

# **Verfahren zur Bestimmung von Strontium-90 in Milch (Salpetersäuremethode)**

F-Sr-90-MILCH-01

Bearbeiter:

A. Wiechen  
D. Tait

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“

# 8 Verfahren zur Bestimmung von Strontium-90 in Milch (Salpetersäuremethode)

## 1 Anwendbarkeit

Das nachstehend beschriebene Verfahren kann bei der Untersuchung aller Milchproben 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-MILCH-01 ausführlich beschrieben.

## 3 Analytik

### 3.1 Prinzip der Methode

Die Milch wird 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 Milchasche ist bei Verfahren F- $\gamma$ -SPEKT-MILCH-01 beschrieben.

### 3.3 Radiochemische Trennung

**3.3.1** 15 g Asche werden in ein 400 ml-Becherglas eingewogen und 10 ml Strontium-Trägerlösung, 1 ml Barium-Trägerlösung, 5 ml Sr-85-Lösung entsprechend 30 Bq, 215 ml dest. Wasser und 25 ml rauchende Salpetersäure ( $23 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) hinzugefügt. Die Lösung wird erwärmt und gerührt bis sie klar ist und dann durch ein säurefestes Filter in ein 600 ml-Becherglas filtriert. Nach Zugabe von 3 ml 85%iger Phosphorsäure ( $14,8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) fügt man konz. Ammoniaklösung ( $13 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) bis zum Überschuß hinzu. Der Niederschlag wird in zwei 200 ml-Zentrifugengläser abzentrifugiert, die überstehende Lösung verworfen. Den Niederschlag in jedem Zentrifugenglas suspendiert man in je 100 ml Waschlösung und zentrifugiert nochmals. Die Waschlösung wird verworfen.

**3.3.2** Den Niederschlag in jedem Zentrifugenglas löst man durch Hinzufügen von 20 ml rauchender Salpetersäure ( $23 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ). Das Volumen im Zentrifugenglas wird festgestellt und das 2,5fache des Volumens, abzüglich 40 ml, rauchende Salpetersäure ( $23 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) hinzugefügt. Dann rührt man 30 Minuten unter Kühlung mit Eiswasser. Anschließend wird zentrifugiert und die überstehende Lösung verworfen.

**3.3.3** Mit 40 ml dest. Wasser wird der Inhalt eines Zentrifugenglases in das zweite überführt. Es werden 90 ml rauchende Salpetersäure ( $23 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) zugegeben. Unter Kühlung mit Eiswasser wird wieder 30 Minuten gerührt, zentrifugiert und die überstehende Lösung verworfen.

**3.3.4** Die Salpetersäurerührung mit 90 ml rauchender Salpetersäure ( $23 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) wird nochmals, wie unter 3.3.3 beschrieben, wiederholt.

**3.3.5** Den Niederschlag überführt man mit 20 bis 30 ml dest. Wasser in ein 40 ml-Zentrifugenglas. Die Lösung wird mit 25%iger Ammoniaklösung ( $13 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) alkalisch gemacht, festes Ammoniumcarbammat hinzugefügt und im kochenden Wasserbad erwärmt, um den Carbonatniederschlag zu koagulieren. Es wird dann zentrifugiert und die überstehende Flüssigkeit verworfen.

**3.3.6** Dem Niederschlag fügt man 10 ml dest. Wasser hinzu und löst mit 22,5 ml rauchender Salpetersäure ( $23 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) (Vorsicht). Unter Kühlung wird 30 Minuten gerührt, dann zentrifugiert und die überstehende Flüssigkeit verworfen.

**3.3.7** Zur Vervollständigung der Calcium/Strontium-Trennung muß 3.3.6 gegebenenfalls ein- oder zweimal wiederholt werden. Bei der Abtrennung aus der Milchasche reicht meist die Säurerührung nach 3.3.6 aus.

**3.3.8** Der Niederschlag wird in 10–15 ml dest. Wasser gelöst. Man fügt 1 ml Barium-Trägerlösung sowie einige Tropfen Methylrot hinzu und neutralisiert mit verd. Ammoniak ( $6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ). Dann werden 1 ml Essigsäure ( $6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) und 2 ml Ammoniumacetatlösung (25 Gew. %) zugesetzt, auf 30 ml verdünnt und im kochenden Wasserbad erhitzt. Man gibt 1 ml Natriumchromatlösung (30 Gew. %) hinzu und erhitzt weitere 5 Minuten, zentrifugiert und filtriert schließlich die überstehende Flüssigkeit durch ein Schwarzbänderfilter in ein zweites Zentrifugenglas.

**3.3.9** Das Filtrat wird mit konz. Ammoniaklösung ( $13 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) alkalisch gemacht, dann festes Ammoniumcarbammat zugesetzt und im kochenden Wasserbad erhitzt, um den Carbonatniederschlag zu koagulieren. Dann zentrifugiert man und verwirft die überstehende Lösung.

**3.3.10** Der Niederschlag wird durch tropfenweisen Zusatz von verd. Salpetersäure ( $6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) gelöst, dann 1 Tropfen Perhydrol und 1 ml Eisen-Trägerlösung zugegeben. Durch Erhitzen und Rühren treibt man den Sauerstoff aus, verdünnt dann auf 15 bis 20 ml und macht mit carbonatfreier Ammoniaklösung ( $6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) so weit alkalisch bis Eisenhydroxid ausfällt (Zeit notieren). Es wird 2 bis 4 Minuten bis zur vollständigen Fällung erhitzt, dann filtriert man die überstehende Flüssigkeit unter Nachspülen mit dest. Wasser in ein anderes 40ml-Zentrifugenglas.

**3.3.11** Nach Zugabe von festem Ammoniumcarbammat wird im Wasserbad erhitzt, bis sich der Niederschlag abgesetzt hat. Man läßt abkühlen, zentrifugiert und gießt die überstehende Lösung ab. Der Niederschlag wird in 2 ml verd. Salzsäure ( $2 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) gelöst und mit 20 ml dest. Wasser (Meßzylinder) in eine 100 ml-Polyethylenflasche überführt. Man gibt 1 ml Yttrium-Trägerlösung hinzu und mißt das Sr-85 mit einem Gamma-spektrometer zur Ausbeutebestimmung des Strontiums. Zur Bestimmung der Strontium-Ausbeute werden zu Beginn der Analyse 2 Standards hergestellt. Man pipettiert 5 ml der Sr-85-Lösung in eine 100 ml-Polyethylenflasche und gibt 10 ml Strontium-Trägerlösung und 10 ml dest. Wasser hinzu. Diese Standards werden zusammen mit den obigen Lösungen gemessen.

*⇒ ergibt die  $\eta_{\text{Sr}}$  in Lösung, an der sich  
das Sr-85-glu messen  
wird.*

*Berechnung der Strontium-Ausbeute:*

$$\eta_{\text{Sr}} = \frac{\text{Nettoimpulszahl der Probe} \cdot 100}{\text{Nettoimpulszahl des Standards}} \%$$

**3.3.12** Anschließend wird die Lösung aus dem Trennungsgang zur Nachbildung von Y-90 ca. 14 Tage stehengelassen. Nach dieser Zeit überführt man die Lösung in ein 40 ml-Zentrifugenglas, macht mit carbonatfreier Ammoniaklösung ( $6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) alkalisch und erwärmt. Es wird zentrifugiert und die überstehende Lösung in eine 100 ml-Polyethylenflasche abgegossen (zur evtl. Kontrollbestimmung der Strontium-Ausbeute und der Wiederholung der Yttrium-Abtrennung). Der Zeitpunkt der Y-Fällung wird notiert. Der Niederschlag wird dann wieder in Salpetersäure ( $6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) gelöst, auf 10 bis 15 ml verdünnt und 5 ml Strontium-Trägerlösung hinzugesetzt. Es wird nochmals mit Ammoniaklösung ( $6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) gefällt und dabei erwärmt. Man zentrifugiert und verwirft die überstehende Flüssigkeit.

**3.3.13** Den Niederschlag löst man in möglichst wenig Salpetersäure ( $6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) und erwärmt dazu im kochenden Wasserbad. Dann werden 20 ml 8%ige Oxalsäurelösung ( $0,6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) hinzugefügt. Um einen körnigen Niederschlag zu erhalten, wird 10 bis 15 Minuten im Wasserbad erhitzt, dann durch ein Blauband-Filter filtriert (Hahn'sche Nutsche) und der Niederschlag mit Methanol gewaschen.

**3.3.14** Das Filter mit dem Niederschlag wird sofort zwischen zwei Klebefolien (z. B. Tesafilm) gebracht und so auf eine runde Metallscheibe aus V4A-Stahl zentrisch aufgeklebt. Dieses Präparat wird mit einem  $\beta$ -Antikoinzidenzzähler mit sehr niedrigem Null-effekt gemessen.

**3.3.15** Zur Yttrium-Ausbeutebestimmung wird nach der Messung das Filter mit dem Yttrium-Oxalatniederschlag aus der Klebefolie ausgeschnitten und in einen 250 ml-Titrierkolben gegeben (mit dem oben anhaftenden Tesafilm). Dann werden 20 ml EDTA-Lösung ( $0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) zugegeben und der Kolben bis zur vollständigen Auflösung des Niederschlags in ein Wasserbad ( $90^\circ \text{C}$ ) gestellt. Anschließend gibt man 20 ml Boratpuffer (pH 8,4) und eine Spatelspitze der Indikatormischung Eriochromschwarz T und Natriumchlorid (1 + 99) hinzu. Die Lösung muß eine reinblaue Farbe haben. Der Überschuß an EDTA wird mit einer Zinksulfat-Lösung ( $0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) zurücktitriert (Farbumschlag von grün nach rot).

*Berechnung der Yttrium-Ausbeute:*

$$\begin{array}{l} 20 \text{ ml EDTA-Lösung } (0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}) \\ - \text{ a ml Verbrauch an ZnSO}_4\text{-Lösung } (0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}) \\ \hline \text{ x ml Verbrauch an EDTA-Lösung } (0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}) \end{array}$$

Aus der Gehaltsbestimmung der Yttrium-Lösung ist der Verbrauch an EDTA, der 100% Ausbeute entspricht, bekannt.

$$\eta_{\text{Y}} = \frac{\text{x ml Verbrauch EDTA} \times 100}{\text{b ml Verbrauch für Yttrium-Standard}} \%$$

## 4 Messung der Aktivität

Die Y-90-Aktivität wird mit einem Low-Level- $\beta$ -Antikoinzidenzzähler mit einer Nulleffektzählrate  $< 0,008 \text{ s}^{-1}$  mindestens  $1,2 \cdot 10^4 \text{ s}$  (200 Minuten) gezählt (Zählzeit von der Aktivität der Probe abhängig). Die Kalibrierung des Gerätes erfolgt mit einem Y-90-Präparat bekannter Aktivität, das mit der gleichen Trägermenge gefällt wurde wie die zu messenden Proben. Nulleffekt und Zählhausbeute des Gerätes müssen ständig kontrolliert werden. Zur Kontrolle der Zählhausbeute eignet sich ein Sr-90/Y90-Präparat, das sich im Gleichgewicht befindet.

## 5 Berechnung der Analysenergebnisse

In den nachfolgenden Gleichungen der Abschnitte 5 und 6 werden folgende Symbole verwendet:

- $c$  = Sr-90-Aktivitätskonzentration in  $\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$   
 $R_b$  = Bruttozählrate in  $\text{s}^{-1}$   
 $R_0$  = Nulleffektzählrate in  $\text{s}^{-1}$   
 $R_n$  = Nettozählrate des Y-90-Präparates in  $\text{s}^{-1}$   
 $t_0$  = Meßzeit der Nulleffektmessung in s  
 $t_m$  = Meßzeit der Probe in s  
 $t_A$  = Zeitraum zwischen Probeentnahme und Beginn der Analyse in s  
 $t_1$  = Zeitspanne der Sr-90/Y-90-Gleichgewichtseinstellung (Zeitintervall zwischen Eisenfällung und erneuter Yttrium-Abtrennung für die Messung) in s  
 $t_2$  = Zeitspanne zwischen Yttrium-Abtrennung und Meßbeginn in s  
 $\varphi_A$  = aktivitätsbezogener Kalibrierfaktor in  $\text{Bq} \cdot \text{s}$   
 $k_{1-\alpha}$  = Quantil der Normalverteilung (Fehler 1. Art)  
 $k_{1-\beta}$  = Quantil der Normalverteilung (Fehler 2. Art)  
 $Q_M$  = Ascheanteil der Milch in  $\text{g} \cdot \text{l}^{-1}$   
 $\eta_{\text{Sr}}$  = Chemische Ausbeute für Strontium  
 $\eta_{\text{Y}}$  = Chemische Ausbeute für Yttrium  
 $m_A$  = Ascheeinwaage in g  
 $f(t_A) = e^{+\lambda_{\text{Sr-90}} \cdot t_A}$   
 Abklingfaktor für die Zeitspanne zwischen Probeentnahme und Beginn der Analyse  
 $f(t_1) = \frac{\lambda_{\text{Y-90}} - \lambda_{\text{Sr-90}}}{\lambda_{\text{Y-90}} (e^{-\lambda_{\text{Sr-90}} \cdot t_1} - e^{-\lambda_{\text{Y-90}} \cdot t_1})}$   
 Funktion für die Sr-90/Y-90-Gleichgewichtseinstellung  
 $f(t_2) = e^{+\lambda_{\text{Y-90}} \cdot t_2}$   
 Abklingfaktor für die Zeitspanne zwischen Yttrium-Abtrennung und Meßbeginn  
 $f(t_m) = \frac{\lambda_{\text{Y-90}} \cdot t_m}{1 - e^{-\lambda_{\text{Y-90}} \cdot t_m}}$   
 Abklingfaktor für den Zerfall des Y-90 während der Meßzeit  
 $\lambda_{\text{Sr-90}} = \text{Zerfallskonstante des Sr-90 in } \text{s}^{-1}$   
 $\lambda_{\text{Sr-90}} = \ln 2 / t_{\text{Sr-90}}$

- $t_{\text{Sr-90}}$  = Halbwertszeit von Sr-90 in s  
 $\lambda_{\text{Y-90}}$  = Zerfallskonstante des Y-90 in  $\text{s}^{-1}$   
 $\lambda_{\text{Y-90}} = \ln 2 / t_{\text{Y-90}}$   
 $t_{\text{Y-90}}$  = Halbwertszeit von Y-90 in s

Durch  $f(t_A)$  wird der Sr-90-Zerfall im Zeitintervall zwischen Probeentnahme und Analysenbeginn berücksichtigt. Dies ist nur erforderlich, wenn das Zeitintervall relativ groß ist ( $t_A > 0,5$  Jahre). Mit  $f(t_1)$  wird die Wiedereinstellung des Sr-90/Y-90-Gleichgewichts nach der Eisenfällung, bei der alles Y-90 abgetrennt wird, berechnet. Durch  $f(t_2)$  wird der Y-90-Zerfall zwischen der Yttrium-Abtrennung und dem Meßbeginn berücksichtigt. Dies kann unterbleiben, wenn die Zeit zwischen Yttrium-Abtrennung und Meßbeginn nicht zu lang ist ( $t_2 < 1$  Stunde). Mit  $f(t_m)$  wird der Y-90-Zerfall während der Meßzeit erfaßt.

- $s_n$  = Standardabweichung der Nettozählrate  $R_n$  in  $\text{s}^{-1}$   
 $s_b$  = Standardabweichung der Bruttozählrate  $R_b$  in  $\text{s}^{-1}$   
 $s_0$  = Standardabweichung der Nulleffektzählrate  $R_0$  in  $\text{s}^{-1}$   
 $s_c$  = Standardabweichung der Aktivitätskonzentration  $c$  zum Zeitpunkt der Probeentnahme in  $\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$   
 $G$  = Nachweisgrenze der Aktivität  $A$  in Bq  
 $G(t_A)$  = Nachweisgrenze der Aktivität  $A$  bezogen auf den Zeitpunkt der Probeentnahme in Bq  
 $g_c(t_A)$  = Nachweisgrenze der Aktivitätskonzentration  $c$  bezogen auf den Zeitpunkt der Probeentnahme in  $\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$

Die Berechnung der Sr-90-Aktivität in Bq pro Liter Milch erfolgt nach der folgenden Formel:

$$c = \frac{f(t_A) \cdot f(t_1) \cdot f(t_2) \cdot f(t_m) \cdot \varphi_A \cdot Q_M \cdot R_n}{\eta_{\text{Sr}} \cdot \eta_{\text{Y}} \cdot m_A} \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

Der statistische Zählfehler  $s_n$  der Nettozählrate  $R_n$  beträgt:

$$s_n = \sqrt{s_b^2 + s_0^2}$$

Die Standardabweichung  $s_c$  der Aktivitätskonzentration  $c$  ist für den Zeitpunkt der Probeentnahme gegeben durch:

$$s_c = \frac{f(t_A) \cdot f(t_1) \cdot f(t_2) \cdot f(t_m) \cdot \varphi_A \cdot Q_M \cdot s_n}{\eta_{\text{Sr}} \cdot \eta_{\text{Y}} \cdot m_A} \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

Als Ergebnis werden stets die Aktivitätskonzentration  $c$  der Probe und die Standardabweichung  $s_c$  der Aktivitätskonzentration, beide berechnet auf den Zeitpunkt der Probeentnahme, in  $\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$  angegeben ( $c \pm s_c$ ).

## 5.1 Rechenbeispiel

$$\begin{array}{ll}
 R_b = 7,69 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1} & Q_M = 8,0 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1} \\
 R_0 = 0,68 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1} & \eta_{\text{Sr}} = 0,850 \\
 R_n = 7,01 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1} & \eta_Y = 0,980 \\
 t_m = 7,8 \cdot 10^4 \text{ s} & m_A = 15,0 \text{ g} \\
 t_0 = 5,76 \cdot 10^4 \text{ s} & f(t_A) = 1,000 \\
 t_A = 0 \text{ (zu vernachlässigen)} & f(t_1) = 1,028 \\
 t_1 = 1,21 \cdot 10^6 \text{ s} & f(t_2) = 1,000 \\
 t_2 = 0 \text{ (zu vernachlässigen)} & f(t_m) = 1,122 \\
 \varphi_A = 2,062 \text{ Bq} \cdot \text{s} &
 \end{array}$$

$$c = \frac{1,000 \cdot 1,028 \cdot 1,000 \cdot 1,122 \cdot 2,062 \cdot 8,0 \cdot 7,01 \cdot 10^{-2}}{0,850 \cdot 0,980 \cdot 15,0} \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

$$c = 0,107 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1} = 107 \text{ mBq} \cdot \text{l}^{-1}$$

$$s_b = \sqrt{R_b/t_m} = \sqrt{7,69 \cdot 10^{-2}/7,8 \cdot 10^4} = 1,0 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$$

$$s_0 = \sqrt{R_0/t_0} = \sqrt{0,68 \cdot 10^{-2}/5,7 \cdot 10^4} = 3,4 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$$

$$s_n = \sqrt{(1,0 \cdot 10^{-3})^2 + (3,4 \cdot 10^{-4})^2} = 1,1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$$

$$s_c = \frac{1,000 \cdot 1,028 \cdot 1,000 \cdot 1,122 \cdot 2,062 \cdot 8,0 \cdot 1,1 \cdot 10^{-3}}{0,850 \cdot 0,980 \cdot 15,0} \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

$$s_c = 1,7 \cdot 10^{-3} \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1} = 1,7 \text{ mBq} \cdot \text{l}^{-1}$$

Der Sr-90-Gehalt der Milchprobe zum Zeitpunkt der Probeentnahme beträgt also für dieses Beispiel:

$$107,0 \pm 1,7 \text{ mBq} \cdot \text{l}^{-1}$$

## 5.2 Fehlerbetrachtung

Im obigen Beispiel wurde nur der Zählfehler der Aktivitätsmessungen betrachtet, nicht aber die Fehler der chemischen Trennungen und Ausbeutebestimmungen. Wie zahlreiche Ringanalysen ergeben haben, liegt der Gesamtfehler der Methode im Bereich von 5 bis 10% bei Aktivitäten zwischen 30 und 100 mBq pro Liter Milch und Meßzeiten von einigen hundert Minuten.

## 6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Die für diesen Fall anwendbare Formel zur Berechnung der Nachweisgrenze  $G$  ist im Kapitel IV.5, Unterkapitel 2.1.2, Gleichung 2.4 dieser Meßanleitungen angegeben. Diese Formel muß jedoch durch 4 Korrekturfunktionen ergänzt werden, um die Nachweisgrenze  $G(t_A)$  zum Zeitpunkt der Probeentnahme zu erhalten:

$$G(t_A) = f(t_A) \cdot f(t_1) \cdot f(t_2) \cdot f(t_m) \cdot G \quad \text{Bq}$$

Zur Berechnung der Nachweisgrenze der volumenbezogenen Aktivität muß  $G(t_A)$  durch die chemische Ausbeute von Strontium und Yttrium und die Ascheeinwaage dividiert und mit dem Ascheanteil pro Liter Milch multipliziert werden:

$$g(t_A) = \frac{f(t_A) \cdot f(t_1) \cdot f(t_2) \cdot f(t_m) \cdot Q_M \cdot G}{\eta_{Sr} \cdot \eta_Y \cdot m_A} \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

## 6.1 Rechenbeispiel

$R_0 = 4,2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$\eta_{Sr} = 0,850$
$t_0 = 5,76 \cdot 10^4 \text{ s}$	$\eta_Y = 0,980$
$t_m = 2,16 \cdot 10^4 \text{ s}$	$f(t_A) = 1,000$
$t_A = 0$ (zu vernachlässigen)	$f(t_1) = 1,028$
$t_1 = 1,21 \cdot 10^6 \text{ s}$	$f(t_2) = 1,000$
$t_2 = 0$ (zu vernachlässigen)	$f(t_m) = 1,033$
$\Phi_A = 2,109 \text{ Bq} \cdot \text{s}$	
$k_{1-\alpha} = 3,0$	
$k_{1-\beta} = 1,645$	
$Q_M = 8,0 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$	

$$G = 2,109 \cdot [4,645 \cdot \sqrt{4,2 \cdot 10^{-3} (1/5,76 \cdot 10^4 + 1/2,16 \cdot 10^4)} + 0,25 \cdot 4,645^2 \cdot (1/5,76 \cdot 10^4 + 1/2,16 \cdot 10^4)] \text{ Bq}$$

$$G = 5,79 \cdot 10^{-3} \text{ Bq}$$

$$g(t_A) = \frac{1,000 \cdot 1,028 \cdot 1,000 \cdot 1,033 \cdot 8,0 \cdot 5,79 \cdot 10^{-3}}{0,850 \cdot 0,980 \cdot 15,0} \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

$$g(t_A) = 3,9 \cdot 10^{-3} \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

Die Nachweisgrenze der Methode beträgt etwa 4 mBq pro Liter Milch bei Verwendung von 15 g Asche und einer Meßzeit von  $2,16 \cdot 10^4 \text{ s}$  (360 Minuten).

## 7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

### 7.1 Chemikalien

- Rauchende Salpetersäure 95–96 Gew. % ( $23 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ )
- verd. Salpetersäure ( $6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ )
- verd. Salzsäure ( $2 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ )
- verd. Essigsäure ( $6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ )
- sirupöse Phosphorsäure 85 Gew. % ( $14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ )
- 8%ige Oxalsäurelösung ( $0,6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ )
- carbonatfreie Ammoniaklösungen und zwar
  - 10 Gew. % ( $6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ )
  - 25 Gew. % ( $13 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ )
- Waschlösung: 3 ml sirupöse Phosphorsäure und 30 ml konz. Ammoniak ( $13 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ) auf 2l dest. Wasser

- Ammoniumcarbamat, fest
- Ammoniumacetatlösung (25 Gew. %)
- Natriumchromatlösung (30 Gew. %)
- Strontiumträgerlösung 5 mg  $\text{Sr}^{2+}$  pro ml
- Yttriumträgerlösung 10 mg  $\text{Y}^{3+}$  pro ml
- Bariumträgerlösung 10 mg  $\text{Ba}^{2+}$  pro ml
- Eisenträgerlösung 5 mg  $\text{Fe}^{3+}$  pro ml
- Methylrotlösung: 0,2 % in Ethanol
- Indikatormischung: Eriochromschwarz T + NaCl (1 : 99)
- EDTA:  $0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$
- $\text{ZnSO}_4$ -Lösung:  $0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

### 7.2 Geräte

- Sprühtrockner oder Walzentrockner bzw. andere Möglichkeiten zum Trocknen von Milch
- Veraschungsöfen
- Quarzgutschalen
- Übliche Ausrüstung eines radiochemischen Laboratoriums mit Glasgeräten, Zentrifugen usw.
- $\beta$ -Antikoinzidenzzähler
- Rechner (evtl. programmierbar)