrate werden die Koeffizienten μ_k nach Gleichung (5) ermittelt:

$$u^2(R_{n,r}) = \mu_0 \cdot R_{n,r}^2 + \mu_1 \cdot R_{n,r} + \mu_2 \quad (5)$$

mit den Koeffizienten:

$$\mu_0 = 0 \quad (6)$$

$$\mu_1 = \frac{1}{t_m} \quad (7)$$

$$\mu_2 = \frac{R_{T,r} + R_{0,r}}{t_m} + u^2(R_{T,r}) + u^2(R_{0,r}) \quad (8)$$

Bei Verwendung des Trapezverfahrens (linearer Untergrund) lässt sich der Ausdruck für μ_2 nach Gleichung (9) darstellen:

$$\mu_2 = \frac{R_{T,r}}{t_m} \cdot \left(1 + \frac{b}{2 \cdot L}\right) + R_{0,r} \cdot \left(\frac{1}{t_m} + \frac{1}{t_0}\right) + \frac{R_{T,0,r}}{t_0} \cdot \left(1 + \frac{b_0}{2 \cdot L_0}\right) \quad (9)$$

Dabei bedeuten:

t_0 Messdauer des Nulleffektspektrums, in s;

b Fußbreite der Gammalinien im Probenspektrum, in Kanälen;

b_0 Fußbreite der Gammalinien im Nulleffektspektrum, in Kanälen;

- L Anzahl derjenigen Kanäle im Probenspektrum, über die der Linienuntergrund jeweils links und rechts von der Gammalinie bestimmt wird;
- L_0 Anzahl derjenigen Kanäle im Nulleffektspektrum, über die der Linienuntergrund jeweils links und rechts von der Gammalinie bestimmt wird;
- $R_{T,0,r}$ Linienuntergrundzählrate in der Gammalinie des Radionuklids r im Nulleffektspektrum, z. B. als Trapezuntergrundzählrate, in s^{-1} .

Gleichung (9) gilt in sehr guter Näherung auch für die empirisch berechnete Untergrundstufenfunktion. Für die Standardunsicherheit der Nettozählrate $u(R_{n,r})$ folgt aus den Gleichungen (5) bis (9):

$$\begin{aligned} u^2(R_{n,r}) &= \frac{R_{n,r}}{t_m} + \mu_2 = \\ &= \frac{R_{n,r}}{t_m} + \frac{R_{T,r}}{t_m} \cdot \left(1 + \frac{b}{2 \cdot L}\right) + R_{0,r} \cdot \left(\frac{1}{t_m} + \frac{1}{t_0}\right) + \frac{R_{T,0,r}}{t_0} \cdot \left(1 + \frac{b_0}{2 L_0}\right) \end{aligned} \quad (10)$$

Falls im Nulleffektspektrum keine entsprechende Linie vorhanden ist, entfallen in den Gleichungen (9) und (10) die beiden letzten Terme.

Die relative Standardunsicherheit des verfahrensbezogenen Kalibrierfaktors ist nach Gleichung (11) zu ermitteln, wobei die Unsicherheiten der Zerfallskorrekturen vernachlässigt werden dürfen:

$$\begin{aligned} u_{\text{rel}}(\varphi) &= [u_{\text{rel}}^2(f_1) + u_{\text{rel}}^2(f_2) + u_{\text{rel}}^2(f_3) + u_{\text{rel}}^2(f_4) + u_{\text{rel}}^2(\varepsilon_W) + \\ &\quad + u_{\text{rel}}^2(p_\gamma) + u_{\text{rel}}^2(m_F)]^{1/2} \end{aligned} \quad (11)$$

Die kombinierte Standardunsicherheit der spezifischen Aktivität $u(a_r)$ wird unter Verwendung von Gleichung (1) berechnet:

$$u(a_r) = a_r \cdot \sqrt{u_{\text{rel}}^2(\varphi) + \frac{u^2(R_{n,r})}{R_{n,r}^2}} \quad (12)$$

Die kombinierten Standardunsicherheiten betragen im Allgemeinen weniger als 20 %; außer die Aktivitäten sind so klein, dass bereits die relativen Messunsicherheiten der Nettozählraten 20 % deutlich überschreiten. Die Standardunsicherheit des Korrektionsfaktors der Selbstschwächung trägt hierzu praktisch nichts bei.

Bei Mehrliniennukliden, z. B. Cs-134, muss der Unsicherheitsbeitrag des Korrektionsfaktors für die Koinzidenzsummation mitberücksichtigt werden, der bei signifikanten Korrekturen einige Prozent betragen kann. Es wird auf die Allgemeinen Kapitel γ -SPEKT/GRUNDL und γ -SPEKT/SUMESC dieser Messanleitungen verwiesen [6, 12].

6 Charakteristische Grenzen des Verfahrens

Die Berechnung der charakteristischen Grenzen erfolgt entsprechend der Normenreihe DIN EN ISO 11929 [13]. Für weiterführende Betrachtungen wird auf die Allgemeinen Kapitel CHAGR-ISO-01 und CHAGR-ISO-02 dieser Messanleitungen verwiesen [14, 15].

6.1 Erkennungsgrenze

Die Erkennungsgrenze der spezifischen Aktivität a_r^* eines Einliniennuklids wird nach Gleichung (13) ermittelt:

$$a_r^* = \varphi \cdot k_{1-\alpha} \cdot \sqrt{\mu_2} = \varphi \cdot k_{1-\alpha} \cdot \sqrt{\frac{1}{t_m} \cdot (R_{T,r} + R_{0,r}) + u^2(R_{T,r}) + u^2(R_{0,r})} \quad (13)$$

Dabei bedeutet:

$k_{1-\alpha}$ Quantil der Normalverteilung zur Wahrscheinlichkeit des Fehlers 1. Art α .

6.2 Nachweisgrenze

Die Nachweisgrenze der spezifischen Aktivität $a_r^\#$ eines Einliniennuklids lässt sich mit Hilfe der über Gleichung (13) ermittelten Erkennungsgrenze a_r^* wird nach Gleichung (14) bestimmt.

$$a_r^\# = a_r^* \cdot \frac{\psi}{\theta} \cdot \left[1 + \sqrt{1 - \frac{\theta}{\psi^2} \left(1 - \frac{k_{1-\beta}^2}{k_{1-\alpha}^2} \right)} \right] \quad (14)$$

Darin bedeuten

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

und die Hilfsgrößen

$$\theta = 1 - k_{1-\beta}^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(\varphi) \quad (15)$$

$$\psi = 1 + \frac{k_{1-\beta}^2}{2 \cdot a_r^*} \cdot \frac{\varphi}{t_m} \quad (16)$$

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.

7.1 Manuelle Auswertung

Bei der manuellen Auswertung werden die Zwischenergebnisse und das Endergebnis auf vier signifikante Stellen gerundet angegeben.

Im nachfolgenden Beispiel zur Berechnung der spezifischen I-131-Aktivität in 1 kg Fischfleisch (FM) wurde für die Auswertung nur die Gammalinie bei 364,5 keV verwendet. Weiterhin werden folgende Zahlenwerte zugrunde gelegt.

$R_{n,I-131}$	=	0,5115 s ⁻¹ ;	$R_{T,I-131}$	=	1,96 · 10 ⁻³ s ⁻¹ ;
m_F	=	1,00 kg;	$u_{\text{rel}}(m_F)$	=	4,0 · 10 ⁻³ ;
$p_{\gamma,I-131}$	=	0,812;	$u_{\text{rel}}(p_{\gamma,I-131})$	=	9,85 · 10 ⁻³ ;
ε_w	=	17,75 · 10 ⁻³ Bq ⁻¹ · s ⁻¹ ;	$u_{\text{rel}}(\varepsilon_w)$	=	0,029;
f_1	=	1,000;	$u_{\text{rel}}(f_1)$	=	0;
f_2	=	1,000;	$u_{\text{rel}}(f_2)$	=	0;
$b/(2 \cdot L)$	=	0,523.			

Die Standardunsicherheiten folgender Eingangsgrößen sind vernachlässigbar:

t_A	=	57,6 · 10 ³ s;	λ_{I-131}	=	9,999 · 10 ⁻⁷ s ⁻¹ ;
t_m	=	1,8 · 10 ³ s.			

Nach den Gleichungen (2) und (3) werden für die Korrekturfaktoren f_3 und f_4 für das Abklingen während der Messdauer bzw. bezogen auf den Bezugszeitpunkt folgende Werte erhalten:

$$f_3 = \frac{9,999 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1} \cdot 1800 \text{ s}}{1 - e^{-9,999 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1} \cdot 1800 \text{ s}}} \approx 1,0009$$

$$f_4 = e^{9,999 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1} \cdot 57600 \text{ s}} \approx 1,059$$

Der in Gleichung (1) definierte verfahrensbezogene Kalibrierfaktor beträgt:

$$\varphi \approx \frac{1,000 \cdot 1,000 \cdot 1,0009 \cdot 1,059}{17,75 \cdot 10^{-3} \cdot 0,812 \cdot 1,00} \text{ Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{kg}^{-1} \approx 73,54 \text{ Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{kg}^{-1}$$

Die spezifische Aktivität $a_{\text{I-131}}$ im Fischfleisch beträgt nach Gleichung (1), bezogen auf die Feuchtmasse (FM):

$$a_{\text{I-131}} \approx 73,54 \text{ Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot 0,5115 \text{ s}^{-1} \approx 37,62 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)}$$

Die relative Standardunsicherheit des verfahrensbezogenen Kalibrierfaktors wird nach Gleichung (11) berechnet:

$$u_{\text{rel}}(\varphi) = \sqrt{0^2 + 0^2 + 0^2 + 0^2 + 0,004^2 + 0,029^2 + (9,85 \cdot 10^{-3})^2} \approx 30,89 \cdot 10^{-3}$$

Für die Standardunsicherheit der Nettozählrate wird nach Gleichung (10) unter Vernachlässigung der beiden letzten Terme erhalten:

$$u(R_{\text{n,I-131}}) \approx \sqrt{\frac{0,5115 \text{ s}^{-1}}{1800 \text{ s}} + \frac{1,96 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}}{1800 \text{ s}} \cdot (1 + 0,523)} \approx 16,91 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$$

Die Berechnung der Standardunsicherheit der spezifischen Aktivität $u(a_{\text{I-131}})$ nach Gleichung (12) ergibt:

$$\begin{aligned} u(a_{\text{I-131}}) &\approx 37,62 \cdot \sqrt{(30,89 \cdot 10^{-3})^2 + \left(\frac{16,91 \cdot 10^{-3}}{0,5115}\right)^2} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \approx \\ &\approx 37,62 \cdot 45,25 \cdot 10^{-3} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} = 1,702 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)} \end{aligned}$$

Damit beträgt die spezifische I-131-Aktivität:

$$a_{\text{I-131}} = (37,6 \pm 1,7) \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)}$$

Mit den Zahlenwerten der Eingangsgrößen wird der Koeffizient μ_2 nach Gleichung (9) ermittelt:

$$\mu_2 = \frac{1,96 \cdot 10^{-3}}{1800} \cdot (1 + 0,523) \text{ s}^{-2} \approx 1,658 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-2}$$

Damit ergibt sich für die Erkennungsgrenze der spezifischen Aktivität $a_{\text{I-131}}^*$ unter Verwendung des verfahrensbezogenen Kalibrierfaktors φ und dem Quantil der Normalverteilung zur Wahrscheinlichkeit des Fehlers 1. Art $k_{1-\alpha}$ von 3:

$$a_{\text{I-131}}^* \approx 73,54 \cdot 3,0 \cdot \sqrt{1,658 \cdot 10^{-6}} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \approx 0,2841 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)}$$

Nach Gleichung (14) beträgt die Nachweisgrenze der spezifischen Aktivität $a_{I-131}^{\#}$ mit dem Quantil der Normalverteilung zur Wahrscheinlichkeit des Fehlers 2. Art $k_{1-\beta}$ von 1,645 und den Werten der Hilfsgrößen:

$$\theta \approx 1 - 1,645^2 \cdot (30,89 \cdot 10^{-3})^2 \approx 0,9974$$

$$\psi \approx 1 + \frac{1,645^2}{2 \cdot 0,2841 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}} \cdot \frac{73,54 \text{ Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{kg}^{-1}}{1800 \text{ s}} \approx 1,1946$$

$$a_{I-131}^{\#} \approx 0,2841 \cdot \frac{1,1946}{0,9974} \cdot \left[1 + \sqrt{1 - \frac{0,9974}{1,1946^2} \cdot \left(1 - \frac{1,645^2}{3,0^2} \right)} \right] \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \approx$$

$$\approx 0,5836 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)}$$

7.2 Softwaregestützte Auswertung

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

The screenshot shows the 'Ergebnisse' (Results) tab of the UncertRadio software. The main window title is 'UncertRadio: Calculation of uncertainty budget and detection limits - G-gamma-SPEKT-FISCH-02_2026-03.bxp'. The interface includes a menu bar (Datei, Bearbeiten, Optionen, Hilfe) and a toolbar with various icons. The 'Ergebnisse' tab is active, displaying the following data:

Gesamtes Messergebnis für a_{I131}:

Wert der Ergebnisgröße:	37,627	Bq/kg FM
erweiterte (Std.-)Unsicherheit:	1,7022	Bq/kg FM
relative erw. (Std.-)Unsicherheit:	4,5238	%
Beste Schätzwerte nach Bayes:		
Wert der Ergebnisgröße:	37,627	Bq/kg FM
erweiterte (Std.-)Unsicherheit:	1,7022	Bq/kg FM
untere Bereichsgrenze:	34,290	Bq/kg FM
obere Bereichsgrenze:	40,963	Bq/kg FM

Erweiterungsfaktor k: 1,0
Wahrscheinlichkeit (1-gamma): 0,950

Erkennungs- und Nachweisgrenze: a_{I131}:

Erkennungsgrenze (EKG):	0,2842	Bq/kg FM	Iterationen:	1
Nachweisgrenze (NWG):	0,5837	Bq/kg FM	Iterationen:	1

Monte Carlo Simulation:

Anzahl der simul. Messungen: 100000 ☐ min. Überdeck.-Intervall
 Anzahl der Runs: 1

reISD%:

primärer Messwert:	0,0	Bq/kg FM	0,0
Unsichh. primärer Messwert:	0,0	Bq/kg FM	0,0
Wert der Ergebnisgröße:	0,0	Bq/kg FM	0,0
erweiterte Unsicherheit:	0,0	Bq/kg FM	0,0
relative erw. (Std.-)Unsicherheit:	0,0	%	
untere Bereichsgrenze:	0,0	Bq/kg FM	0,0
obere Bereichsgrenze:	0,0	Bq/kg FM	0,0
Erkennungsgrenze (EKG):	0,0	Bq/kg FM	0,0
Nachweisgrenze (NWG):	0,0	Bq/kg FM	0,0

aktiver Run: IT: 0

8 Verzeichnis der Chemikalien und Geräte

8.1 Chemikalien

Die verwendeten Chemikalien sollen analysenrein sein.

- Natriumazid, NaN_3 : Konservierungsmittel bei längerer Probenlagerung oder Messdauer;
üblich sind 3,5 ml 5 %iger NaN_3 -Lösung pro kg Feuchtmasse;
- Reinigungsmittel: z. B. RBS-50-Super-Flüssigkonzentrat® 2 %.

8.2 Geräte

Für das Verfahren wird die übliche Ausstattung eines radiochemischen Labors benötigt.

Zusätzlich sind nachstehende Geräte erforderlich.

8.2.1 Probeentnahme

- Eisbehälter / Kühlbehälter;
- Kunststofftüten;
- Tiefkühltruhe (ca. $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$), falls die Proben gelagert werden müssen.

8.2.2 Probenvorbereitung

- Filetierbrett aus Kunststoff;
- scharfe Filetierreißmesser;
- schnittfeste Handschuhe.

8.2.3 Kalibrierung und Messung

- 1-Liter-Ringschalen;
- Folie oder Tüten aus Polyethylen (PE), als möglicher Spritzschutz für Detektor und Abschirmungsinnenraum;

Literatur

- [1] *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.
- [2] *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).

-
- [3] *Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung kerntechnischer Anlagen (REI)*. Gemeinsames Ministerialblatt Nr. 6-9, S. 102.
 - [4] Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und nukleare Sicherheit, (Hrsg.): *Überwachung der Umweltradioaktivität nach dem Strahlenschutzgesetz – Informationsbroschüre zur Probeentnahme und Probenbehandlung im Falle von erhöhter Freisetzung radioaktiver Stoffe in die Umwelt (IMIS-Intensivbetrieb)*. Bonn, 2021, 20 S.
 - [5] *Verordnung (EU) Nr. 1379/2013 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 11. Dezember 2013 über die gemeinsame Marktorganisation für Erzeugnisse der Fischerei und der Aquakultur, zur Änderung der Verordnungen (EG) Nr. 1184/2006 und (EG) Nr. 1224/2009 des Rates und zur Aufhebung der Verordnung (EG) Nr. 104/2000 des Rates*. Amtsblatt der Europäischen Union, 28.12.2013, L 354/1.
 - [6] Aust, M.-O., Ober, F., Dalheimer, A., et al.: *Grundlagen der Gammaspektrometrie. γ -SPEKT/GRUNDL*. 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] Gilmore, G. R.: *Practical Gamma-ray Spectroscopy*. New York (USA): John Wiley & Sons, 2008, 2. Auflage, 408 S. ISBN 978-0-470-86196-7.
 - [8] Knoll, G. F.: *Radiation Detection and Measurement*. New York (USA): John Wiley & Sons, 2010, 4. Auflage, 864 S. ISBN 978-0-470-13148-0.
 - [9] Debertin, K., Helmer, R.: *Gamma- and X-Ray Spectrometry with Semiconductor Detectors*. Amsterdam (NL): North Holland, 1988, 402 S. ISBN 978-0444871077.
 - [10] Wershofen, H., Heckel, A., Arnold, D., et al.: *Nulleffektbeiträge in der Gammaspektrometrie. γ -SPEKT/NULLEF*. 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>.
 - [11] Kanisch, G., Schkade, U.-K., Wershofen, H., et al.: *Interferenzen bei der Gammaspektrometrie. γ -SPEKT/INTERF*. 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>.
 - [12] Kanisch, G., Wershofen, H., Arnold, D., et al.: *Summations- und Escapelinien ausgewählter Radionuklide in der Gammaspektrometrie. γ -SPEKT/SUMESC*. 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>.
-

- [13] 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)*.
- [14] 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>.
- [15] 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>.