

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

F-Sr-90-FUMI-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 Futtermittel- und Bewuchsproben 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 Proben von Futtermitteln und Futtermittelrohstoffen sowie Weide- und Wiesenbewuchs entsprechend der Messprogramme der Allgemeinen Verwaltungsvorschrift zum „Integrierten Mess- und Informationssystem zur Überwachung der Umweltradioaktivität (IMIS) nach dem Strahlenschutzvorsorgegesetz“ (AVV-IMIS) [1] und der „Richtlinie zur Erfassung der Emissionen und Immissionen kerntechnischer Anlagen“ (REI) [2] geeignet. Mit diesem Verfahren können die in der AVV-IMIS geforderten Nachweisgrenzen erreicht werden [1].

Anmerkung:

Der Massenbezug der spezifischen Aktivität des Sr-90 gemäß AVV-IMIS ist bei Futtermitteln und Futtermittelrohstoffen die Trockenmasse, bei Weide- und Wiesenbewuchs die Feuchtmasse. Diese unterschiedlichen Massenbezüge werden bei der Berechnung der Ergebnisse im Abschnitt 5 berücksichtigt.

2 Probeentnahme

Zur Probeentnahme von Futtermitteln und Bewuchs wird auf das Verfahren F- γ -SPEKT-FUMI-01 verwiesen.

3 Analyse

3.1 Prinzip des Verfahrens

Zum Prinzip des Verfahrens wird auf den entsprechenden Abschnitt des Verfahrens F-Sr-90-BODEN-02 verwiesen.

3.2 Probenvorbereitung

Zur Probenvorbereitung wird auf das Verfahren F- γ -SPEKT-FUMI-01 verwiesen. Da die Qualität der Asche für die Extraktion des Strontiums und die chemische Ausbeute entscheidend ist, werden die von obigem Verfahren abweichenden Angaben zur Vorbereitung und Durchführung der Veraschung detailliert beschrieben.

- Alle getrockneten Proben werden grundsätzlich vor der Veraschung auf eine Teilchengröße kleiner als 1 mm gemahlen.
- Die Veraschung erfolgt bei diesem Verfahren bis zu 600 °C.

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.

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 getrocknete Probenmaterial auf eine Teilchengröße von kleiner als 1 mm gemahlen und anschließend bis zu einer Füllhöhe von maximal 10 mm in einer Schale aus Quarz oder Quarzglas verteilt.

Zur Veraschung in einem Veraschungsofen mit einem Kammervolumen von 150 l, Luftzutrittsventilen und katalytischer Abgasreinigung hat sich folgendes Temperaturprogramm für Probenmassen bis 1,6 kg Trockenmasse bewährt:

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

Die Aschen von Futtermittelproben sind zum Teil stark hygroskopisch. Daher werden die Aschen bei etwa 100 °C aus dem Ofen genommen, sofort bearbeitet oder im Exsikkator aufbewahrt. Andernfalls verfälscht die Absorption von Feuchtigkeit aus der Luft die Ascheausbeute und führt in manchen Fällen dazu, dass sich die Asche mit der Oberfläche der Veraschungsschale verbindet.

Sind in der Asche kleine braune oder schwarze Teilchen zu erkennen, muss eine Nachveraschung durchgeführt werden, um Probleme bei der radiochemischen Trennung zu umgehen. Proben, die auf mehrere Schalen verteilt wurden, werden nach der Veraschung wiedervereinigt und homogenisiert.

3.3 Radiochemische Trennung

3.3.1 Allgemeines zur Extraktion

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

Bei den meisten Aschen von Futtermittel- und Bewuchsproben ist die Extraktion des Strontiums mit siedender verdünnter Salpetersäure bereits nach zwei Minuten nahezu vollständig erfolgt. Daher ist nur in wenigen Fällen eine mikrowellenunterstützte Extraktion bei 10 bar erforderlich.

Für die Extraktion werden 10 g Asche eingesetzt.

Anmerkung:

Bei der 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 wird auf das Verfahren F-Sr-90-MILCH-04 verwiesen.

5 Berechnung der Analyseergebnisse

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 Futtermittel- bzw. Bewuchsprobe, in kg,
 bezogen auf Trockenmasse (TM): $m = m_{TM} = m_a \cdot q_1$
 bezogen auf Feuchtmasse (FM): $m = m_{FM} = m_a \cdot q_1 \cdot q_2$
- 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} ;
$R_{n,Std}$	Nettozählrate Sr-90-Kalibrierpräparats, in s^{-1} ;
R_0	Nulleffektzählrate, in s^{-1} ;
t_A	Zeitspanne zwischen Probeentnahme und Messbeginn, in s;
t_{Sr-90}	Halbwertszeit von Sr-90, in s;
λ_{Sr-90}	Zerfallskonstante von Sr-90, in s^{-1} ;
	$\lambda_{Sr-90} = \frac{\ln 2}{t_{Sr-90}}$
η_{Sr}	chemische Ausbeute für Strontium;
φ	verfahrensbezogener Kalibrierfaktor, in $Bq \cdot s \cdot kg^{-1}$;
φ_A	aktivitätsbezogener Kalibrierfaktor, in $Bq \cdot s$;
	$\varphi_A = \frac{A_{Std}}{R_{n,Std}}$

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, des Abklingkorrektionsfaktors, der Ausbeutebestimmung und der Kalibrierung.

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

$$\frac{u(a)}{a} = \sqrt{\frac{1}{(R_b - R_0)^2} \cdot \left(\frac{R_b}{t_m} + \frac{R_0}{t_0} \right) + [u_{rel}^2(f_2) + u_{rel}^2(\varphi_A) + u_{rel}^2(\eta_{Sr}) + u_{rel}^2(m)]} \quad (2)$$

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 $Bq \cdot kg^{-1}$;
$u_{rel}(f_2)$	relative Standardunsicherheit des Abklingkorrektionsfaktors für Sr-90 für die Zeitspanne zwischen Probeentnahme und Messbeginn;

- $u_{\text{rel}}(m)$ relative Standardunsicherheit der Masse der eingesetzten Probe, bezogen auf Trockenmasse $u_{\text{rel}}(m_{\text{TM}})$ oder Feuchtmasse $u_{\text{rel}}(m_{\text{FM}})$;
- $u_{\text{rel}}(\eta_{\text{Sr}})$ relative Standardunsicherheit der chemischen Ausbeute für Strontium;
- $u_{\text{rel}}(\varphi_A)$ relative Standardunsicherheit des aktivitätsbezogenen Kalibrierfaktors.

Üblicherweise können die Beiträge der relativen Standardunsicherheit des Korrektionsfaktors $u_{\text{rel}}(f_2)$ und der Masse der eingesetzten Probe $u_{\text{rel}}(m)$ vernachlässigt werden.

6 Charakteristische Grenzen des Verfahrens

Die Berechnung der charakteristischen Grenzen erfolgt entsprechend der Normenreihe DIN EN ISO 11929 [3]. Für weiterführende Betrachtungen wird auf das Allgemeine Kapitel CHAGR-ISO-01 dieser Messanleitungen verwiesen [4].

6.1 Erkennungsgrenze

Zur Berechnung der Nachweisgrenzen des Verfahrens wird zunächst die Erkennungsgrenze a^* nach Gleichung (3) ermittelt:

$$a^* = k_{1-\alpha} \cdot f_2 \cdot \frac{\varphi_A}{\eta_{\text{Sr}} \cdot m} \cdot \sqrt{R_0 \cdot \left(\frac{1}{t_m} + \frac{1}{t_0} \right)} \quad (3)$$

Dabei bedeuten:

a^* Erkennungsgrenze der spezifischen 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;

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

6.2 Nachweisgrenze

Damit wird die Nachweisgrenze $a^\#$ nach der impliziten Gleichung (4) berechnet:

$$a^\# = a^* + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{a^{\#2} \cdot u_{\text{rel}}^2(\varphi) + \varphi^2 \cdot \left(\frac{a^\#}{t_m \cdot \varphi} + \frac{R_0}{t_m} + \frac{R_0}{t_0} \right)} \quad (4)$$

mit

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

Nach Auflösung von Gleichung (4) wird die Nachweisgrenze nach Gleichung (5)

$$\alpha^{\#} = \frac{a^* \cdot \psi}{\theta} \cdot \left[1 + \sqrt{1 - \frac{\theta}{\psi^2} \cdot \left(1 - \frac{k_{1-\beta}^2}{k_{1-\alpha}^2} \right)} \right] \quad (5)$$

mit den Hilfsgrößen

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

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

berechnet.

Dabei bedeuten:

- $\alpha^{\#}$ Nachweisgrenze der spezifischen 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;
- $k_{1-\beta}$ 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 Excel[®] oder UncertRadio (siehe Abschnitt 7.2) erfolgen. Ein Excel[®]-Tabellenblatt sowie eine Projektdatei zum Programm UncertRadio sind auf der Internetseite dieser Messanleitung abrufbar.

Für die Berechnung der spezifischen Sr-90-Aktivität bezogen auf die Trockenmasse der Probe ist im Verfahren F-Sr-90-Boden-02 ein Rechenbeispiel gegeben. Daher wird hier ein Beispiel bezogen auf die Feuchtmasse einer Weidebewuchsprobe vorgestellt; es werden dabei nachstehende Messwerte verwendet:

R_b	=	$82,94 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$;	t_m	=	$0,17 \cdot 10^6 \text{ s}$;
R_0	=	$5,83 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$;	t_0	=	$0,25 \cdot 10^6 \text{ s}$;
q_1	=	11,1;	q_2	=	5,0;
f_2	=	1,0;	$u_{\text{rel}}(f_2)$	=	0,0;
m_a	=	0,010 kg;	$u_{\text{rel}}(m_a)$	=	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.

7.1 Manuelle Auswertung

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

Nach Gleichung (1) beträgt die spezifische Aktivität von Sr-90:

$$a = \frac{1,000 \cdot 1,615 \text{ Bq} \cdot \text{s}}{0,750 \cdot 0,555 \text{ kg}} \cdot (82,94 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1} - 5,83 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}) \approx 0,299 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)}$$

mit

$$m = m_{\text{FM}} = 0,01 \text{ kg} \cdot 11,1 \cdot 5,0 = 0,555 \text{ kg}$$

Mit den obigen Werten beträgt die relative Standardunsicherheit der spezifischen Aktivität von Sr-90 nach Gleichung (2):

$$\begin{aligned} \frac{u(a)}{a} &= \left[\frac{1}{(82,94 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1} - 5,83 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})^2} \cdot \left(\frac{82,94 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}}{0,17 \cdot 10^6 \text{ s}} + \frac{5,83 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}}{0,25 \cdot 10^6 \text{ s}} \right) + \right. \\ &\quad \left. + 0,04^2 + 0,05^2 \right]^{\frac{1}{2}} \approx \sqrt{168,2 \text{ s}^2 \cdot (4,879 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-2} + 2,332 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-2}) + 0,0041} \approx \\ &\approx 0,065 \end{aligned}$$

Die spezifische Aktivität von Sr-90 bezogen auf die Feuchtmasse der Bewuchsprobe zum Zeitpunkt der Probeentnahme ist für dieses Beispiel:

$$a = (0,299 \pm 0,019) \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)}$$

Für die Berechnung der charakteristischen Grenzen werden die Werte der Quantile $k_{1-\alpha}$ von 3 und $k_{1-\beta}$ von 1,645 verwendet. Für die Erkennungsgrenze a^* wird nach Gleichung (3) folgender Wert erhalten:

$$\begin{aligned} a^* &= 3 \cdot 1,000 \cdot \frac{1,615}{0,750 \cdot 0,555} \cdot \sqrt{0,00583 \cdot \left(\frac{1}{0,17 \cdot 10^6} + \frac{1}{0,25 \cdot 10^6} \right)} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)} \approx \\ &\approx 11,64 \cdot \sqrt{57,61 \cdot 10^{-9}} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)} \approx 2,794 \cdot 10^{-3} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)} \end{aligned}$$

Nach Gleichung (5) beträgt die Nachweisgrenze $a^\#$:

$$a^\# \approx \frac{2,794 \cdot 10^{-3} \cdot 1,011}{0,9889} \cdot \left[1 + \sqrt{1 - \frac{0,9889}{1,011^2} \cdot \left(1 - \frac{1,645^2}{3^2} \right)} \right] \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}(\text{FM}) \approx$$

$$\approx 2,856 \cdot 10^{-3} \cdot \left[1 + \sqrt{0,3235} \right] \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}(\text{FM}) \approx 4,481 \cdot 10^{-3} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}(\text{FM})$$

mit

$$\theta \approx 1 - 2,706 \cdot [0,04^2 + 0,05^2] \approx 0,9889$$

$$\psi \approx 1 + \frac{2,706}{2 \cdot 2,794 \cdot 10^{-3} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}(\text{FM})} \cdot \frac{1,000 \cdot 1,615 \text{ Bq} \cdot \text{s}}{0,750 \cdot 0,555 \text{ kg}} \cdot \frac{1}{0,17 \cdot 10^6 \text{ s}} \approx 1,011$$

7.2 Softwaregestützte Auswertung

7.2.1 Ansicht des Excel®-Tabellenblatts

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

F-Sr-90-FUMI-03

Version Juni 2024

Messanleitungen für die Überwachung radioaktiver Stoffe in der Umwelt und externer Strahlung (ISSN: 1865-8725)

PROBENBEZEICHNUNG:

Wiesenbewuchs

ANALYT: Sr-90

#Anzahl der Eingangsgrößen	8
k.alpha	3
k.beta	1,645
gamma	0,05

Erstellen von Excel-Variablen

Anwender:	Definition Größen / Excel-Variablen
	Eingabe-Werte/Formeln
	Eingabe Werte Eingangsgrößen
Excel-VBA:	#Schlüsselwörter
	Werte aus VBA

DATENEINGABE					UNSIKERHEITSBUDGET		
#Werte der Eingangsgrößen	Einheit	Excel-Variablen	Eingabewerte	abs. StdUns.	partielle Ableitungen	Unsicher.-Budget	Budget in %
p 1 #Bruttimpulsanzahl Nb		Nb	14100	1,187E+02	2,28228E-05	0,00271006	1,960156138
p 2 Nulleffektzählrate	1/s	R0	5,830E-03	1,527E-04	-3,87987987	0,000592492	0,093691015
p 3 Messdauer	s	tm	1,700E+05	0	-1,8929E-06	0	0
p 4 Messdauer Nulleffekt	s	t0	2,500E+05	0	0	0	0
p 5 Feuchtmasse	kg	mFM	0,555	0	-0,53906631	0	0
p 6 aktivitätsbezogener Kalibrierfaktor	Bq*s	phia	1,615	0,0646	0,185252076	0,011967284	38,22293552
p 7 chemische Ausbeute		eta	0,75	0,0375	-0,39890907	0,01495909	59,72321732
p 8 Abklingkorrektionsfaktor		_f2	1	0	0,299182102	0	0
(Liste hier verlängern)							

MODELL			
Abgeleitete Größen		Erg = phi * Rn	(Formeln)
h 1 #Bruttozählrate Rb	1/s	Rb	0,082941176
(Liste hier verlängern)			
#Nettozählrate Rn	1/s	Rn	7,711E-02
#Kalibrierfaktor, verf.-bez.	Bq*s/kg	phi	3,880E+00
#Ergebniswert	Bq/kg	Erg	2,992E-01
#kombin. Stdsicherheit	Bq/kg	uErg	1,936E-02
#Erkennungsgrenze	Bq/kg		2,794E-03
#Nachweisgrenze	Bq/kg		4,481E-03

WEITERE ABGELEITETE GRÖßEN

Hilfsgröße Omega		Omega	1,000E+00
Bester Schätzwert	Bq/kg	BestWert	2,992E-01
Stdsicherheit des b. Schätzwerts	Bq/kg		1,936E-02
u. Grenze d. Überdeckungsintervalls	Bq/kg		2,612E-01
o. Grenze d. Überdeckungsintervalls	Bq/kg		3,371E-01

Rechnen!

Das zugehörige Excel®-Tabellenblatt ist auf der Internetseite dieser Messanleitung verfügbar.

7.2.2 Ansicht der UncertRadio-Resultatseite

Gesamtes Messergebnis für aSr90 :

Wert der Ergebnisgröße: 0,29918	Bq/kg
erweiterte (Std.-)Unsicherheit: 1,93565E-02	Bq/kg
relative erw.(Std.-)Unsicherheit: 6,4699	%
Beste Schätzwerte nach Bayes: <input type="checkbox"/> min. Überdeck.-Intervall	
Wert der Ergebnisgröße: 0,29918	Bq/kg
erweiterte (Std.-)Unsicherheit: 1,93565E-02	Bq/kg
untere Bereichsgrenze: 0,26124	Bq/kg
obere Bereichsgrenze: 0,33712	Bq/kg

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

Erkennungs- und Nachweisgrenze für aSr90 :

Erkennungsgrenze (EKG): 2,7939E-03	Bq/kg Iterationen: 1
Nachweisgrenze (NWG): 4,4808E-03	Bq/kg Iterationen: 4

k_alpha=3,000, k_beta=1,645 Methode: ISO 11929:2019, iterativ

Monte Carlo Simulation:

Anzahl der simul. Messungen: 100000	<input type="checkbox"/> min. Überdeck.-Intervall
Anzahl der Runs: 1	
primärer Messwert: 0,29991	relSD%: Bq/kg 0,021
Unsichh. primärer Messwert: 1,94960E-02	Bq/kg 0,224
Wert der Ergebnisgröße: 0,29991	Bq/kg 0,021
erweiterte Unsicherheit: 1,94960E-02	Bq/kg 0,224
relative erw.(Std.-)Unsicherheit: 6,5007	%
untere Bereichsgrenze: 0,26380	Bq/kg 0,062
obere Bereichsgrenze: 0,34029	Bq/kg 0,048
Erkennungsgrenze (EKG): 2,82053E-03	Bq/kg 0,873
Nachweisgrenze (NWG): 4,47835E-03	Bq/kg 0,571
aktiver Run: 1	IT: 10

Start MC

Die zugehörige UncertRadio-Projektdatei ist auf der Internetseite dieser Messanleitung verfügbar.

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 Ba²⁺ pro ml Lösung;
0,356 g Bariumchloriddihydrat (BaCl₂ · 2 H₂O) 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 das Verfahren wird folgende Ausstattung benötigt:

- Schneidemühle mit Sieben für Teilchengröße kleiner 2 mm oder 1 mm und Probenabsaugung sowie Zentrifugalmühle mit einem Sieb für Teilchengröße weniger als 1 mm;
- 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 (z. B. Fa. Haldenwanger);
- Veraschungsofen mit Luftzutrittsventilen oder -schlitzen und katalytischer Abgasreinigung, z. B. Kammerofen Typ N150 der Fa. Nabertherm;
- optional – Mikrowellengerät mit 250-ml-Druckbehältern, z. B. Fa. MLS;
- feine quantitative Papierfilter mit einem Porendurchmesser kleiner als $2 \mu\text{m}$, (z. B. Blaubandfilter, Sorte 589/3) oder Filter aus Cellulosenitrat 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] *Allgemeine Verwaltungsvorschrift zum integrierten Mess- und Informationssystem zur Überwachung der Radioaktivität in der Umwelt (IMIS) nach dem Strahlenschutzvorsorgegesetz (AVV-IMIS)*. Bundesanzeiger, 2006, Nr. 244a vom 13.12.2006, S. 4-80.
- [2] *Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung kerntechnischer Anlagen (REI)*. Gemeinsames Ministerialblatt, 2024, Nr. 6-9, S. 102.
- [3] Normenreihe DIN EN ISO 11929:2021-11, *Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Überdeckungsintervalls) bei Messungen ionisierender Strahlung – Grundlagen und Anwendungen (Teile 1 - 3)*.

- [4] Kanisch, G., Aust, M.-O., Bruchertseifer, F., Dalheimer, A., Heckel, A., Hofmann, S., et al.: *Bestimmung der charakteristischen Grenzen bei der Aktivitätsbestimmung radioaktiver Stoffe – Teil 1: Grundlagen*. Version Mai 2022. In: Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz, nukleare Sicherheit und Verbraucherschutz, (Hrsg.): Messanleitungen für die Überwachung radioaktiver Stoffe in der Umwelt und externer Strahlung. ISSN 1865-8725. Verfügbar unter: <https://www.bmu.de/WS1517>. [Letzter Zugriff am 27.10.2023].