

# **Verfahren zur gammaspektrometrischen Bestimmung von Radionukliden in Pflanzenproben (Indikatoren)**

F- $\gamma$ -SPEKT-PFLAN-01

Bearbeiter:

A. Wiechen

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

ISSN 1865-8725

Version November 1998

Messanleitungen für die „Überwachung radioaktiver Stoffe in der Umwelt und externer Strahlung“

# **1 Verfahren zur gammaspektrometrischen Bestimmung von Radionukliden in Pflanzenproben (Indikatoren)\***

## **1 Anwendbarkeit**

Die nachstehend beschriebenen Verfahren sind bei der Untersuchung von Pflanzenmaterial (Indikatoren) anzuwenden, das nach dem Strahlenschutzvorsorgegesetz und nach der Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung kerntechnischer Anlagen zu überwachen ist.

## **2 Probeentnahme**

### **2.1 Gras (nicht Futtermittel)**

Von Hindernissen (Gebäuden, Bäumen, u. ä.) sollte die Probeentnahmefläche mindestens einen Abstand von der zweifachen Höhe der Hindernisse aufweisen. Die Probeentnahmefläche soll mindestens 200 m<sup>2</sup> groß und frei von Verunreinigungen sein sowie einen geringen Unkrautanteil aufweisen. Nur in Ausnahmefällen, in denen keine ausreichend großen Flächen zur Verfügung stehen, kann die Flächengröße bis auf 100 m<sup>2</sup> reduziert werden. Dies kann beispielsweise bei kerntechnischen Anlage erforderlich sein, wenn in der Nähe des maximalen Aufpunktes keine größeren Flächen vorhanden sind. Um eine gute Vergleichbarkeit der Meßergebnisse zu garantieren, sollte Grasschnitt vom Monat Mai oder Juni als Probenmaterial verwendet werden.

Zweckmäßigerweise wird an mehreren gleichmäßig über die Gesamtfläche verteilten Stellen das Gras von Flächen mit den Abmessungen von 70 × 70 cm (ca. 0,5 m<sup>2</sup>) nach Auflegen eines Rahmens entsprechender Kantenlänge aus V2A-Stahl- oder Kunststoffprofil etwa 2 cm über dem Boden abgeschnitten (Grasschere o. ä., kein Rasenmäher), zu einer Mischprobe vereinigt und in einem Plastiksack ins Laboratorium gebracht. Beträgt die Probenmenge weniger als 10 kg Frischmasse, so sind weitere Teilflächen zu schneiden. Die genaue Einhaltung der Flächengröße und eine verlustfreie Probeentnahme ist erforderlich, wenn die Meßergebnisse später auf eine Flächeneinheit umgerechnet werden sollen. Grobe Verunreinigungen der Proben mit Boden und Wurzeln sind zu vermeiden.

### **2.2 Blätter, Nadeln**

Für die Probeentnahme werden einzeln stehende Bäume oder kleine Baumgruppen ausgesucht.

---

\* Diese Vorschriften wurden unter Mitwirkung von Herrn Dr. H. Weller, LUFA Speyer und des VDLUFA (Verband der Landwirtschaftlichen Untersuchungs- und Forschungsanstalten), Fachgruppe XI, Arbeitsgruppe «Radioanalytik» erarbeitet.

Die Blätter werden im September oder Oktober vor der herbstlichen Verfärbung von tiefhängenden Zweigen abgestreift. Die Arbeit wird erleichtert, wenn lederne Arbeitshandschuhe benutzt und die Blätter in einen umgehängten Eimer gestreift werden. Blätter des Vorjahres die unter den Bäumen liegen, dürfen nicht entnommen werden. Die Probenmenge sollte etwa 5 kg Feuchtmasse erreichen.

Zur Gewinnung von Nadelproben werden im Oktober vorzugsweise von Fichten die Triebe des gleichen Jahres (Triebspitzen ab der letzten Verzweigung) von tiefhängenden Zweigen mit einer Gartenschere abgeschnitten. Es ist nicht zulässig, Nadeln älterer Jahrgänge etwa aus dem Inneren des Baumes oder gar vom Boden unter den Bäumen zu entnehmen. Die Probenmenge sollte etwa 3 kg Feuchtmasse betragen.

### **3 Analytik**

#### **3.1 Prinzip der Methode**

Das Probenmaterial wird in der Regel bei 105 °C getrocknet, gemahlen und in dieser Form gamma-spektrometrisch gemessen. Für den Fall, daß nur ein Gamma-Spektrometer mit geringer Ansprechwahrscheinlichkeit und/oder relativ hohem Untergrund zur Verfügung steht, kann es erforderlich sein, die Proben bei Temperaturen unterhalb von 400 °C zu veraschen und die Aschen zu messen, um die geforderte Nachweisgrenze zu erreichen.

#### **3.2 Probenvorbereitung**

##### **3.2.1 Gras**

Im allgemeinen werden die Proben bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und in einer Schlagkreuzmühle mit 1 mm-Sieb oder vergleichbarem Gerät zerkleinert und nochmals durch Mischen gut homogenisiert.

##### **3.2.2 Blätter, Nadeln**

Die Aufbereitung der Proben erfolgt im Prinzip wie unter 3.2.1 beschrieben. Die Nadelproben werden vor dem Zerkleinern von den Zweigen befreit. Nach dem Trocknen fallen die Nadeln leicht von den Zweigen ab, so daß diese ausgelesen werden können.

##### **3.2.3 Veraschung**

Sollte im Laboratorium nur ein Halbleiterdetektor mit geringer Ansprechwahrscheinlichkeit und/oder eine Bleiabschirmung mit zu hohem Untergrund zur Verfügung stehen, so daß die geforderten Nachweisgrenzen nur mit einem unverhältnismäßigem Zeitaufwand bei der Messung erreicht werden können, kann eine Veraschung der nach 3.2.1 und 3.2.2 vorbereiteten Proben vorgenommen werden und dann eine Messung der Aschen erfolgen. Nadelproben sollten allerdings von der Veraschung ausgenommen werden, da es leicht zu Verpuffungen und damit zu Unfällen kommen kann!

Zur Veraschung wird das getrocknete und zerkleinerte Probenmaterial in Quarzgutschalen oder ähnlichen Gefäßen bei Ofentemperaturen unterhalb von 400 °C verascht. Die Quarzgutschalen mit dem Probengut werden in den noch kalten Ofen gestellt. Zunächst wird die Luftzufuhr zum Ofen so stark wie möglich gedrosselt, um eine Verschmelzung der

Proben zu erreichen und eine Entzündung zu vermeiden. Erst am Ende des Schwelprozesses werden die Luftschieber des Ofens geöffnet, um so eine möglichst helle Asche zu erhalten. Die Asche wird nach dem Abkühlen unter Zugabe von Porzellan- oder Achatkugeln in einem Taumel- oder 3D-Mischer zerkleinert und homogenisiert.

Um Ablagerungen von Schwelprodukten in Schornsteinen und dadurch mögliche Schornsteinbrände einerseits und Umweltbelastungen durch die Schwelprodukte andererseits zu vermeiden, ist es zu empfehlen, bei der Veraschung größerer Mengen biologischen Materials einen Veraschungsofen mit katalytischer Nachverbrennung einzusetzen. Besonders bewährt haben sich solche Ofenkonstruktionen, bei denen der Veraschungsraum direkt durch einen großen Durchgangsquerschnitt mit der katalytischen Nachverbrennungseinheit mit zusätzlicher Beheizung verbunden ist.

Die Ascheausbeute ist zu ermitteln, damit die Meßergebnisse auf die Trockenmasse (TM) umgerechnet werden können.

### 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 im Fall der Aschemessungen in Schraubdosen mit einem Inhalt von 50 cm<sup>3</sup>.

## 5 Berechnung der Analysenergebnisse

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 (siehe auch Punkt 6) und die Erkennungsgrenze in den Suchalgorithmen als Kriterium für die Entscheidung benutzen, ob eine Linie vom Untergrund verschieden ist oder nicht.

Ergebnisse der spezifischen Aktivität oder deren Nachweisgrenzen sind stets, also auch im Fall von Aschemessungen, in Bq  $\cdot$  kg<sup>-1</sup> TM (Trockenmasse) anzugeben.

## 6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Die Nachweisgrenzen der Gamma-Spektrometrie von Pflanzenproben werden nicht nur von der Ansprechwahrscheinlichkeit des Detektors und den kernphysikalischen Daten der zu messenden Radionuklide, sondern insbesondere vom Radionuklidspektrum der zu

messenden Probe bestimmt. Das Untergrundspektrum der Meßanordnung hat in diesem Fall eine geringere Bedeutung, da Pflanzen insbesondere beträchtliche Mengen an Kalium (K-40) enthalten. Bei ein und derselben Pflanzenart werden Konzentrationschwankungen des K-40 von einem Faktor 2 bis 3 beobachtet. Dementsprechenden Schwankungen unterliegt die Nachweisgrenze für Co-60.

Die Nachweisgrenzen werden nach Kapitel IV.5, Unterkapitel 4.5, Gleichung 4.32 a dieser Meßanleitung berechnet. Für den Fall, daß die Algorithmen des benutzten Auswertprogramms für die Berechnung der Nachweisgrenzen nicht der Gleichung in Kapitel IV.5 entsprechen, sind Korrekturen erforderlich, die evtl. nachträglich vorgenommen werden müssen. Beispiele für die Berechnung der Nachweisgrenzen bei der Gamma-Spektrometrie finden sich ebenfalls in Kapitel IV.5, Unterkapitel 6.4 und 6.5. Im vorliegenden Fall kann diesen Beispielen analog verfahren werden.

Als Anhaltspunkt für die erreichbare Nachweisgrenze, die ohne besonderen Aufwand zu realisieren ist, mag ein Wert für Co-60 von  $0,46 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ TM}$  gelten, der für eine getrocknete und gemahlene Grasprobe (400 g getrocknetes Pflanzenmaterial in einer 1 l-Ringschale, Detektor: 25 % relativer Ansprechwahrscheinlichkeit, Meßzeit: 12 Stunden) erhalten wurde.

## **7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte**

### **7.1 Chemikalien**

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

### **7.2 Geräte**

Die erforderlichen Geräte sind bei Verfahren F- $\gamma$ -SPEKT-MILCH-01 aufgelistet. Zur Probenvorbereitung werden zusätzlich ein Großtrockenschrank (Umlufttrockenschrank) und eine Schlagkreuzmühle benötigt.