

**Verfahren zur gammaspektrometrischen  
Bestimmung von Radionukliden  
in Lebensmitteln  
bei höheren Kontaminationen**

E- $\gamma$ -SPEKT-LEBM-02

Bearbeiter:

O. Frindik  
M. Heilgeist  
W. Kalus  
R. Schelenz

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

ISSN 1865-8725

Version September 1992

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

## **2 Verfahren zur gammmaspektrometrischen Bestimmung von Radionukliden in Lebensmitteln bei höheren Kontaminationen**

### **1 Anwendbarkeit**

Das nachstehend beschriebene Verfahren ist bei der Untersuchung aller Lebensmittel (außer Milch u. Milchprodukten, Fisch u. Fischprodukten) anzuwenden, wenn durch die Deposition höherer Aktivitäten nach Kernwaffenversuchen oder nach Unfällen in kern-technischen Anlagen eine hohe Kontamination der Lebensmittel eingetreten ist.

Die gamma-spektrometrischen Messungen sollen dazu dienen, schnell einen Überblick über Art, Höhe und Ausmaß der Kontamination der Lebensmittel zu gewinnen.

### **2 Probeentnahme**

#### **2.1 Allgemeines**

Art der Proben, Umfang der Probeentnahme und Auswahl der Probeentnahmeorte richten sich im Ereignisfall nach den auf dem Strahlenschutzvorsorgegesetz basierenden Meßprogrammen.

Bei der Probeentnahme und weiteren Probenbehandlung sind bei erhöhten Aktivitätsgehalten besondere Vorsichtsmaßnahmen zu ergreifen, damit radioaktive Stoffe nicht verschleppt und Laboratorien und Meßgeräte nicht kontaminiert werden.

Es gelten die Hinweise zur Probeentnahme und Probenauswahl unter E- $\gamma$ -SPEKT-LEBM-01 (Abschnitt 2), sinngemäß.

Zur Kontrolle von erhöhten Radionuklidimmissionen sollte das Probenmaterial bereits bei der Probeentnahme in gut verschließbare Behälter eingebracht werden (z. B. Polyethylengefäße mit Schraubverschluß oder Polyethylenbeutel).

#### **2.2 Grundsätze der Probenauswahl bei höherer Kontamination**

Ziel der Beprobung ist es, einen Überblick über den Grad der Kontamination zu gewinnen. Daher sollte die Probenauswahl aus einer vorgegebenen Gesamtheit eher zufallsbedingt erfolgen. Keinesfalls sollte eine Vorauswahl mit Hilfe eines Kontaminationsmonitors getroffen werden.

### **3 Analytik**

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

Die Proben werden in einer geeigneten Meßgeometrie direkt mit einem Ge-Gamma-Spektrometer gemessen.

## 3.2 Probenvorbereitung

Der Grundsatz der Probenvorbereitung: «nur verzehrsfertiges Material ist zu messen» sollte auch im Fall einer höheren Kontamination der Lebensmittel aufrecht erhalten werden. Es gelten die Vorgaben zur Probenvorbereitung in E- $\gamma$ -SPEKT-LEBM-01 sinngemäß.

Es empfiehlt sich, einen speziellen Raum für die Probenvorbereitung höher kontaminierter Proben zu wählen. Die Arbeitsabläufe sind so festzulegen, daß keine Kreuzkontamination eintreten kann. Proben mit höherem Aktivitätsgehalt dürfen grundsätzlich nicht in Meßräumen in die Meßgefäße eingefüllt werden. Beim Einfüllen muß darauf geachtet werden, daß die Meßgefäße außen nicht kontaminiert werden. Die Meßgefäße sollten zusätzlich in PE-Hüllen verpackt werden. Einmal benutzte Meßgefäße und PE-Hüllen sind nicht wiederzuverwenden. Die Arbeitsplätze sind zur leichteren Dekontaminierbarkeit mit PE-Folien abzudecken.

Arbeitsgeräte und Arbeitsplätze sind mit einem Kontaminationsmonitor zu überwachen. Die Strahlenschutzvorschriften für den Umgang mit offenen radioaktiven Stoffen gemäß Strahlenschutzverordnung sind einzuhalten.

## 3.3 Radiochemische Trennung

Eine radiochemische Trennung ist für die gammaspektrometrische Messung nicht erforderlich.

## 4 Messung der Aktivität

Grundlegende Ausführungen und Hilfen zur Gamma-Spektrometrie finden sich 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" x 3" NaI(Tl)-Detektor für die 1,33 MeV Linie des Co-60). Die Proben werden bevorzugt in 1-l-Schraubdosen mit ebenem Boden (z. B. PE-Weithals) mit einem Füllvolumen von 0,5 bzw. 1 l gemessen.

Die Messung der Aktivität erfolgt zentriert direkt auf dem Detektor. Bei wechselnden Probemengen muß der Einfluß der Füllhöhe auf die Zählhausbeute bekannt sein. Die Meßzeiten sind dem Aktivitätsgehalt der Proben anzupassen.

Im Falle einer erhöhten Radionuklidimmission ist auf Kontaminationsfreiheit des Meßraums größter Wert zu legen.

Um das Einschleppen von Radioaktivität in den Meßraum zu vermeiden, empfiehlt sich ein Wechsel von Oberbekleidung und Schuhen bzw. das Tragen von Kittel und Überschuhen.

Zur Vermeidung von Fehlmessungen ist eine Nulleffektmessung häufiger als im Rahmen der allgemeinen Qualitätskontrolle durchzuführen.

Um Kontaminationen der Detektorkappe zu vermeiden, empfiehlt es sich, die Kappe mit einer Polyethylenfolie (Dicke: ca. 0,1 mm) zu umhüllen und diese mit Klebstreifen zu befestigen. Im Falle einer äußeren Kontamination der Folie durch Flüssigkeiten oder Stäube wegen Undichtigkeit eines Meßgefäßes, kann diese durch einen Wechsel der Folie problemlos beseitigt werden. Selbst säurehaltige Radionuklidlösungen diffundieren nicht sehr schnell durch diese Folien. Sollte trotz aller Vorsichtsmaßnahmen eine Kon-

tamination der Detektorkappe (Aluminium) erfolgt sein, wird folgendes Verfahren zur Dekontamination vorgeschlagen: Nachdem die Schutzhülle vom Detektor entfernt ist, wird der Detektor (Oberfläche oder Hals) mit wassergetränktem Zellstoff und in gleicher Weise mit einer Lösung von 1 molarer Salzsäure und anschließend mit einer 0,1 %igen wäßrigen Lösung des Tetranatriumsalzes von Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA) abgewischt.

Die Verwendung von wäßriger EDTA-Lösung empfiehlt sich immer dann, wenn sog. Korrosionsnuklide wie z. B. Zink, Mangan, Eisen, Kobalt usw. die Oberfläche des Detektors kontaminiert haben. Eine anschließende Reinigung des Detektors mit Wasser und Aceton beendet die Prozedur. Nach der Reinigung ist der Erfolg der Dekontamination unbedingt durch Messung eines Nulleffektspektrums zu überprüfen.

## 5 Berechnung der Analysenergebnisse

Für Personal-Computer stehen zur Auswertung von Gamma-Spektren leistungsfähige Programme verschiedener Software-Anbieter zur Verfügung, die die spezifische Aktivität der Radionuklide berechnen. Es sollten solche Programme bevorzugt werden, die für alle wichtigen Radionuklide die Berechnung der Erkennungs- und Nachweisgrenzen entsprechend Kapitel IV.5 dieser Meßanleitungen vorsehen (siehe auch Abschnitt 6) 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 Zahl von Proben zu bewältigen sein wird.

Ergebnisse der spezifischen Aktivität oberhalb der Nachweisgrenze oder deren Nachweisgrenzen sind stets in  $\text{Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$  Feuchtmasse (FM) anzugeben.

## 6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Die Nachweisgrenzen der Gamma-Spektrometrie von höher kontaminierten Lebensmittelproben werden nicht nur von der Ansprechwahrscheinlichkeit des Detektors und den kernphysikalischen Daten der zu messenden künstlichen Radionuklide, sondern insbesondere von dem Gehalt der zu messenden Probe an Radionukliden bestimmt. Das Untergrundspektrum der Meßanordnung hat in diesem Fall praktisch keine Bedeutung.

Die Nachweisgrenzen werden nach Kapitel IV.5 (Unterkapitel 4.5, Gleichung 4.32a) dieser Meßanleitungen berechnet. Für den Fall, daß die Algorithmen des benutzten Auswerteprogramms 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 Gammaskpektrometrie finden sich in Kapitel IV.5, Unterkapitel 6.4 und 6.5. Im vorliegenden Fall kann diesen Beispielen analog verfahren werden.

Als Anhaltswerte für Nachweisgrenzen können die Werte der folgenden Tabelle gelten, die an einer Rindfleischprobe gewonnen wurden:

Nachweisgrenzen bei einer Rindfleischprobe ( $Bq \cdot kg^{-1}$  FM)

Radionuklid	Masse Geometrie: E (keV)	0,5 kg 1 l PE-Fla.	0,5 kg 1 l Marinelli
Co-60	1332,5	4,4	1,0
I-131	364,5	5,1	1,8
Te-132	228,2	4,5	1,9
I-132	667,7	4,9	1,6
I-133	529,9	4,6	1,6
Cs-134	604,7	4,0	1,3
Cs-137	661,7	4,9	1,7
Ba-140	537,4	18,5	5,8
La-140	1596,5	3,4	1,5

Meßbedingungen: direkte Messung der Rindfleischprobe (0,5 kg FM in 1-l-PE-Schraubflasche (PE-Fla.) bzw. 1-l-Marinelli-Becher; Detektor: Ge(Li) mit 20% relativer Ansprechwahrscheinlichkeit; Abschirmung: von außen nach innen je 3 cm Blei, Stahl, Aluminium, Plexiglas; Meßzeit: 0,5 h.

## 7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

### 7.1 Chemikalien

- Homogenisierungsmittel (z. B. TWEEN 80)
- Aceton, techn.
- EDTA, Tetranatriumsalz der Ethylendiamintetraessigsäure
- Zellstoff
- PE-Hüllen

### 7.2 Geräte

- haushaltsüblicher Zerkleinerer
- haushaltsüblicher Mixer
- Schraubdosen für die gammaspektrometrische Messung
- Ge- bzw. Ge(Li)-Halbleiterdetektoren ( $> 15\%$  relative Ansprechwahrscheinlichkeit, Halbwertsbreite  $< 2,1$  keV bei 1,33 MeV) mit Vorverstärker und Hochspannungsversorgung
- Hauptverstärker
- Analog-Digital-Konverter
- Vielkanalanalysator konventioneller Art oder entsprechender externer Speicher mit mindestens 4096 Kanälen
- Personal-Computer mit entsprechender Software für die Auswertung der Gamma-Spektren