

**Verfahren zur Bestimmung
von Strontium-90
in Fisch**

G-Sr-90-FISCH-02

Bearbeiter:

G. Kanisch
A. Krüger

Leitstelle für Fisch und Fischereierzeugnisse, Krustentiere,
Schalentiere, Meereswasserpflanzen

6 Verfahren zur Bestimmung von Strontium-90 in Fisch

1 Anwendbarkeit

Das beschriebene Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Sr-90-Aktivität von Fischproben (Fischfleisch und Gesamtfisch) ist geeignet für Proben, die nach dem Strahlenschutzvorsorgegesetz (IMIS-Routineprogramm) zu untersuchen sind. Ebenso kann es zur Überwachung des Sr-90-Gehaltes im Fischfleisch nach der Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung kerntechnischer Anlagen im bestimmungsgemäßen Betrieb verwendet werden.

Dieses Verfahren ist anzuwenden, wenn aus derselben Aschemasse auch die Analyse der Plutoniumisotope erfolgen soll. Das Verfahren G-Sr-90-FISCH-01 erlaubt dies nicht. Es ist insbesondere dann wegen darin zusätzlich angewendeter Reinigungsschritte vorzuziehen, wenn besondere Störungen durch andere Radionuklide zu erwarten sind (z. B. beim Auftreten erhöhter Kontaminationen).

2 Probenentnahme

Zur Probenentnahme von Fisch wird auf die Messanleitungen G-Sr-90-FISCH-01 und G- γ -SPEKT-FISCH-01 verwiesen.

3 Analytik

3.1 Prinzip der Methode

Nach Zugabe von Sr-85-Lösung und gegebenenfalls Pu-242-Lösung erfolgt eine Strontiumreinigungsfällung aus acetatgepufferter Lösung zur Entfernung von störenden Anionen und Kationen. Mit einer Eisenhydroxidfällung werden Y-90 und weitere drei- und höherwertige Elemente abgetrennt. Die vereinigten Niederschläge der Acetat- und Eisenhydroxidfällung werden für die Plutoniumbestimmung verwendet. Nach weiterer Umfällung wartet man die Y-90-Nachbildung aus dem radioaktiven Zerfall von Sr-90 in der gereinigten Strontiumlösung ab (bis zu 14 Tage). Dann erfolgt die Herstellung eines Yttriumoxalatpräparates, in welchem mit Hilfe eines Low-level- β -Antikoinzidenzmessplatzes das Y-90 gemessen wird. Die Bestimmung der chemischen Ausbeute des Yttriums erfolgt durch komplexometrische Titration. Die chemische Strontiumausbeute wird durch relative Gammamessung des Sr-85 ermittelt.

3.2 Probenvorbereitung

Zur Probenvorbereitung einschließlich der Veraschung wird auf die Messanleitung G- γ -SPEKT-FISCH-01 verwiesen.

3.3 Radiochemische Trennung

Der nachfolgend beschriebene Trennungsgang ist für maximal 100 g Asche ausgelegt. Er kann unverändert auch bei deutlich kleineren Ausgangsmengen angewendet werden.

3.3.1 Fischasche wird für eine Stunde bei 110°C getrocknet und im Exsikkator bis zum Analysenbeginn aufbewahrt.

3.3.2 Es werden bis zu 50 g Gesamtfischasche bzw. bis zu 100 g Fischfleischasche in ein hohes 1000-ml-Becherglas eingewogen und mit dest. Wasser angefeuchtet.

3.3.3 Zur Probe werden folgende Träger- und Tracerlösungen zugegeben (Ansatz siehe Abschnitt 7.1):

- 2,5 ml Strontium-Trägerlösung (100 mg Sr^{2+})
- 2,0 ml Cäsium-Trägerlösung (60 mg Cs^+)
- 2,5 ml Barium-Trägerlösung (50 mg Ba^{2+})
- 6,0 ml Calcium-Trägerlösung (600 mg Ca^{2+})
- 1,0 ml Eisen-Trägerlösung (100 mg Fe^{3+})
- Strontium, Cäsium und Barium dienen als Rückhalteträger
- Sr-85-Tracerlösung (ca. 300 Bq)
- Pu-242-Tracerlösung (0,15 Bq)
- Wegen des im Vergleich zur Gesamtfischasche deutlich niedrigeren Calciumgehaltes der Fischfleischasche werden zur Asche von Fischfleisch 600 mg Ca^{2+} (als $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ -Lösung) zugegeben.

3.3.4 Die angefeuchtete Asche wird mit 1 ml Salzsäure ($12,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) je g Asche versetzt und 30 Minuten lang ausgekocht. Wenn in der Probe auch Plutonium bestimmt werden soll, werden zur Reduktion von 6wertigem Plutonium in die Oxidationsstufe IV vorsichtig 2,5 g Natriumnitrit zugegeben.

3.3.5 Die Asche wird mit 1 ml destilliertem Wasser je g Asche in ein ausreichend großes Zentrifugenglas überführt und zentrifugiert. Die klare Lösung wird in einem 1 l-Becherglas gesammelt.

3.3.6 Der Rückstand wird mit 1 ml Salzsäure ($6,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) je g Rückstand aufgeschlämmt und zentrifugiert. Der Schritt wird wiederholt. Die überstehende Lösung wird jeweils zur Lösung von Schritt 3.3.5 gegeben.

3.3.7 Die vereinigten Lösungen werden bis fast zur Trockene eingedampft und der Rückstand mit destilliertem Wasser wieder aufgenommen (ca. 500 ml). Mit Natronlauge ($10 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) wird auf einen pH-Wert von 10 eingestellt und 100 g Natriumcarbonat (wasserfrei) dazugegeben. Man lässt aufkochen und den Niederschlag über Nacht absitzen (1. Carbonatfällung).

3.3.8 Der Carbonatniederschlag wird zentrifugiert, in möglichst wenig Salzsäure ($12,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst und mit destilliertem Wasser auf ca. 500 ml verdünnt.

3.3.9 Die Lösung wird mit Natronlauge ($10 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) auf einen pH-Wert von höchstens 1,5 und durch Zugabe von festem Natriumacetat auf ca. pH 4,5 eingestellt. Man erhitzt bis zum Sieden. Der Niederschlag muss rostbraun aussehen. Ist das nicht der Fall, wird Eisen(III)-nitrat-nonahydrat zugegeben. Der Niederschlag wird zentrifugiert, die überstehende Lösung aufbewahrt (1. Acetatfällung).

3.3.10 Der Niederschlag der 1. Acetatfällung wird in wenig Salzsäure ($12,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst und mit destilliertem Wasser auf ca. 500 ml verdünnt. Schritt 3.3.9 wird einmal wiederholt (2. Acetatfällung). Der Niederschlag wird für die Plutoniumbestimmung aufbewahrt.

3.3.11 Zu den vereinigten Filtraten der Schritte 3.3.9 und 3.3.10 wird 1 ml Eisen-Trägerlösung (100 mg Fe^{3+}) gegeben und mit Ammoniaklösung ($13,4 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) Eisen(III)-hydroxid in der Hitze gefällt (pH 8 bis 9). Datum und Uhrzeit der Fällung werden notiert (1. Eisenfällung)! Der Niederschlag wird abfiltriert, das Filtrat aufbewahrt.

3.3.12 Der Niederschlag wird in wenig Salzsäure ($12,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst, mit dest. Wasser verdünnt und Schritt 3.3.11 wiederholt (2. Eisenfällung). Dieser Eisenhydroxidniederschlag und der Acetatniederschlag von Schritt 3.3.10 werden für die Plutoniumbestimmung aufbewahrt.

3.3.13 Die vereinigten Filtrate der Schritte 3.3.11 und 3.3.12 werden mit Ammoniaklösung ($13,4 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) auf einen pH-Wert von 8 bis 10 eingestellt, mit 50 g Natriumcarbonat (wasserfrei) versetzt und erhitzt. Den Niederschlag läßt man über Nacht absitzen (2. Carbonatfällung).

3.3.14 Der Niederschlag der 2. Carbonatfällung wird zentrifugiert, in wenig Salzsäure ($12,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst und unter Zugabe von 5 ml Yttrium-Trägerlösung (50 mg Y^{3+}) mit dest. Wasser auf 150 ml verdünnt (die Lösung sollte dann nicht weniger als $1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ Salzsäure enthalten). Die Lösung wird in einer Kunststoffflasche bis zu 14 Tage aufbewahrt.

3.3.15 Die Lösung wird nach einer Wartezeit von bis zu 14 Tagen mit dest. Wasser auf 500 ml verdünnt und mit Natronlauge ($10 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) auf pH 1 bis 1,5 eingestellt, dann in einen ausreichend großen Scheidetrichter (üblicherweise 1000 ml) überführt und mit 300 ml HDEHP ($0,45 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) in n-Heptan versetzt.

3.3.16 Man notiert Datum und Zeitpunkt und schüttelt etwa 10 Minuten lang.

3.3.17 Die wäßrige Lösung (untere Phase) wird abgetrennt und verworfen, die organische Phase wird 5-mal mit je 100 ml Salzsäure ($1,0 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) eine Minute lang gewaschen. Die Waschlösung wird verworfen.

3.3.18 Die Rückextraktion des Yttriums erfolgt durch 5-maliges Ausschütteln mit je 50 ml Salzsäure ($9 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$). Die fünf salzsauren Extrakte werden in einem 500 ml-Scheidetrichter gesammelt.

3.3.19 Die salzsaure Lösung wird 10 Minuten lang mit 250 ml Trioctylmethylammoniumchlorid (ADOGEN 464) in Toluol gewaschen. Die wäßrige Phase soll danach farblos sein.

3.3.20 Man läßt die wäßrige Phase (untere Phase) in ein 1 l-Becherglas mit darin vorgelegten 200 ml dest. Wasser ablaufen und erwärmt.

3.3.21 Mit Ammoniaklösung ($13,4 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) wird neutralisiert und ein pH-Wert von 9 eingestellt. Es bildet sich eine Trübung von Yttriumhydroxid. Man erhitzt zum Sieden und kühlt im Eisbad.

3.3.22 Nach dem Abkühlen dekantiert man den Großteil der Lösung und überführt die Restlösung mit dem Yttriumhydroxidniederschlag in ein Zentrifugenglas. Es wird 15 bis 20 Minuten lang zentrifugiert (ca. 3000 Umdrehungen je Minute).

3.3.23 Nach dem Zentrifugieren und Verwerfen der überstehenden Lösung wird der Niederschlag in wenigen Tropfen Salpetersäure ($7,2 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst. Dazu gibt man etwa 20 ml dest. Wasser und fällt mit 25 Tropfen (ca. 3 ml) gesättigter Oxalsäurelösung in der Hitze das Yttrium als Oxalat.

3.3.24 Zur Prüfung auf Vollständigkeit der Fällung werden wenige Tropfen Ammoniaklösung ($13,4 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) zugesetzt, bis ein pH-Wert von ca. 1,5 erreicht ist.

3.3.25 Man läßt abkühlen, den Niederschlag absitzen und filtriert mittels einer Hahn-schen Nutsche auf ein ausgewogenes Blaubandfilter. Man wäscht mit wenig dest. Wasser und Methanol nach.

3.3.26 Das Präparat wird 30 Minuten lang bei 110°C getrocknet, ausgewogen und mit Mylarfolie abgedeckt auf dem Präparateträger zur Messung montiert. Aus der Auswaage wird die Flächenbelegungsdichte in $\text{mg} \cdot \text{cm}^{-2}$ bestimmt.

3.3.27 Nach der Messung muß die chemische Ausbeute der Yttrium-Abtrennung bestimmt werden. Die gravimetrische Bestimmung des Yttriumoxalats ist zu ungenau, da meist Oxalsäure mit dem Niederschlag ausgefällt wird. Die Yttriumausbeute wird daher komplexometrisch bestimmt. Dazu wird der Yttriumoxalatniederschlag mit Mylarfolie und Filterpapier in einem 300 ml-Erlenmeyerkolben mit 10 ml Titriplex-III-Lösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und 20 ml Boratpuffer ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) in der Wärme in Lösung gebracht.

3.3.28 Man gibt eine Spatelspitze Eriochromschwarz-T-Indikator (Verreibung mit NaCl 1:99) zu und titriert mit Zinksulfatlösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) bis zum Umschlagpunkt von blau nach violett.

3.3.29 Zum Vergleich werden 50 mg Yttrium aus der Trägerlösung vorgelegt, mit 10 ml Titriplex-III-Lösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und 20 ml Boratpuffer ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) sowie einer Spatelspitze Indikator versetzt und mit Zinksulfatlösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) titriert.

3.3.30 Die chemische Ausbeute des Yttriums berechnet man mittels einfachen Dreisatzes aus dem Verbrauch an Titriplex-III-Lösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) in der Probe mit bekanntem Yttriumgehalt (Schritt 3.3.29) und der Probe mit unbekanntem Gehalt (Schritt 3.3.28); vgl. dazu Abschnitt 5.

4 Messung der Aktivität

Die Messung der Abklingkurve des Y-90 im Yttriumoxalat-Präparat einschließlich der Vorarbeiten wie Bestimmung der Nachweiswahrscheinlichkeit und des Nulleffektes erfolgt in der gleichen Weise, wie es im Abschnitt 4 der Meßanleitung G-Sr-90-FISCH-01 ausführlich beschrieben ist. Bei der Auswertung ist zu berücksichtigen, daß die Y-90-Fällung erst nach einer Wartezeit bis zu 14 Tagen nach der Strontiumfällung durchgeführt wird, so daß der Aufbaufaktor für die Nachbildung des Y-90 aus Sr-90 zu ermitteln ist.

Zusätzlich erforderlich ist die gammaspektrometrische Bestimmung der chemischen Strontiumausbeute mit dem zur Probe hinzugegebenen Sr-85. Sie wird erhalten durch Vergleich der Sr-85-Nettozählrate der Lösung mit unbekannter Sr-85-Konzentration mit der entsprechenden Nettozählrate der Tracerlösung mit bekannter Sr-85-Konzentration (Relativmessung).

5 Berechnung des Analyseergebnisses

Ist von dem Y-90-Präparat eine Abklingkurve aufgenommen worden, erfolgt deren Auswertung, wie es in der Meßanleitung G-Sr-90-FISCH-01 beschrieben wird. Man erhält daraus die auf den Zeitpunkt der Y-90-Fällung bezogene Nettozählrate R_{Y-90} . Wurde nur eine einzige Messung durchgeführt, ergibt sich R_{Y-90} nach der Gleichung 1:

$$R_{Y-90} = R_1(t_1)/f(t_1) s^{-1} \quad (1)$$

Der für die i-te Messung ($i = 1, 2, 3$ oder 4) gültige Abklingfaktor $f(t_i)$ wird nach Gleichung 2 berechnet.

$$f(t_i) = f(t_i, t_m, \lambda_{Y-90}) = (e^{-\lambda_{Y-90} \cdot t_i}) \cdot (1 - e^{-\lambda_{Y-90} \cdot t_m}) / (\lambda_{Y-90} \cdot t_m) \quad (2)$$

Hierin bedeuten:

t_i = Zeitdifferenz zwischen Y-90-Fällung bis zum Beginn der i-ten Messung in s

t_m = Meßzeit einer Messung des Y-90-Präparats in s

λ_{Y-90} = Zerfallskonstante für Y-90: $3,00 \cdot 10^{-6} s^{-1}$

Die Standardabweichung $s(R_{Y-90})$ der Y-90-Nettozählrate R_{Y-90} zum Zeitpunkt der Y-90-Fällung ergibt sich nach:

$$s(R_{Y-90}) = s(R_1)/f(t_1) s^{-1} \quad (3a)$$

und

$$s(R_i) = \sqrt{\frac{R_i}{t_m} + R_0 \cdot \left(\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_m} \right)} s^{-1} \quad (3b)$$

mit

t_0 = Meßzeit der Nulleffektmessung in s

R_0 = Nulleffektzählrate in s^{-1}

Gleichung 3a, b gilt streng nur für den Fall, daß R_{Y-90} aus nur einer einzigen Messung ermittelt wird. Bestimmt man R_{Y-90} dagegen mit linearer Regression, ist die dafür geltende Standardabweichung (die hier wegen der aufwendigen Fehlerrechnung nicht ausgeführt werden kann) im allgemeinen kleiner als nach Gleichung 3a, b berechnet.

Die Berechnung der spezifischen Sr-90-Aktivität der Fischprobe a_{Sr-90} , bezogen auf die Feuchtmasse (FM) und das Datum der Probeentnahme, erfolgt nach der Gleichung 4:

$$a_{Sr-90} = \frac{R_{Y-90}}{\varepsilon_{Y-90} \cdot \eta_{Y-90} \cdot \eta_{Sr-90} \cdot m_A \cdot q_F \cdot f_0 \cdot f_W} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ FM} \quad (4)$$

wobei bedeuten:

R_{Y-90} = Y-90-Nettozählrate R_{Y-90} zum Zeitpunkt der Y-90-Fällung, in s^{-1}

ε_{Y-90} = Y-90-Nachweiswahrscheinlichkeit des Oxalatpräparates, abhängig von der Belagungsdichte des Präparates

η_{Y-90} = chemische Ausbeute des Yttriums, siehe Gleichung 5

η_{Sr-90} = chemische Ausbeute des Strontiums, siehe Gleichung 6

m_A = Masse der zur Analyse eingesetzten Asche in kg

q_F = Verhältnis Feuchtmasse zu Aschemasse

t_A = Zeitdifferenz zwischen Probeentnahme und der Sr-90-Abtrennung (1. Eisenfällung) in s

λ_{Sr-90} = Zerfallskonstante von Sr-90: $7,65 \cdot 10^{-10} s^{-1}$

f_0 = Sr-90-Abklingfaktor = $\exp(-\lambda_{Sr-90} \cdot t_A)$

t_w = Zeitdifferenz zwischen erster Eisenfällung und Fällung des Y-90 als Oxalatpräparat (Wartezeit), in s

f_w = Aufbaufaktor für Y-90 = $[1 - \exp(-\lambda_{Y-90} \cdot t_w)]$

Für die durch komplexometrische Titration bestimmte chemische Yttrium-Ausbeute gilt (vgl. Schritt 3.3.30 in Abschnitt 3.3):

$$\eta_{Y-90} = \frac{10 \text{ ml} - V_{Pr}}{10 \text{ ml} - V_{Tr}} \quad (5)$$

mit:

V_{Pr} = Verbrauch an Zinksulfatlösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) für die Probe mit unbekanntem Yttriumgehalt, in ml

V_{Tr} = Verbrauch an Zinksulfatlösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) für die Probe mit bekanntem Yttriumgehalt, in ml

Für die mit einer Sr-85-Relativmessung (Messung in gleicher Geometrie, unmittelbar nacheinander auf dem selben Detektor) erhaltene chemische Strontiumausbeute η_{Sr-90} gilt nach Gleichung 6:

$$\eta_{Sr-90} = \frac{R_P}{R_S} \quad (6)$$

mit

R_P = Nettozählrate der Sr-85-Linie der Probenlösung in s^{-1}

R_S = Nettozählrate der Sr-85-Linie der Standardlösung in s^{-1}

Die Standardabweichung $s(a_{Sr-90})$ der spezifischen Aktivität a_{Sr-90} lautet:

$$s(a_{Sr-90}) = s(R_{Y-90}) \cdot a_{Sr-90} / R_{Y-90} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ FM} \quad (7)$$

mit $s(R_{Y-90})$ nach Gleichung 3a, b.

5.1 Rechenbeispiel

Für die Analyse und Auswertung der 1. Messung der Y-90-Abklingkurve einer Heringsfleisch-Probe seien folgende Größen gegeben:

$$R_1(t_1) = 0,00267 \text{ s}^{-1}$$

$$R_0 = 0,00258 \text{ s}^{-1}$$

$$t_m = t_0 = 30\,000 \text{ s}$$

$$t_1 = 25\,920 \text{ s}$$

$$t_w = 1,050 \cdot 10^6 \text{ s}$$

$$t_A = 5,70 \cdot 10^6 \text{ s}$$

$$\varepsilon_{Y-90} = 0,290$$

$$m_A = 0,080 \text{ kg}$$

$$q_F = 66,11$$

$$R_P = 6,44 \text{ s}^{-1}$$

$$\begin{aligned} R_S &= 23,42 \text{ s}^{-1} \\ V_{Pr} &= 5,06 \text{ ml} \\ V_{Tr} &= 4,61 \text{ ml} \end{aligned}$$

Damit ergeben sich folgende Abkling- bzw. Aufbauaktoren:

$$\begin{aligned} f(t_1) &= 0,885 \quad (\text{nach Gleichung 2}), \\ f_0 &= 0,9956 \quad \text{und} \\ f_w &= 0,9571. \end{aligned}$$

Für die chemische Ausbeuten erhält man:

$$\begin{aligned} \eta_{Y-90} &= 0,917 \quad (\text{nach Gleichung 5}), \\ \eta_{Sr-90} &= 0,275 \quad (\text{nach Gleichung 6}). \end{aligned}$$

Die Y-90-Nettozählrate zum Zeitpunkt der Yttriumfällung wird:

$$R_{Y-90} = 0,00302 \text{ s}^{-1} \quad (\text{nach Gleichung 1}).$$

Damit ergibt sich für die spezifische Sr-90-Aktivität:

$$a_{Sr-90} = 0,0082 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ FM} \quad (\text{nach Gleichung 4}).$$

Um die Standardabweichung der spezifischen Sr-90-Aktivität zu bekommen, berechnet man der Reihe nach:

$$\begin{aligned} s[R_1(t_1)] &= 5,11 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1} \quad (\text{nach Gleichung 3 b}), \\ s(R_{Y-90}) &= 5,77 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1} \quad (\text{nach Gleichung 3 a}) \quad \text{und} \\ s(a_{Sr-90}) &= 0,0016 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ FM} \quad (\text{nach Gleichung 7}). \end{aligned}$$

5.2 Fehlerbetrachtung

Die soeben errechnete Standardabweichung berücksichtigt nur den zählstatistischen Anteil. Hinzu kommen Unsicherheiten aus der Bestimmung der Nachweiswahrscheinlichkeit und der beiden chemischen Ausbeuten, die jeweils 2 bis 5% betragen können. Wenige Prozent an Unsicherheiten bei der Bestimmung der Probenmassen und des Verhältnisses Feuchtmasse zu Aschemasse (andere Fehler sind vernachlässigbar) kommen weiterhin dazu und müssen nach den Regeln des Kapitels IV.5 dieser Meßanleitungen, Abschnitt 4.9, zu der zählstatistischen Unsicherheit addiert werden. Erfahrungsgemäß liegt die gesamte Unsicherheit im Bereich von etwa 10 bis 15%.

6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Zur Bestimmung der Nachweisgrenze wird vereinfachend nur von der ersten Messung der Abklingkurve ausgegangen. Analog zu Gleichung 4 ergibt sich die auf die Feuchtmasse (FM) und das Probeentnahmedatum bezogene Nachweisgrenze für die spezifische Sr-90-Aktivität nach folgender Gleichung 8:

$$g_{Sr-90} = \frac{G_1/f(t_1)}{\varepsilon_{Y-90} \cdot \eta_{Y-90} \cdot \eta_{Sr-90} \cdot m_A \cdot q_F \cdot f_0 \cdot f_w} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ FM} \quad (8)$$

worin neben den schon definierten Größen bedeuten:

G_1 = Nachweisgrenze der Y-90-Nettozählrate $R_1(t_1)$ zum Zeitpunkt der Messung, in s^{-1}

$f(t_1)$ = Abklingfaktor für die 1. Messung des Y-90, vgl. Gl. 2

Für die Nachweisgrenze G_1 , deren Berechnung nach Abschnitt 2.1 des Kapitels IV.5 dieser Meßanleitungen erfolgt, ergibt sich bei Verwendung einer Nulleffektzählrate $R_0 = 0,005 s^{-1}$ und den Meßzeiten $t_m = t_0 = 36000 s$ ein Wert von $G_1 = 2,75 \cdot 10^{-3} s^{-1}$.

Für einen Y-90-Abklingfaktor $f(t_1)$ von 0,74 für die erste Messung, eine Y-90-Nachweiswahrscheinlichkeit $\varepsilon_{Y-90} = 0,33$, eine chemische Y-90-Ausbeute $\eta_{Y-90} = 0,85$ sowie eine chemische Strontiumausbeute $\eta_{Sr-90} = 0,25$ ergeben sich für verschiedene Ausgangsmassen $m_A \cdot q_F$ (in kg Feuchtmasse) die in der nachfolgenden Tabelle 1 aufgeführten Nachweisgrenzen für die spezifische Sr-90-Aktivität, bezogen auf den Zeitpunkt der Messung.

Tabelle 1

Ausgangsmasse kg FM	ξ_{Sr-90} Bq · kg ⁻¹ FM
1	0,053
2	0,026
3	0,018
4	0,013
5	0,010

7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

7.1 Chemikalien

Wenn verfügbar, sollen Chemikalien mit dem Reinheitsgrad p. a. eingesetzt werden.

- Yttrium-Trägerlösung: 10 mg Y^{3+} ml⁻¹. Es werden 8,54 g $YCl_3 \cdot 6H_2O$ in dest. Wasser gelöst und auf 250 ml aufgefüllt (Gehaltsbestimmung erfolgt komplexometrisch); im Meßkolben ansetzen.
- Strontium-Trägerlösung: 40 mg Sr^{2+} ml⁻¹. Es werden 24,154 g $Sr(NO_3)_2$ in dest. Wasser gelöst und auf 250 ml aufgefüllt; im Meßkolben ansetzen.
- Cäsium-Trägerlösung: 30 mg Cs^+ ml⁻¹. Es werden 9,501 g $CsCl$ in dest. Wasser gelöst und auf 250 ml aufgefüllt; im Meßkolben ansetzen.
- Barium-Trägerlösung: 20 mg Ba^{2+} ml⁻¹. Es werden 9,514 g $Ba(NO_3)_2$ in dest. Wasser gelöst und auf 250 ml aufgefüllt; im Meßkolben ansetzen.
- HDEHP in n-Heptan: 0,45 mol · l⁻¹. Es werden 150 ml Bis-(2-ethylhexyl)-hydrogenphosphat mit n-Heptan auf 1000 ml aufgefüllt.
- Adogen in Toluol: Es werden 300 ml Adogen 464 (Triethylmethylammoniumchlorid) mit Toluol auf 1000 ml aufgefüllt.
- Boratpuffer: 0,1 mol · l⁻¹. Es werden 38,1 g $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ und 6,18 g H_3BO_3 in dest. Wasser gelöst und auf 1000 ml aufgefüllt.
- Zinksulfatlösung (0,1 mol · l⁻¹)
- Titriplex-III-Lösung (0,1 mol · l⁻¹)
- Eriochromschwarz T (Indikator für Metalltitrationen): Es werden 99 Teile NaCl und ein Teil Indikator in einem Mörser innig vermischt.

- Eisen-Trägerlösung: 100 mg Fe^{3+} je ml. Es werden 180,84 g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$ in dest. Wasser unter Zusatz von einigen Tropfen Salpetersäure ($14,4 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst und auf 250 ml aufgefüllt.
- Calcium-Trägerlösung: 100 mg Ca^{2+} je ml. Es werden 147,3 g $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ in dest. Wasser gelöst und auf 250 ml aufgefüllt.
- Salpetersäure ($14,4 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$)
- Salzsäure ($12,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$)
- Ammoniaklösung ($13,4 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$)
- Natriumcarbonat (wasserfrei)
- Natriumacetat
- Natronlauge (400 g NaOH je Liter; $10 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$)
- Eisen(III)-nitrat-Nonahydrat [$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$]
- Salpetersäure ($7,2 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$): 500 ml Salpetersäure ($14,4 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) werden mit dest. Wasser auf 1000 ml aufgefüllt.
- Salzsäure ($9 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$): 744 ml Salzsäure ($12,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) werden mit dest. Wasser auf 1000 ml aufgefüllt.
- Salzsäure ($1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$): 83 ml Salzsäure ($12,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) werden mit dest. Wasser auf 1000 ml aufgefüllt.
- gesättigte Oxalsäure-Lösung [Löslichkeit: 102 g $(\text{COOH})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ je Liter H_2O bei 20°C].

7.2 Geräte

Geräte zur Probeentnahme und Probenvorbereitung einschließlich Veraschung: siehe Meßanleitung G- γ -SPEKT-FISCH-01.

- Exsikkator
- Bechergläser (1000 ml; hohe bzw. breite Form)
- Zentrifuge/Zentrifugengläser (200 ml bzw. 400 ml)
- Scheidetrichter (11, 500 ml)
- Hahn'sche Nutsche, Durchmesser 20 mm
- Trockenschrank
- Mylarfolie
- Präparateträger, «ring + disc», Durchmesser 1 Zoll
- Analysenwaage
- Bürette
- Erlenmeyerkolben (300 ml)
- Antikoinzidenz-Betameßplatz
- Programmierbarer Rechner oder Taschenrechner mit Statistikfunktionen für die Auswertung.