

**Verfahren zur gammaspektrometrischen
Bestimmung von Radionukliden
in Proben von Futtermitteln
bei höheren Kontaminationen**

F- γ -SPEKT-FUMI-02

Bearbeiter:
A. Wiechen

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

2 Verfahren zur gammaspektrometrischen Bestimmung von Radionukliden in Proben von Futtermitteln bei höheren Kontaminationen

1 Anwendbarkeit

Das nachstehend beschriebene Verfahren ist dann einzusetzen, wenn die Deposition höherer Aktivitäten nach Kernwaffenversuchen oder nach Unfällen in kerntechnischen Anlagen eine hohe Kontamination der Futtermittel zur Folge haben kann. Die gamma-spektrometrischen Messungen sollen dazu dienen, schnell einen Überblick über Art, Höhe und Ausmaß der Kontamination insbesondere der Futtermittel zu gewinnen, die oberirdisch wachsen und sich in einem Wachstumsstadium befinden, in dem sie im allgemeinen alsbald verfüttert oder zu Lagerfuttermitteln verarbeitet werden.

Gegenüber dem Verfahren F- γ -SPEKT-FUMI-01 wird eine Reihe von Vereinfachungen bei der Probeentnahme, der Probenvorbereitung und Messung bzw. Auswertung eingeführt, um einen hohen Probendurchsatz zu gewährleisten. Dabei wird ein höherer Fehler bewußt in Kauf genommen.

2 Probeentnahme

Bei der Probeentnahme und weiteren Probenbehandlung sind bei erhöhten Aktivitätskonzentrationen besondere Vorsichtsmaßnahmen zu ergreifen, damit keine Aktivitäten verschleppt und Laboratorien und Meßgeräte kontaminiert werden.

Beim Schneiden oder Abrupfen der Proben sollen generell Wegwerfhandschuhe getragen werden. Eine Kontamination der Außenflächen der Probenbeutel muß nach Möglichkeit vermieden werden. Im übrigen kann man sich bezüglich der Probeentnahme weitgehend an den entsprechenden Vorschriften des Verfahrens F- γ -SPEKT-FUMI-01 orientieren.

2.1 Weide- und Wiesenbewuchs (Klee, Luzerne, Grüngetreide)

Die ausgewählte Probeentnahmefläche muß 0,1 bis 1,0 ha groß sein. Zweckmäßigerweise werden an mehreren Stellen Flächen von 70×70 cm (= $0,5 \text{ m}^2$) dicht über dem Boden abgeschnitten (Grasschere o. ä.), zu einer Mischprobe von 5 bis 10 kg vereinigt und in einen Plastiksack verpackt. Verunreinigungen mit Boden und Wurzeln sind zu vermeiden.

2.2 Mais (ganze Pflanzen)

Auf einer Anbaufläche von 0,1 bis 1 ha wird an 5 gleichmäßig über die Fläche verteilten Stellen jeweils 1 Pflanze etwa 5 cm über dem Boden abgeschnitten. Die Teilproben werden vereinigt, grob zerkleinert und in Plastiksäcke verpackt transportiert.

2.3 Futtergetreide

Bei oder nach der Getreideernte werden am Mähdrescher, vom Transportfahrzeug oder vom Lager des Landwirtes 10 Teilproben entnommen und zu einer Mischprobe von 2 kg Gewicht vereinigt.

3 Analytik

3.1 Prinzip der Methode

Das Probenmaterial wird nur grob zerkleinert und in dieser Form gamma-spektrometrisch gemessen.

3.2 Probenvorbereitung

Bei höheren Aktivitäten muß die Probenvorbereitung auf jeden Fall außerhalb des eigentlichen Meßlaboratoriums erfolgen, um Kontaminationen von Geräten, insbesondere der Meßgeräte zu vermeiden. Bei der Probenaufbereitung sind ebenfalls Einweghandschuhe zu tragen.

Eine Kontamination der Außenflächen der Meßgefäße muß unter allen Umständen verhindert werden. Bereits benutzte Meßgefäße dürfen unter diesen Umständen nicht wiederverwendet werden.

3.2.1 Weide- und Wiesenbewuchs (Klee, Luzerne, Grüngetreide)

Das Pflanzenmaterial wird lediglich mit einer Schere oder einem Häcksler in 2 bis 3 cm lange Stücke geschnitten, von Hand gut durchmischt und dann möglichst dicht in eine 1 l-Ringschale oder eine 1 l-Schraubflasche gepreßt.

3.2.2 Mais (ganze Pflanzen)

Die Gesamtmenge der entnommenen Probe wird möglichst kurz gehäckselt, so daß die Pflanzenteile zerfallen, anschließend gründlich von Hand gemischt und dann möglichst dicht in eine 1 l-Ringschale oder eine 1 l-Schraubflasche hineingepreßt.

3.2.3 Futtergetreide

Die entnommenen Gesamtproben werden lediglich gut durchmischt und in Meßgefäße von 1 l Volumen gefüllt.

3.3 Radiochemische Trennung

Eine radiochemische Trennung ist für die gamma-spektrometrische Messung nicht erforderlich.

4 Messung der Aktivität

Zur Gamma-Spektrometrie finden sich grundlegende Ausführungen und Hilfen in den Kapiteln IV.1.1 bis IV.1.3 dieser Meßanleitungen.

Die Messung der Gamma-Spektren erfolgt mit einem Ge-Spektrometer (>15% relative Ansprechwahrscheinlichkeit verglichen mit einem 3" \times 3" NaI(Tl)-Detektor für die 1,33 MeV Linie des Co-60) in 1 l-Ringschalen oder in Schraubflaschen mit einem Inhalt von 1 l.

Die Vorgehensweise bei der quantitativen Kalibrierung der Gammaskpektrometer ist bei Verfahren F- γ -SPEKT-MILCH-01 ausführlich beschrieben.

5 Berechnung der Analyseergebnisse

Für Personal-Computer stehen zur Auswertung von Gamma-Spektren leistungsfähige Programme verschiedener Software-Anbieter zur Verfügung. Es sollten solche Programme bevorzugt werden, die für alle wichtigen Radionuklide neben der Berechnung der spezifischen Aktivität auch die Berechnung der Erkennungs- und Nachweisgrenzen entsprechend Kapitel IV.5 dieser Meßanleitungen vorsehen und die Erkennungsgrenze in den Suchalgorithmen als Kriterium für die Entscheidung benutzen, ob eine Linie vom Untergrund verschieden ist oder nicht.

Für den Fall erhöhter Kontamination ist es außerordentlich wichtig, daß im Laboratorium die Möglichkeit zur vollautomatischen Auswertung von Gamma-Spektren gegeben ist, da in diesem Fall schnell eine große Anzahl von Proben zu bewältigen sein wird. Es sollte von der Möglichkeit der Programmierung sogenannter Macros Gebrauch gemacht werden, die einen automatischen Ablauf der Auswertung bis hin zum Ausdruck der Meßergebnisse ermöglichen und bei vielen Software-Produkten vorgesehen sind.

Meßergebnisse oberhalb der Nachweisgrenzen oder die Nachweisgrenzen sind stets in $\text{Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ TM}$ (Trockenmasse) anzugeben. Da unter den gegebenen Bedingungen in aller Regel keine Wasser- bzw. Trockenmassebestimmungen durchgeführt werden können, erfolgt die Umrechnung auf die Trockenmasse mit folgenden, den Futtermitteltabellen der Deutschen Landwirtschaftsgesellschaft entnommenen Durchschnittswerten:

Tabelle 1: Durchschnittswerte der Trockenmasse zu überwachender Futtermittel in %

Futtermittel	Trockenmasse
<i>Weidebewuchs (Extensivweide)</i>	
1. Aufwuchs, vor Ähren-/Rispschieben	17,0
1. Aufwuchs, im Ähren-/Rispschieben	18,5
1. Aufwuchs, Beginn bis Mitte der Blüte	22,0
1. Aufwuchs, Ende der Blüte	24,0
2. und weitere Aufwüchse, unter 4 Wochen	17,0
2. und weitere Aufwüchse, 4–6 Wochen	20,0
2. und weitere Aufwüchse über 6 Wochen	23,0
<i>Weidebewuchs (Intensiv-/Mähweide)</i>	
1. Aufwuchs, vor Ähren-/Rispschieben	16,0
1. Aufwuchs, im Ähren-/Rispschieben	17,5
1. Aufwuchs, Beginn bis Mitte der Blüte	22,0
1. Aufwuchs, Ende der Blüte	24,0
2. und weitere Aufwüchse, unter 4 Wochen	16,0
2. und weitere Aufwüchse, 4–6 Wochen	18,0
2. und weitere Aufwüchse über 6 Wochen	20,0

Tabelle 1 (Fortsetzung)

Futtermittel	Trockenmasse
<i>Wiesenbewuchs, grasreich</i>	
1. Schnitt, vor Ähren-/Rispschieben	17,0
1. Schnitt, im Ähren-/Rispschieben	18,0
1. Schnitt, Beginn bis Mitte der Blüte	21,0
1. Schnitt, Ende der Blüte	23,0
2. und weitere Schnitte, unter 4 Wochen	18,0
2. und weitere Schnitte, 4–6 Wochen	20,0
2. und weitere Schnitte über 6 Wochen	22,0
<i>Rotklee</i>	
1. Schnitt, vor der Knospe	19,1
1. Schnitt, in der Knospe	20,7
1. Schnitt, Beginn bis Mitte der Blüte	22,0
1. Schnitt, Ende der Blüte	23,5
2. und weitere Schnitte, vor der Knospe	18,7
2. und weitere Schnitte, in der Knospe	20,0
2. und weitere Schnitte, Beginn bis Mitte der Blüte	22,0
<i>Weißklee</i>	
1. Schnitt, vor der Knospe	12,0
1. Schnitt, in der Knospe	13,0
1. Schnitt, Beginn bis Mitte der Blüte	14,0
1. Schnitt, Ende der Blüte	17,0
<i>Luzerne</i>	
1. Schnitt, vor der Knospe	17,6
1. Schnitt, in der Knospe	19,3
1. Schnitt, Beginn bis Mitte der Blüte	21,0
1. Schnitt, Ende der Blüte	24,0
2. und weitere Schnitte, vor der Knospe	20,3
2. und weitere Schnitte, in der Knospe	22,0
2. und weitere Schnitte, Beginn bis Mitte der Blüte	23,0
<i>Grünhafer</i>	
vor Rispschieben	15,0
im Rispschieben	16,4
in der Blüte	21,1
in der Milchreife	26,4
<i>Grünroggen</i>	
vor Ährenschieben	15,7
im Ährenschieben	17,3
in der Blüte	17,9
in der Milchreife	18,9
<i>Mais, ganze Pflanze</i>	
Beginn der Kolbenbildung	16,0
in der Milchreife	22,0
in der Teigreife	27,0
Ende der Teigreife	32,0
<i>Futtergetreide</i>	
Sommergerste	87,0
Wintergerste	88,0
Hafer	88,4
Mais	87,9
Roggen	87,1
Sommerweizen	86,7
Winterweizen	87,6

6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Es gelten die Ausführungen des Kapitel 6 des Verfahrens F- γ -SPEKT-FUMI-01 sinngemäß.

7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

7.1 Chemikalien

Chemikalien werden nicht benötigt, da keine radiochemische Trennungen durchzuführen sind.

7.2 Geräte

Die erforderlichen Geräte sind bei Verfahren F- γ -SPEKT-MILCH-01 und Verfahren F- γ -SPEKT-FUMI-01 aufgelistet.