

**Verfahren zur gammaspektrometrischen
Bestimmung von Radionukliden
in Krustentieren (Garnelen)**

G- γ -SPEKT-KRUST-02

Bearbeiter:

G. Kanisch
A. Krüger

Leitstelle für Fisch und Fischereierzeugnisse, Krustentiere,
Schalentiere, Meereswasserpflanzen

ISSN 1865-8725

Version September 1992

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

2 Verfahren zur gammaspektrometrischen Bestimmung von Radionukliden in Krustentieren (Garnelen)

1 Anwendbarkeit

Das nachstehend beschriebene Verfahren kann zur Untersuchung von Fleisch von Krustentieren verwendet werden. Nach dieser Meßanleitung ist das Fleisch der Garnelen (*Crangon crangon*) von der Nordseeküste, welches nach dem Strahlenschutzvorsorgegesetz (IMIS-Routineprogramm) zu überwachen ist, zu messen. Darüber hinaus ist dieses Verfahren vor allem im Falle erhöhter Kontaminationen nach Kernwaffenversuchen oder nach Unfällen in kerntechnischen Anlagen einzusetzen, um schnell einen Überblick über Art und Ausmaß der Kontamination zu bekommen. Diese Methode erlaubt auch die quantitative Bestimmung von Iod-Isotopen, die nach dem Verfahren G- γ -SPEKT-KRUST-01 (mit Veraschung) nicht quantitativ gemessen werden können.

2 Probeentnahme

Zu Grundsätzen der Probeentnahme von Garnelenfleisch wird auf die Meßanleitung G- γ -SPEKT-KRUST-01 verwiesen.

Die Probenmenge muß so bemessen sein, daß zur Messung mindestens 1 kg des zu analysierenden feuchten Materials zur Verfügung stehen. Wird im Falle erhöhter Kontaminationen das Ergebnis der Messung relativ schnell erwartet, ist anzuraten, eine nicht-geschälte Garnelenprobe zu entnehmen und die Schälung dann im Labor vorzunehmen.

3 Analytik

3.1 Prinzip der Methode

Die geschälten Garnelen (vereinfacht als Fleisch bezeichnet) werden gesammelt. Die erhaltene Feuchtmasse wird zerkleinert, homogenisiert und dann, ohne weitere Probenvorbereitung wie Trocknung und Veraschung, zur direkten Gammamessung mit einem Germanium-Detektor in eine 1-Liter-Ringschale gefüllt.

3.2 Probenvorbereitung

Die Probenvorbereitung bis zur Gewinnung der Feuchtmasse erfolgt wie bei G- γ -SPEKT-KRUST-01 beschrieben.

Liegen im Falle erhöhter Kontaminationen *frische* Garnelen ungeschält vor, ist dies im Labor vorzunehmen. Voraussetzung zum Schälen ist, daß die Garnelen, nach einer Reinigung unter fließendem Wasser, in siedendes Wasser geworfen werden, worin sie solange bleiben, bis sie eine rötliche Färbung annehmen. Zur Schälung der abgossenen Garnelen wird so verfahren, daß die Garnele am Kopfende festgehalten wird und das

Schwanzende leicht verdreht wird. Dann läßt sich die Schale (Carapax) leicht abziehen. In diesem Fall muß man entsprechende Vorsicht walten lassen, damit das gewünschte Garnelenfleisch bei diesem Verarbeitungsschritt möglichst nicht zusätzlich kontaminiert wird.

Das erhaltene Fleisch wird unter Verwendung z. B. eines Haushaltsmixers zerkleinert und homogenisiert. Damit erhält man eine für die Messung in Ringschale geeignete Form der Probe.

Bei Vorliegen höherer Kontaminationen ist von der Verwendung des Mixers wegen möglicher Verschleppung von Aktivitäten abzuraten, da eine mit hohem Aufwand zu beseitigende Kontamination des verwendeten Mixers unbedingt vermieden werden muß. Es wird empfohlen, zur groben Zerkleinerung des Fleisches ein Messer zu verwenden.

Zur sorgfältigen Reinigung der benutzten Geräte und gegebenenfalls der Ringschalen ist eine 2%ige RBS-50-Lösung zu verwenden.

Zu Vorsichtsmaßnahmen bei der Abfüllung des frischen Materials in das Meßgefäß sowie zur Haltbarkeit dieser Probe wird auf die Meßanleitung G- γ -SPEKT-FISCH-02 verwiesen.

3.3 Radiochemische Trennung

Eine radiochemische Trennung ist nicht erforderlich.

4 Messung der Aktivität

4.1 Allgemeines

Zur Messung der Proben wird ein Reinst-Germanium-Detektor eingesetzt [von 20 bis 25% relativer Nachweiswahrscheinlichkeit, verglichen mit einem 3" \times 3" NaI(Tl)-Detektor für die 1332,5-keV-Linie von Co-60; die Halbwertsbreite h bei 1332,5 keV sollte nicht größer als etwa 2,2 keV sein]. Die für die Abschirmung verwendete Bleiburg sollte eine allseitige Wandstärke von 10 cm besitzen.

Zur Messung der Proben sollen 1-Liter-Ringschalen verwendet werden.

Zur Frage des Kontaminationsschutzes des Innenraums der Bleiabschirmung inklusive Detektorkappe und Vorverstärker wird auf die Meßanleitung G- γ -SPEKT-FISCH-02 verwiesen.

Zu grundlegenden Ausführungen zur Gammaskpektrometrie wird auf die Kapitel IV.1.1 bis IV.1.3 dieser Meßanleitungen verwiesen.

Die Durchführung der Kalibrierung mit wäßriger Lösung erfolgt wie in G- γ -SPEKT-FISCH-02 (Direktmessung von Fischfleisch) beschrieben, ebenso die Ermittlung des Nulleffektes.

5 Berechnung des Analysenergebnisses

Für die Auswertung von Gammaskpektren stehen kommerzielle Auswerteprogramme für Personal Computer zur Verfügung. Auf die dabei im einzelnen durchzuführenden Berechnungen wird in Kap. IV.1.1 dieser Meßanleitungen ausführlicher eingegangen.

Ist vom Nuklid r eine Gammalinie mit der Netto-Zählrate R_r nachgewiesen worden, errechnet sich die spezifische Aktivität a_r des Nuklids r , bezogen auf die Feuchtmasse (FM) und den Zeitpunkt der Probeentnahme, nach der Gleichung 1:

$$a_r = \frac{R_r}{\varepsilon \cdot p_\gamma \cdot m_F \cdot f(t_A, t_m, \lambda_r)} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ FM} \quad (1)$$

Darin bedeuten:

- ε = von der Energie abhängige Nachweiswahrscheinlichkeit für Wasser
- p_γ = Gamma-Emissionswahrscheinlichkeit
- m_F = zur Messung eingesetzte Feuchtmasse in kg
- t_A = Zeitdifferenz zwischen Probeentnahme und Beginn der Messung in s
- t_m = Meßzeit in s
- λ_r = Zerfallskonstante des Nuklids r ($\lambda_r = \ln 2/t_r$) in s^{-1}
- t_r = Halbwertszeit des Nuklids r in s

Abklingfaktor:

$$f(t_A, t_m, \lambda_r) = (e^{-\lambda_r \cdot t_A}) \cdot (1 - e^{-\lambda_r \cdot t_m}) / (\lambda_r \cdot t_m)$$

Die Standardabweichung $s(a_r)$ der spezifischen Aktivität a_r lautet:

$$s(a_r) = s(R_r) \cdot a_r / R_r \quad \text{Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \quad (2)$$

wobei die Standardabweichung der Nettozählrate $s(R_r)$ nach dem im Kapitel IV.5.4 vorgestellten Verfahren zu berechnen ist, beziehungsweise vom Auswerteprogramm zu übernehmen ist.

Für ein Rechenbeispiel zu Gl. 1 wird auf die Meßanleitung G- γ -SPEKT-FISCH-02 verwiesen.

5.1 Fehlerbetrachtung

Die nach Gl. 2 zu errechnende Standardabweichung berücksichtigt nur den zählstatistischen Anteil. Hinzu kommt eine Unsicherheit aus der Kalibrierung, die im allgemeinen nicht unter 5% und vor allem bei größeren Summationskorrekturen insgesamt bis zu 7% betragen kann. Bei der Direktmessung kommt vor allem eine durch Inhomogenität der Meßprobe bedingte Unsicherheit dazu, die 5 bis 10% betragen kann. Die gesamte Unsicherheit liegt erfahrungsgemäß zwischen 10 und 15%.

6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Die Berechnung der Nachweisgrenzen erfolgt nach Gleichung 4.32a oder 4.39a in den Abschnitten 4.5 und 4.6 des Kapitels IV.5 dieser Meßanleitungen; Rechenbeispiele dafür finden sich in den Abschnitten 6.4 bis 6.7 des Kapitels IV.5. Von dem verwendeten Auswerteprogramm erhaltene Nachweisgrenzen müssen gegebenenfalls nachträglich korrigiert oder umgerechnet werden, wenn nicht alle Parameter – wie hier in Gl. 1 beschrieben – verwendet werden können. Dies gilt vor allem auch für eine zum Abschnitt

4.5 des Kapitels IV.5 abweichende Definition der Nachweisgrenze im verwendeten Programm.

In Tabelle 1 sind für einige Radionuklide typische Nachweisgrenzen für eine Probenmenge von 1 kg Feuchtmasse zusammengestellt.

Tabelle 1: Nachweisgrenzen für Direktmessung von Garnelenfleisch in 1-Liter-Ringschale
Abschirmung: 10 cm Blei; Ge-Detektoren mit etwa 24% relativer NWW; NWG in $\text{Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$ FM, bezogen auf Meßdatum, Meßzeit 20 Stunden

| Nuklid | E (keV) | NWG $\text{Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$ |
|--------|---------|---|
| Co-60 | 1332,5 | 0,15 |
| Ru-103 | 497,1 | 0,10 |
| Ru-106 | 621,8 | 0,97 |
| I-131 | 364,5 | 0,10 |
| Cs-134 | 604,7 | 0,12 |
| Cs-137 | 661,7 | 0,16 |

7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

7.1 Chemikalien

RBS-50-Super-Flüssigkonzentrat: 2% (Fa. Roth, Karlsruhe).

Weitere Chemikalien werden nicht benötigt, da keine radiochemische Trennungen durchzuführen sind.

7.2 Geräte

Es wird auf die Meßanleitung G- γ -SPEKT-SCHAL-02 verwiesen.