

**Verfahren zur Bestimmung  
von Strontium-90  
in Futtermittel- und Bewuchsproben  
(Salpetersäuremethode)**

F-Sr-90-FUMI-01

Bearbeiter:

A. Wiechen

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

# 3 Verfahren zur Bestimmung von Strontium-90 in Futtermittel- und Bewuchsproben (Salpetersäuremethode)

## 1 Anwendbarkeit

Das nachstehend beschriebene Verfahren kann bei der Untersuchung aller Futtermittel- bzw. Bewuchsproben eingesetzt werden, die nach dem Strahlenschutzvorsorgegesetz und der Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung kerntechnischer Anlagen im Routinefall zu überwachen sind. Die Methode hat sich über Jahrzehnte bewährt und ist daher als Referenzverfahren für neuere Entwicklungen anzusehen.

## 2 Probeentnahme

Die Probeentnahme ist bei Verfahren F- $\gamma$ -SPEKT-FUMI-01 ausführlich beschrieben.

## 3 Analytik

### 3.1 Prinzip der Methode

Die Futtermittel- bzw. Bewuchsproben werden verascht, aus der Asche das Sr-90 abgetrennt und schließlich die Aktivität der Tochter, des Y-90 mit einem Antikoinzidenzmeßplatz gemessen.

### 3.2 Probenvorbereitung

Die Probenvorbereitung bis zur Herstellung der Asche ist bei Verfahren F- $\gamma$ -SPEKT-FUMI-01 beschrieben.

### 3.3 Radiochemische Trennung

**3.3.1** 10 g Asche werden in ein 400 ml-Becherglas eingewogen, mit 10 ml Strontium-Trägerlösung, 1 ml Barium-Trägerlösung und 5 ml Sr-85-Lösung versetzt. (Für die Bestimmung der Strontium-Ausbeute werden gleichzeitig 2 Standards hergestellt. Dazu pipettiert man je 5 ml derselben Sr-85-Lösung in eine 100 ml-Polyethylenflasche und gibt 10 ml Strontium-Trägerlösung und 10 ml dest. Wasser hinzu.) Anschließend wird die Asche unter Erhitzen bis zum Sieden in 150 ml dest. Wasser und 50 ml konz. Salzsäure ( $12 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) gelöst.

**3.3.2** Man filtriert durch einen Faltenfilter in ein 1 l-Becherglas und wäscht den Rückstand mehrmals mit dest. Wasser aus.

**3.3.3** Das Faltenfilter mit dem Rückstand wird in einen Platintiegel gegeben, getrocknet und verascht. Zur Asche gibt man etwa die gleiche Menge eines Gemisches von

$K_2CO_3$  und  $Na_2CO_3$  (1 : 1) und erhitzt über einem Gebläsebrenner, bis die Schmelze klar ist. Der erkaltete Tiegel mit der erstarrten Schmelze wird in einem 400 ml-Becherglas mit dest. Wasser bedeckt und zum Sieden erhitzt, bis sich die Schmelze herausgelöst hat. Der Carbonatniederschlag wird abfiltriert, gewaschen und das Filtrat verworfen. Den Niederschlag auf dem Filter löst man durch Auftropfen von verd. Salzsäure ( $6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) und vereinigt das Filtrat mit dem unter 3.3.2 erhaltenen im 1 l-Becherglas.

**3.3.4** Dem Gesamtfiltrat werden 25 ml 25%ige Ammoniumacetatlösung und 30 g Oxalsäure zugefügt. Nachdem die feste Säure durch Erhitzen gelöst worden ist, wird der pH-Wert auf 4 eingestellt. Man füllt mit dest. Wasser auf etwa 900 ml auf und erwärmt 2 Stunden im Wasserbad (Alternative: Über Nacht stehen lassen bei Raumtemperatur), so daß sich der Oxalatniederschlag absetzt.

**3.3.5** Die überstehende Lösung wird durch vorsichtiges Absaugen weitgehend entfernt. Den Niederschlag überführt man in ein 250 ml-Zentrifugenglas und zentrifugiert ihn ab. Nach dem Dekantieren wird der Niederschlag mit 200 ml dest. Wasser aufgerührt und wieder abzentrifugiert. Der Überstand wird verworfen.

**3.3.6** Den Oxalatniederschlag überführt man mit wenig dest. Wasser in eine Platinschale, trocknet ihn unter einem Infrarotstrahler, erhitzt auf  $400^\circ\text{C}$  und glüht schließlich bei  $700^\circ\text{C}$  2 Stunden. Danach läßt man abkühlen.

**3.3.7** Der Glührückstand wird mit dest. Wasser durchfeuchtet und in 2–3,5 ml konz. Salpetersäure ( $14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) gelöst. Die Lösung erhitzt man, um Kohlendioxid völlig auszutreiben. Dann wird in einem 400 ml-Becherglas auf 200 ml verdünnt und carbonatfreie Ammoniaklösung ( $6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) hinzugefügt, um Eisen und Aluminium zu fällen. Der Niederschlag wird sofort durch einen Faltenfilter abfiltriert und verworfen. Das Filtrat fängt man in einem 250 ml-Zentrifugenglas auf, setzt festes Ammoniumcarbammat hinzu, erwärmt und zentrifugiert den Niederschlag ab.

**3.3.8** Die weiteren Schritte der radiochemischen Trennung sind mit denjenigen nach Verfahren F-Sr-90-MILCH-01 (Abschnitt 3.3, Punkt 3.3.3, folgende) identisch.

## 4 Messung der Aktivität

Die Messung der Aktivität erfolgt wie unter Verfahren F-Sr-90-MILCH-01 beschrieben.

## 5 Berechnung der Analysenergebnisse

Die Berechnung der Analysenergebnisse erfolgt analog zu Verfahren F-Sr-90-MILCH-01. In die Formeln für die Berechnung von  $c$  und  $s_c$  ist an Stelle von  $Q_M$  der Ascheanteil  $Q_B$  in  $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$  Trockenmasse der Futtermittel- bzw. Bewuchsprobe einzusetzen. Die spezifische Aktivität erhält damit die Dimension  $\text{Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$  Trockenmasse und ist stets in dieser Dimension anzugeben.

## 6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Bezüglich der Nachweisgrenze gelten die Hinweise, die bei Verfahren F-Sr-90-MILCH-01 gegeben werden analog. Auch hier ist in der Formel für die Berechnung von  $g(t_A)$  die Größe  $Q_M$  durch  $Q_B$  zu ersetzen.

Als Anhaltspunkt für die erreichbare Nachweisgrenze mag ein Wert von  $0,1 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$  TM gelten, der für eine Grasprobe (Einsatz von 10 g Asche, Ascheausbeute  $81,5 \text{ g} \cdot \text{kg}^{-1}$  TM, Meßzeit 360 Minuten) erhalten wurde.

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

### **7.1 Chemikalien**

Die erforderlichen Chemikalien sind unter Verfahren F-Sr-90-MILCH-01 aufgeführt.

### **7.2 Geräte**

Die erforderlichen Geräte für die Probenvorbereitung sind unter Verfahren F- $\gamma$ -SPEKT-FUMI-01, diejenigen für die Analytik und Messung unter Verfahren F-Sr-90-MILCH-01 aufgeführt.