

# **Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Aktivität von Blei-210 in Futtermitteln**

K-Pb-210-FUMI-01

Bearbeiter:

M. Hartmann  
U.-K. Schkade

Leitstelle für Fragen der Radioaktivitätsüberwachung  
bei erhöhter natürlicher Radioaktivität (ENORM)

# Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Aktivität von Blei-210 in Futtermitteln

## 1 Anwendbarkeit

Das beschriebene Verfahren dient der Bestimmung von Pb-210 in Futtermitteln. Mit diesem Verfahren können spezifische Aktivitäten für Pb-210 von mehr als  $0,05 \text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$  Feuchtmasse (FM) erfasst werden. Damit erfüllt das Verfahren die Anforderungen der Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung bei bergbaulichen Tätigkeiten (REI Bergbau).

## 2 Probeentnahme

Zur Probeentnahme wird auf das Verfahren F- $\gamma$ -SPEKT-FUMI-01, insbesondere auf den Abschnitt 2.1 bis 2.5 verwiesen.

## 3 Analyse

### 3.1 Prinzip der Methode

Zum Prinzip der Methode wird auf das Verfahren K-Pb-210-LEBM-01 verwiesen.

### 3.2 Probenvorbereitung

Die je nach Erfordernis grob zerkleinerten Proben werden gewogen (FM), auf Blechen ausgebreitet und im Umlufttrockenschrank bei  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Die Trockenmasse (TM) wird bestimmt. Das Probengut wird bei  $400 \text{ }^\circ\text{C}$  etwa 24 Stunden trocken verascht. Anschließend wird der Rückstand zerkleinert und nochmals ca. 24 Stunden verascht. Die Aschemasse (AM) wird bestimmt.

Wird neben der Bestimmung der spezifischen Aktivität von Pb-210 auch Po-210 gefordert, so darf das Probenmaterial wegen der Flüchtigkeit von Polonium oberhalb einer Temperatur von  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  nicht verascht werden. In diesem Fall wird das Probengut in einer Scheibenschwingmühle auf eine Korngröße kleiner  $200 \text{ }\mu\text{m}$  gemahlen und feucht aufgeschlossen.

Darüber hinaus sind die im Verfahren F- $\gamma$ -SPEKT-FUMI-01 gegebenen Hinweise zur Probenvorbereitung zu beachten.

### 3.3 Radiochemische Trennung

Zur radiochemischen Trennung wird auf das Verfahren K-Pb-210-LEBM-01 verwiesen.

## 4 Messung der Aktivität

### 4.1 Allgemeines

Der Nachweis von Pb-210 beruht auf der elektrochemischen Abscheidung seines kurzlebigen Tochternuklids Bi-210 auf Nickel und anschließender Messung seiner Betastrahlung mit einer Maximalenergie von 1161 keV.

Grundsätzlich werden neben Bismut auch alle diejenigen Elemente bzw. deren Isotope abgeschieden, die edler als Bismut sind. Da einige der abgeschiedenen Radionuklide sowie deren Tochternuklide die Messung stören können, wird das Messpräparat zur Unterdrückung der störenden Radionuklide mit Aluminiumfolie abgedeckt. Dabei wird die flächenbezogene Masse der Aluminiumfolie so gewählt, dass die niederenergetische Betastrahlung und die Alphastrahlung bis etwa 5,5 MeV durch diese Folie absorbiert wird, die Schwächung der Betastrahlung des Bi-210 hingegen nur gering ist.

Als störende Radionuklide treten Bi-214, Bi-212 und deren Tochternuklide Po-212, Po-214 und Tl-208 sowie das vergleichsweise langlebige Po-210 auf.

Erstere sind kurzlebig, so dass sie nach einer Abklingzeit von einigen Stunden bis zur Messung soweit zerfallen sind, dass sie die Messung nicht mehr stören. Letzteres wird durch die oben genannte Aluminiumfolie unterdrückt, deren flächenbezogene Masse  $7 \text{ mg}\cdot\text{cm}^{-2}$  beträgt.

Nach einer Wartezeit von mindestens 5 Stunden wird die Betaaktivität der mit einer Aluminium-Folie abgedeckten Nickelscheibe in einer Low-Level-Antikoinzidenzmess-einrichtung gemessen (Zeitpunkt  $t_2$  wird nach der halben Messzeit ermittelt!).

Größere Mengen von Bismut (einige zehn Milligramm) und der Elemente, die neben Bismut ebenfalls abgeschieden werden, stören bei der elektrochemischen Abscheidung und führen zu niedrigen Ausbeuten. Dies ist insbesondere zu beachten, wenn Ausbeuten mit Hilfe von Pb-210/Bi-210-Tracer-Lösungen bestimmt werden sollen (siehe Punkt 5), da die kommerziell angebotenen Aktivitätsnormale zum Teil erhebliche Mengen der entsprechenden Elemente als Träger enthalten.

### 4.2 Kalibrierung

Zur Bestimmung der Nachweiswahrscheinlichkeit wird auf das Verfahren K-Pb-210-LEBM-01 verwiesen.

## 5 Berechnung der Analysenergebnisse

Zur Berechnung der Analysenergebnisse wird auf das Verfahren K-Pb-210-LEBM-01 verwiesen.

## 6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Zur Berechnung der Nachweisgrenze wird auf das Verfahren K-Pb-210-LEBM-01 verwiesen.

## 7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

### 7.1 Chemikalien

Die verwendeten Chemikalien sollten analysenrein sein.

- Ascorbinsäure,  $C_6H_8O_6$ : fest;
- Fluorwasserstoffsäure, HF:  $22,6 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ;
- Perchlorsäure,  $HClO_4$ :  $12 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ;
- Salpetersäure,  $HNO_3$ :  $14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ;
- Salzsäure, HCl:  $12 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ .

### 7.2 Geräte

- Druckaufschlussgerät;
- Low-Level-Antikoinzidenzmesseinrichtung;
- Nickelscheiben zur Abscheidung;
- Haltevorrichtung für Nickelscheiben aus PTFE (z. B. Teflon<sup>®</sup>);
- Thermostat;
- Trockenschrank;
- Veraschungssofen;
- Scheibenschwingmühle;
- Aluminium-Folie (etwa  $7 \text{ mg}\cdot\text{cm}^{-2}$ );
- Analysenwaage;
- Laborgrundausrüstung.