

**Verfahren zur Bestimmung
von Strontium-90
in Lebensmitteln
über das Tochternuklid Yttrium-90**

E-Sr-90-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“

7 Verfahren zur Bestimmung von Strontium-90 in Lebensmitteln über das Tochternuklid Yttrium-90

1 Anwendbarkeit

Es wird das Analysen- und Meßverfahren für Sr-90 beschrieben, das seit vielen Jahren angewandt und erprobt wurde. Die Methode ist anwendbar für alle Arten von biologischem Material wie Gesamtnahrung, Lebensmittel, pflanzliche und tierische Produkte.

2 Probeentnahme

Bezüglich der Probeentnahme wird auf das Verfahren E- γ -SPEKT-LEBM-01 verwiesen.

3 Analytik

3.1 Prinzip der Methode

Das Verfahren beruht auf folgenden Prinzipien: Die Ascheneinwaage zur Analyse richtet sich nach dem Calciumgehalt der Aschen. Daher ist eine Calciumbestimmung vorab erforderlich. In Gegenwart inaktiver Trägerisotope wird Sr-90 zusammen mit den Erdalkalien als Oxalat gefällt. Beim pH-Wert 4 bleiben Eisen als Oxalatkomplex und die Phosphorsäure als Alkaliphosphat in Lösung. Nach der Zerstörung der Erdalkalioxalate durch Glühen erfolgt auf Grund der unterschiedlichen Löslichkeit der Nitratre in rauchender Salpetersäure die Abtrennung des Strontiums vom Calcium. Strontiumnitrat wird von eventuell mitgefällten anderen Radionukliden (z. B. Ba-140, Zr-95, Ce-144, Ra, Th) gereinigt. Durch Fällung als Hydroxid kann Yttrium von Strontium getrennt werden. Man bestimmt die β -Aktivität des als Oxalat gefällten Yttriums und errechnet daraus den Gehalt an Sr-90 zum Zeitpunkt der Abtrennung.

3.2 Probenvorbereitung

Die Probenvorbereitung ist produktabhängig und ist bis zur Herstellung der Asche in der Vorschrift E- γ -SPEKT-LEBM-01 beschrieben. Falls die Asche durch Kohlenstoff schwarz gefärbt ist, muß nochmals bei ca. 700 °C nachverascht werden, da sonst Verluste von Sr-90 durch Adsorption an Kohlenstoff entstehen können.

3.3 Radiochemische Trennung

Die radiochemische Trennung wird bis einschließlich Abschnitt 3.3, Punkt 8, nach der Meßanleitung E-Sr-89/Sr-90-LEBM-01 durchgeführt.

Es ist die chemische Ausbeute des Sr-90 und des Y-90 zu ermitteln. Dies geschieht in Analogie zum Abschnitt 3.3, Punkt 9 der Meßanleitung E-Sr-89/Sr-90-LEBM-01 wie folgt:

Die vereinigten Überstände der zweiten Yttriumhydroxidfällung werden in einem 250 ml-Zentrifugenglas zum Sieden erhitzt und zur Entfernung des Ammoniaks ca. 30 Minuten unter Rühren (Magnetrührer) am Sieden gehalten. Danach wird mit 15 ml 25%iger ($2,4 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) Natriumcarbonat-Lösung das Strontiumcarbonat gefällt und bis zum Absitzen des Niederschlags auf dem Wasserbad bei ca. 70°C stengelassen. Der Niederschlag wird mit einer vorher getrockneten und gewogenen Glasfritte der Porosität 4 abgesaugt (Unterdruck nicht zu hoch wählen). Der Rückstand wird mit Methanol gewaschen. Anschließend wird bei 110°C 40 Minuten im Trockenschrank getrocknet, dann im Exsikkator abgekühlt und zum Schluß die Glasfritte mit dem Strontiumcarbonatniederschlag gewogen.

Die Herstellung des Y-90 Meßpräparates erfolgt wie unter Verfahren E-Sr-89/Sr-90-LEBM-01, Abschnitt 3.3, Punkt 10 beschrieben.

4 Messung der Aktivität

Die Messung der beta-aktiven Präparate erfolgt in einem Durchflußzähler mit Abschirmzählrohr in Antikoinzidenzschaltung. Mit dieser Anordnung läßt sich die Null-effektzählrate auf ca. $0,008-0,017 \text{ s}^{-1}$ vermindern. Der Nulleffekt der Zählordnung ist gerade bei der Messung geringer Aktivitäten von Bedeutung.

Bezüglich der Herstellung und des Tests der Trägerlösungen, der Messung der Präparate, der Kalibrierung der Beta-Meßanordnung, wird auf die entsprechenden Abschnitte 4.1, 4.2 und 4.3 der Meßanleitung E-Sr-89/Sr-90-LEBM-01 verwiesen.

5 Berechnung der Analysenergebnisse

Voraussetzung für die Gültigkeit der Berechnungsverfahren ist die Einhaltung der in der Anleitung beschriebenen analytischen Bedingungen. Es können jedoch Gründe vorliegen, die ein Abweichen von der vorgeschriebenen Arbeitsweise für die Analyse erfordern. Es sind dann für die Berechnung der Analysenergebnisse die in der Vorschrift E-Sr-89/Sr-90-LEBM-01, Abschnitt 5, angegebenen Regeln zu beachten.

5.1 Berechnung der spezifischen Aktivität von Sr-90 über Y-90

Die Berechnung der spezifischen Aktivität nach Einstellung des Gleichgewichtes (20 Tage nach der Eisenhydroxidfällung) über Y-90 erfolgt nach Gleichung 20, die in der Meßanleitung E-Sr-89/Sr-90-LEBM-01, Abschnitt 5.3, Punkt 1, beschrieben ist.

5.2 Fehlerbetrachtung (Standardabweichung)

Die Berechnung der Standardabweichung der Zählrate von Y-90 und die Standardabweichung der spezifischen Aktivität von Sr-90 erfolgen nach Gleichung 21 bzw. 22 wie in der Vorschrift E-Sr-89/Sr-90-LEBM-01, Abschnitt 5.3, Punkt 2, beschrieben.

5.3 Erklärung der Symbole und Rechenbeispiele

Die Erklärung der Symbole und das Rechenbeispiel für das Y-90 Präparat ist Meßanleitung E-Sr-89/Sr-90-LEBM-01, Abschnitt 5 bzw. 5.4, zu entnehmen.

6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Ergänzend zu Kapitel IV.5 sind zur Berechnung der Nachweisgrenze von Y-90 die Gleichung 27 und in Bezug auf die Masse einer Lebensmittelprobe Gleichung 28 aus der Vorschrift E-Sr-89/Sr-90-LEBM-01, Abschnitt 6, zu benutzen.

Ein Rechenbeispiel ist ebenfalls aus der Vorschrift E-Sr-89/Sr-90-LEBM-01, Abschnitt 6.1, zu entnehmen.

7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

7.1 Chemikalien

Die erforderlichen Chemikalien sind unter der Meßanleitung E-Sr-89/Sr-90-LEBM-01 aufgeführt.

7.2 Geräte

Die erforderlichen Geräte für die Analytik und Messung der Proben sind unter der Meßanleitung E-Sr-89/Sr-90-LEBM-01 angegeben.

Literatur

Literaturhinweise, eine Abbildung der Anordnung zur Herstellung der Meßpräparate und zusätzlich benutzte Symbole sind der Meßanleitung E-Sr-89/Sr-90-LEBM-01, Abschnitt 8, zu entnehmen.