

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

E-Sr-90-LEBM-03

Bearbeiter:

D. Tait

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

# Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Aktivität von Strontium-90 in Lebensmitteln 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 Lebensmitteln nach dem Strahlenschutzgesetz (StrlSchG) [1] und der Richtlinie zur Erfassung der Emissionen und Immissionen kerntechnischer Anlagen (REI) [2] geeignet. Mit diesem Verfahren können die in der Allgemeinen Verwaltungsvorschrift zum Integrierten Mess- und Informationssystem zur Überwachung der Radioaktivität in der Umwelt nach dem Strahlenschutzvorsorgegesetz (AVV-IMIS) [3] geforderten Nachweisgrenzen erreicht werden.

## 2 Probeentnahme

Zur Probeentnahme von Lebensmitteln wird auf das Verfahren E- $\gamma$ -SPEKT-LEBM-01 verwiesen.

## 3 Analyse

### 3.1 Prinzip des Verfahrens

Das Prinzip dieses Verfahrens ist im Verfahren F-Sr-90-BODEN-02 beschrieben.

### 3.2 Probenvorbereitung

Zur Probenvorbereitung wird auf das Verfahren E- $\gamma$ -SPEKT-LEBM-01 verwiesen. Diese Vorschrift sieht die Trockenveraschung der feuchten Proben bei 400 °C vor. Die Qualität der so gewonnenen Aschen ist in den meisten Fällen für die Sr-90-Analytik nicht ausreichend. Bei Routineproben ist es zudem oft vorteilhaft die erforderlichen großen Probemengen durch Trocknung zu verkleinern und die getrocknete Probe bis zur späteren Veraschung aufzubewahren. Die Trocknung kann in einem Umlufttrockenschrank bei 105 °C (z. B. bei Blattgemüseproben) oder in einer Gefriertrocknungsanlage (z. B. Gesamtnahrung, Fleisch, Eier) durchgeführt werden. Da die Qualität der Asche für die Extraktion des Strontiums und die chemische Ausbeute entscheidend ist, werden die vom obigen Verfahren abweichenden Angaben zur Vorbereitung und Durchführung der Veraschung im Folgenden detailliert beschrieben.

— Alle luftgetrockneten Proben werden grundsätzlich vor der Veraschung auf eine Teilchengröße kleiner als 1 mm gemahlen.

**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.

- Gefriergetrocknete Proben – insbesondere stark fetthaltige, schwer zu mahlende Proben wie Gesamtnahrung – werden zu einem feinkörnigen Schüttgut homogenisiert, das abhängig vom Fettgehalt leicht verklumpen kann.

**Anmerkung:**

Für das Homogenisieren von fetthaltigen, gefriergetrockneten Proben haben sich sogenannte Emulgatormixer, die in professionellen Küchen benutzt werden, bewährt. Die gefriergetrocknete Probe wird bei ca. 20 °C in die Schüssel (Fassungsvermögen 3,5 Liter) des Gerätes gestellt und bei zunehmender Umdrehungszahl im Bereich 300 Umdrehungen pro Minute bis 3000 Umdrehungen pro Minute für maximal eine Minute homogenisiert.

- Die Veraschung erfolgt bei diesem Verfahren mit einem Temperaturprogramm bis zu 600 °C.

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 vorbereitete Probenmaterial bis zu einer Füllhöhe von maximal 10 mm in einer Schale aus Quarz oder Quarzglas verteilt.

In der Leitstelle hat sich ein Veraschungsofen (siehe Abschnitt 8.2) unter Verwendung des folgenden Temperaturprogramms für Probenmassen bis 1,6 kg Trockenmasse bewährt:

- innerhalb von 2 Stunden linear auf eine Temperatur von 250 °C beim geschlossenen Luftzutrittsventil des Ofens aufheizen;
- die Temperatur von 250 °C 2 Stunden halten;
- innerhalb von 3 Stunden linear auf eine Temperatur von 400 °C erhöhen;
- die Temperatur von 400 °C 2 Stunden halten (der Hauptanteil des organischen Materials ist dann entfernt und das Luftzutrittsventil kann geöffnet werden);
- innerhalb von 4 Stunden linear auf eine Temperatur von 600 °C aufheizen;
- die Temperatur von 600 °C 10 Stunden halten.

Sind in der Asche kleine braune oder schwarze Teilchen zu erkennen, ist die Veraschung zu wiederholen, um Probleme bei der radiochemischen Trennung zu umgehen. Aschen von auf mehrere Schalen verteilten Proben werden nach der Veraschung vereinigt und homogenisiert.

Die Aschen werden bei etwa 100 °C aus dem Ofen genommen, sofort bearbeitet oder im Exsikkator aufbewahrt, da die Aschen von manchen Lebensmittelproben zum Teil stark hygroskopisch sind. Das kann zum einen dazu führen, dass sich die Asche mit der Oberfläche der Veraschungsschale verbindet; zum anderen kann durch die Aufnahme

von Wasser aus der Luft die Ascheausbeute verfälscht werden. Falls Ascheproben über längere Zeit in Kunststoffbeuteln oder in Flaschen aufbewahrt wurden, muss eine Feuchtigkeitsbestimmung vor der weiteren Nutzung der Asche erfolgen.

### 3.3 Radiochemische Trennung

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

Die meisten Aschen von Lebensmittelproben sind bei einer konventionellen Extraktion des Strontiums mit siedender, verdünnter Salpetersäure bereits nach zwei Minuten nahezu vollständig gelöst. Falls nach der konventionellen Extraktion ein Rückstand bleibt, kann eine anschließende mikrowellenunterstützte Extraktion bei 10 bar erforderlich sein.

Es werden für die Extraktion bis zu 10 g Asche eingesetzt.

#### Anmerkung:

Bei der im Arbeitsschritt 3.3.2.2 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

Die Kalibrierung und die Messung werden gemäß dem Verfahren F-Sr-90-MILCH-04 durchgeführt.

## 5 Berechnung der Analysenergebnisse

### 5.1 Gleichungen zur Berechnung

#### 5.1.1 Ergebnisgröße

Die Berechnung der spezifischen Aktivität von Sr-90 erfolgt nach Gleichung (1).

$$a = f_2 \cdot \frac{\varphi_A}{\eta_{\text{Sr}} \cdot m_{\text{FM}}} \cdot R_n = e^{\lambda_{\text{Sr-90}} \cdot t_A} \cdot \frac{\varphi_A}{\eta_{\text{Sr}} \cdot m_{\text{FM}}} \cdot (R_b - R_0) \quad (1)$$

Dabei bedeuten:

- $a$  spezifische Aktivität des Radionuklids Sr-90, in  $\text{Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$ , bezogen auf die Feuchtmasse;
- $\varphi_A$  aktivitätsbezogener Kalibrierfaktor, in Bq·s;
- $t_A$  Zeitspanne zwischen Probeentnahme und Beginn der Messung, in s;

- $f_2$  Korrektionsfaktor für das Abklingen der Aktivität von Sr-90 für die Zeitspanne zwischen Probeentnahme und Beginn der Messung. Die Korrektion ist nur erforderlich, wenn die Zeitspanne  $t_A$  größer als 0,5 Jahre ist;
- $\lambda_{\text{Sr-90}}$  Zerfallskonstante des Radionuklids Sr-90, in  $\text{s}^{-1}$ ;  

$$\lambda_{\text{Sr-90}} = \frac{\ln 2}{t_{\text{Sr-90}}}$$
mit:  $t_{\text{Sr-90}}$  Halbwertszeit des Radionuklids Sr-90, in s;
- $\eta_{\text{Sr}}$  chemische Ausbeute für Strontium;
- $R_b$  Bruttozählrate, in  $\text{s}^{-1}$ ;
- $R_0$  Nulleffektzählrate, in  $\text{s}^{-1}$ ;
- $R_n$  Nettozählrate des (Sr-90 + Y-90)-Messpräparates, in  $\text{s}^{-1}$ ;
- $m_{\text{FM}}$  Feuchtmasse der eingesetzten Probe, in kg,  

$$m_{\text{FM}} = m_a \cdot q_1 \cdot q_2$$
mit:  $m_a$  Masse der eingesetzten Probenasche, in kg;  
 $q_1$  Verhältnis Trockenmasse zu Aschemasse;  
 $q_2$  Verhältnis Feuchtmasse zu Trockenmasse.

### 5.1.2 Standardunsicherheit der Ergebnisgröße

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

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

Dabei bedeuten:

- $u(a)$  Standardunsicherheit der spezifischen Aktivität  $a$  zum Zeitpunkt der Probeentnahme, in  $\text{Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$ , bezogen auf die Feuchtmasse;
- $u_{\text{rel}}(\varphi_A)$  relative Standardunsicherheit des aktivitätsbezogenen Kalibrierfaktors;
- $u_{\text{rel}}(f_2)$  relative Standardunsicherheit des Korrektionsfaktors für das Abklingen der Aktivität des Radionuklids Sr-90 für die Zeitspanne zwischen Probeentnahme und Beginn der Messung;
- $u_{\text{rel}}(\eta_{\text{Sr}})$  relative Standardunsicherheit der chemischen Ausbeute für Strontium;
- $u_{\text{rel}}(m_{\text{FM}})$  relative Standardunsicherheit der Feuchtmasse der eingesetzten Probe;
- $t_m$  Messdauer, in s;
- $t_0$  Messdauer des Nulleffekts, in s.

Bei der Berechnung der kombinierten relativen Standardunsicherheit der spezifischen Aktivität können im Allgemeinen die Beiträge der relativen Standardunsicherheit des

Korrektionsfaktors  $u_{\text{rel}}(f_2)$  und der Masse der eingesetzten Probe  $u_{\text{rel}}(m_{\text{FM}})$  vernachlässigt werden.

## 5.2 Rechenbeispiel

In den Rechenbeispielen der Abschnitte 5.2 und 6.2 werden die Zwischenergebnisse und das Endergebnis mit vier signifikanten Stellen angegeben. Abweichungen von den im Rechenbeispiel berechneten Werten sind bei der Verwendung einer anderen Anzahl von signifikanten Stellen möglich.

Im Folgenden wird ein Beispiel auf der Basis der Feuchtmasse einer Grünkohlprobe vorgestellt.

$$\begin{array}{llll}
 R_b & = & 0,05755 \text{ s}^{-1}; & t_m & = & 0,17 \cdot 10^6 \text{ s}; \\
 R_0 & = & 0,00583 \text{ s}^{-1}; & t_0 & = & 0,25 \cdot 10^6 \text{ s}; \\
 m_a & = & 0,010 \text{ kg}; & q_1 & = & 10,0; \\
 m_{\text{FM}} & = & 0,588 \text{ kg}; & q_2 & = & 5,88; \\
 \varphi_A & = & 1,615 \text{ Bq}\cdot\text{s}; & u_{\text{rel}}(\varphi_A) & = & 0,04; \\
 \eta_{\text{Sr}} & = & 0,750; & u_{\text{rel}}(\eta_{\text{Sr}}) & = & 0,05; \\
 f_2 & = & 1,000. & & & 
 \end{array}$$

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

$$a = \frac{1,00 \cdot 1,615 \cdot (0,05755 - 0,00583)}{0,750 \cdot 0,588} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}(\text{FM}) = 0,189 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}(\text{FM})$$

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

$$\begin{aligned}
 \frac{u(a)}{a} &= \sqrt{\frac{1}{(0,05755 - 0,00583)^2} \cdot \left( \frac{0,05755}{0,17 \cdot 10^6} + \frac{0,00583}{0,25 \cdot 10^6} \right) + 0,04^2 + 0,05^2} = \\
 &= \sqrt{4,235 \cdot 10^{-3}} = 0,0651
 \end{aligned}$$

Die spezifische Aktivität von Sr-90 in der Grünkohlprobe zum Zeitpunkt der Probeentnahme beträgt für dieses Beispiel:

$$a = (0,189 \pm 0,012) \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}(\text{FM})$$

Die Auswertung kann, wie in Abschnitt 7 dargestellt, softwaregestützt erfolgen.

### 5.3 Unsicherheiten der Analyseergebnisse

Unsicherheitsbeiträge aus der Probeentnahme werden im Rahmen dieser Messanleitungen nicht berücksichtigt, da diese von vielen, oft nicht quantifizierbaren Faktoren abhängen können.

Die kombinierte Standardunsicherheit beinhaltet neben der zählstatistischen auch die systematischen Standardunsicherheiten, z. B. die der Ausbeutebestimmung. Der Mittelwert der spezifischen Aktivität von Dreifachbestimmungen von neun Aliquoten (d. h. insgesamt 27 Bestimmungen) einer Spinatpulverprobe im Rahmen eines IMIS-Ringvergleichs betrug mit dieser Methode  $102 \text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$  mit einer Standardabweichung von  $6,7 \text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$ ; dies liegt in guter Übereinstimmung mit dem Mittelwert des Ringvergleichs (Mittelwert aller Teilnehmer nach Ausreißerbereinigung) von  $103 \text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$  und einer Standardabweichung von  $19 \text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$  [4].

## 6 Charakteristische Grenzen des Verfahrens

Die Berechnung der charakteristischen Grenzen erfolgt nach DIN ISO 11929 [5].

Ein Excel-Tabellenblatt (siehe Abschnitt 7.1) sowie eine Projektdatei zum Programm UncertRadio (siehe Abschnitt 7.2) sind auf der Internetseite dieser Messanleitung abrufbar.

Weiterführende Betrachtungen zu den charakteristischen Grenzen finden sich in den Allgemeinen Kapiteln ERK/NACHWEISGR-ISO-01 und ERK/NACHWEISGR-ISO-02 dieser Messanleitungen.

### 6.1 Gleichungen zur Berechnung

#### 6.1.1 Erkennungsgrenze

Zur Berechnung der Nachweisgrenze des Verfahrens wird zunächst die Erkennungsgrenze  $a^*$  nach Gleichung (3) ermittelt.

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

$k_{1-\alpha}$  ist dabei das Quantil der Standardnormalverteilung zur Wahrscheinlichkeit des Fehlers 1. Art  $\alpha$ .

### 6.1.2 Nachweisgrenze

Damit lässt sich die Nachweisgrenze  $a^\#$  nach der impliziten Gleichung (4) berechnen:

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

mit

$$\varphi = f_2 \cdot \frac{\varphi_A}{\eta_{\text{Sr}} \cdot m_{\text{FM}}}$$

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

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

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

mit den Hilfsgrößen

$$\theta = 1 - k_{1-\beta}^2 \cdot [u_{\text{rel}}^2(f_2) + u_{\text{rel}}^2(\varphi_A) + u_{\text{rel}}^2(\eta_{\text{Sr}}) + u_{\text{rel}}^2(m_{\text{FM}})]$$

$$\psi = 1 + \frac{k_{1-\beta}^2}{2 \cdot a^*} \cdot f_2 \cdot \frac{\varphi_A}{\eta_{\text{Sr}} \cdot m_{\text{FM}}} \cdot \frac{1}{t_m}$$

berechnet.

In den Gleichungen (4) und (5) bedeuten:

$k_{1-\beta}$  Quantil der Standardnormalverteilung zur Wahrscheinlichkeit des Fehlers 2. Art  $\beta$ ;

$\varphi$  verfahrensbezogener Kalibrierfaktor, in  $\text{Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{kg}^{-1}$ ;

$u_{\text{rel}}(\varphi)$  relative Standardunsicherheit des verfahrensbezogenen Kalibrierfaktors.

### 6.1.3 Grenzen des Überdeckungsintervalls

Eine Betrachtung der Grenzen des Überdeckungsintervalls ist nicht erforderlich.



## 6.2 Rechenbeispiel

Mit den Werten aus Abschnitt 5.2 und den Werten für die Quantile der Standardnormalverteilung  $k_{1-\alpha} = 3$  und  $k_{1-\beta} = 1,645$  beträgt die Erkennungsgrenze  $a^*$  gemäß Gleichung (3):

$$\begin{aligned} a^* &= 3 \cdot 1,000 \cdot \frac{1,615}{0,750 \cdot 0,588} \cdot \sqrt{0,00583 \cdot \left( \frac{1}{0,17 \cdot 10^6} + \frac{1}{0,25 \cdot 10^6} \right)} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)} = \\ &= 10,99 \cdot 0,00024 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)} = 0,00264 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)} \end{aligned}$$

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

$$\begin{aligned} a^\# &= \frac{0,00264 \cdot 1,0110}{0,9889} \cdot \left[ 1 + \sqrt{1 - \frac{0,9889}{1,0221} \cdot \left( 1 - \frac{2,706}{9} \right)} \right] \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)} = \\ &= 0,00270 \cdot 1,5687 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)} = 0,00424 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)} \end{aligned}$$

mit:

$$\theta = 1 - 2,706 \cdot (0,0016 + 0,0025) = 1 - 2,706 \cdot 0,0041 = 0,9889$$

$$\begin{aligned} \psi &= 1 + \frac{2,706}{2 \cdot 0,00264} \cdot 1,000 \cdot \frac{1,615}{0,750 \cdot 0,588} \cdot \frac{1}{0,17 \cdot 10^6} = \\ &= 1 + 512,5 \cdot 3,66 \cdot 5,882 \cdot 10^{-6} = 1,0110 \end{aligned}$$

## 7 Softwaregestützte Auswertung

### 7.1 Ansicht des Excel-Tabellenblatts

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

E-Sr-90-LEBM-03

Version Februar 2015 / geprüft Juni 2020

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

PROBENBEZEICHNUNG: Grünkohl

#Anzahl der Parameter p	8
k_alpha	3
k_beta	1,645
gamma	0,05

Erstellen von  
Excel-Variablen

Anwender:	Daten- und Parametereingabe Definition Excel-Variablen Eingabe Excel-Formeln
Excel-VBA:	#Schlüsselwörter Werte aus VBA

Dateneingabe-Block:					Unsicherheits-Budget:		
#Werte der Parameter p	Einheit	Excel-Variable	Eingabewerte	StdAbw	partielle Ableitungen	Unsicherh.- Budget	Budget in %
p 1 #Bruttoimpulsanzahl Nb		Nb	9,7835E+03	9,8912E+01	2,1542E-05	0,002130748	2,975423442
p 2 Zählrate Nulleffekt	1/s	RO	5,8300E-03	1,5271E-04	-3,66213152	0,00055924	0,204965563
p 3 Messdauer	s	tm	1,7000E+05		-1,2397E-06	0	0
p 4 Messdauer Nulleffekt	s	t0	2,5000E+05		0	0	0
p 5 Feuchtmasse	kg	mFM	0,5880	2,5000E-03	-0,32211778	0,000805294	0,425004866
p 6 Kalibrierfaktor	Bq*s	phia	1,6150	6,4600E-02	0,117278912	0,007576218	37,61745314
p 7 chemische Ausbeute		eta	0,7500	3,7500E-02	-0,25254034	0,009470263	58,77715298
p 8 Abklingfaktor		_f2	1,0000	0,0000E+00	0,189405442	0	0
(Liste hier verlängerbar)							
Modell-Block		c = phix * Rn					
Hilfsgleichungen h				(Formeln)			
h 1 #Bruttozählrate Rb	1/s	Rb	5,7550E-02				
(Liste hier verlängerbar)							
#Nettozählrate Rn	1/s	Rn	5,1720E-02				
#Kalibrierfaktor, verf.-bez.	Bq*s/kg	phix	3,6621E+00				
#Ergebniswert	Bq/kg	Erg	1,8941E-01	0,004229798	<-- von VBA modifizierb. Ergebniswert		
#kombin. Stdmessunsicherheit	Bq/kg	uErg	1,2353E-02				
#Erkennungsgrenze	Bq/kg		0,002637058				
#Nachweisgrenze	Bq/kg		0,004229797				
weitere abgeleitete Werte							
Hilfsgröße Omega		Omega	1,0000				
Bester Schätzwert	Bq/kg	BestWert	1,8941E-01				
Unsicherheit des b. Schätzwerts	Bq/kg		1,2353E-02				
u. Grenze d. Vertrauensbereichs	Bq/kg		1,6519E-01				
o. Grenze d. Vertrauensbereichs	Bq/kg		2,1362E-01				

Rechnen!

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

## 7.2 Ansicht der UncertRadio-Resultatseite

UncertRadio: Calculation of uncertainty budget and detection limits - E-Sr-90-LEBM-03\_V2015-02\_geprüft 2020-06.txp

Verfahren Gleichungen Werte, Unsicherheiten Unsicherheitsbudget **Resultate** Text Editor

**Gesamtes Messergebnis für aSr90 :**

Erweiterungsfaktor k:	1,0
Wert der Ergebnisgröße:	0,1894 Bq/kg
erweiterte (Std.-)Unsicherheit:	1,2328E-02 Bq/kg
relative erw.(Std.-)Unsicherheit:	6,509 %
Beste Schätzwerte nach Bayes:	<input type="checkbox"/> min. Coverage-Intervall
Wert der Ergebnisgröße:	0,1894 Bq/kg
erweiterte (Std.-)Unsicherheit:	1,2328E-02 Bq/kg
untere Vertrauensgrenze:	0,1652 Bq/kg
obere Vertrauensgrenze:	0,2136 Bq/kg
Wahrscheinlichkeit (1-gamma):	0,950

**Erkennungs- und Nachweisgrenze für aSr90 :**

Erkennungsgrenze (EKG):	2,6371E-03 Bq/kg	Iterationen:	1
Nachweisgrenze (NWG):	4,2294E-03 Bq/kg	Iterationen:	5
k_alpha=3.000, k_beta=1.645	Methode: ISO 11929:2019, iterativ		

**Monte Carlo Simulation:**

Anzahl der simul. Messungen	100000	<input type="checkbox"/> Werte <0 einbezogen
Anzahl der Runs:	1	<input type="checkbox"/> min. Coverage-Intervall
relSD%:		
Wert der Ergebnisgröße:	0,1899 Bq/kg	0,021
erweiterte Unsicherheit:	1,2408E-02 Bq/kg	0,224
relative erw.(Std.-)Unsicherheit:	6,534 %	
untere Vertrauensgrenze:	0,1669 Bq/kg	0,063
obere Vertrauensgrenze:	0,2156 Bq/kg	0,049
Erkennungsgrenze (EKG):	2,6358E-03 Bq/kg	0,873
Nachweisgrenze (NWG):	4,1995E-03 Bq/kg	0,570
aktiver Run:	1	IT: 10

**LinFit: Standardunsicherheit des Fitparameters ai:**

aus LS-Analyse:	
aus Unsicherheitsfortpflanzung:	
reduziertes Chi-Quadrat:	

Projekt: ur Bearbeitung\E-Sr-90-LEBM-03\_V2015-02\_geprüft 2020-06.txp Fertig!

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

## 8 Verzeichnis der Chemikalien und Geräte

### 8.1 Chemikalien

Die verwendeten Chemikalien sollten analysenrein sein.

- Ammoniumcarbamat;
- Dicyclohexyl-18-Krone-6 in Chloroform: 0,05 mol·l<sup>-1</sup>;
- Natriumacetat-Essigsäure-Lösung: 0,05 mol·l<sup>-1</sup> Natriumacetat in 0,05 mol·l<sup>-1</sup> Essigsäure;
- Natriumdichromatlösung, Na<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>: 1,31 mol·l<sup>-1</sup>;
- Natriumhydroxidlösung, NaOH: 3 mol·l<sup>-1</sup>, 10 mol·l<sup>-1</sup>;
- Salpetersäure, HNO<sub>3</sub>: 6 mol·l<sup>-1</sup>.

## Trägerlösungen

- Bariumträgerlösung: 2 mg Ba<sup>2+</sup> pro ml Lösung:  
0,356 g Bariumchloriddihydrat (BaCl<sub>2</sub> · 2 H<sub>2</sub>O) in entionisiertem Wasser lösen, 1 ml Salzsäure (3 mol·l<sup>-1</sup>) zugeben, dann auf 100 ml mit entionisiertem Wasser auffüllen.
- Strontiumträgerlösung: 20 mg Sr<sup>2+</sup> pro ml Lösung:  
6,086 g Strontiumchloridhexahydrat (SrCl<sub>2</sub> · 6 H<sub>2</sub>O) in entionisiertem Wasser lösen, 1 ml Salzsäure (3 mol·l<sup>-1</sup>) zugeben, dann auf 100 ml mit entionisiertem Wasser auffüllen;
- Yttriumträgerlösung: 20 mg Y<sup>3+</sup> pro ml Lösung:  
6,83 g Yttriumchloridhexahydrat (YCl<sub>3</sub> · 6 H<sub>2</sub>O) in entionisiertem Wasser lösen, 1 ml Salzsäure (3 mol·l<sup>-1</sup>) 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;
- Küchen-Emulgator-Mixer mit Edelstahlschüssel mit einem Fassungsvermögen von 3,5 Liter und mit geregelter Drehzahlmesser für Drehzahlen im Bereich 300 Umdrehungen pro Minute bis 3000 Umdrehungen pro Minute (z. B. Blixer 5 V.V. der Fa. Robot-Coup);
- 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;
- Kammerofen mit katalytischer Abgasreinigung, z. B. Typ N150 der Fa. Nabertherm, modifiziert mit Luftzutrittsventilen und -verteilungsschlitzen für eine gleichmäßige Veraschung der Proben in der Kammer;
- optional: Mikrowellengerät mit 250 ml-Druckbehältern, z. B. Fa. MLS;
- feine, quantitative Papierfilter mit einem Porendurchmesser kleiner als 2 µm, oder Filter aus Zellulosenitrat mit einem Porendurchmesser von 0,45 µm;
- Low-level-Beta-Proportionalzählrohr mit Antikoinzidenzeinheit (Nulleffektzählrate kleiner als 0,008 s<sup>-1</sup>);
- Laborzentrifuge.

## Literatur

- [1] Gesetz zum Schutz vor der schädlichen Wirkung ionisierender Strahlung (Strahlenschutzgesetz - StrlSchG) vom 27. Juni 2017. BGBl. I, 2017, Nr. 42, S. 1966.
- [2] Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung kerntechnischer Anlagen (REI) vom 7. Dezember 2005. GMBI. 2006, Nr. 14-17, S. 254.
- [3] Allgemeine Verwaltungsvorschrift zum Integrierten Mess- und Informationssystem zur Überwachung der Radioaktivität in der Umwelt nach dem Strahlenschutzvorsorgegesetz (AVV-IMIS) vom 13. Dezember 2006. BAnz. 2006, Nr. 244a.
- [4] Roos, N., Tait, D.: *Vergleichsprüfung mit Spinatpulver als Probenart für umweltrelevante Radionuklide*. In: Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz, Reaktorsicherheit und Bau und der Universität Bremen, Institut für Umweltphysik, ed.: Schriftenreihe Fachgespräche zur Überwachung der Umweltradioaktivität, Daten-Modelle-Information: Tagungsband des 15. Fachgesprächs zur Überwachung der Umweltradioaktivität, Bremen 05. bis 07.03.2013 [online]. Bonn: Januar 2014, S. 258–267. ISSN 1869-585X. Verfügbar unter:  
[https://www.bmu.de/fileadmin/Daten\\_BMU/Download\\_PDF/Strahlenschutz/umweltradioaktivitaet\\_tagungsband\\_15\\_fachgespraech\\_bf.pdf](https://www.bmu.de/fileadmin/Daten_BMU/Download_PDF/Strahlenschutz/umweltradioaktivitaet_tagungsband_15_fachgespraech_bf.pdf)  
[letzter Zugriff am 26.05.2020].
- [5] DIN ISO 11929-1:2020 *Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Überdeckungsintervalls) bei Messungen ionisierender Strahlung – Grundlagen und Anwendungen – Teil 1: Elementare Anwendungen*.