

**Verfahren zur gammaspektrometrischen
Bestimmung spezifischer Aktivitäten
von Radionukliden in Fisch und
Fischerzeugnissen**

G- γ -SPEKT-FISCH-02

Bearbeiter:

G. Kanisch

A. Krüger

Leitstelle für Fisch und Fischereierzeugnisse, Krustentiere,
Schalentiere, Meereswasserpflanzen

Verfahren zur gammaspektrometrischen Bestimmung spezifischer Aktivitäten von Radionukliden in Fisch und Fischerzeugnissen

1 Anwendbarkeit

Das nachstehend beschriebene Verfahren wird vor allem nach einer Freisetzung radioaktiver Stoffe eingesetzt, um schnell einen Überblick über Art und Ausmaß der Kontamination zu bekommen (IMIS-Intensivmessprogramm). Insbesondere erlaubt dieses Verfahren die Bestimmung der spezifischen Aktivitäten von Iodisotopen, die mit dem Verfahren G- γ -SPEKT-FISCH-01 aufgrund der Flüchtigkeit des Iods bei der Veraschung nicht quantitativ bestimmt werden können.

Das vorliegende Verfahren kann aber auch zur Bestimmung der spezifischen Aktivitäten gammastrahlender Radionuklide in Proben von Fisch und Fischerzeugnissen gemäß dem IMIS-Routinemessprogramm nach Strahlenschutzgesetz (StrlSchG) und der Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung kerntechnischer Anlagen (REI) im bestimmungsgemäßen Betrieb verwendet werden

2 Probeentnahme

Zu Grundsätzen der Probeentnahme von Fisch wird auf die Messanleitung G- γ -SPEKT-FISCH-01 verwiesen. Die Probenmenge muss so bemessen sein, dass zur Messung etwa 1,5 kg Frischmasse des zu analysierenden Materials zur Verfügung stehen, um eine 1-Liter-Ringschale zu befüllen.

Im Falle erhöhter Kontaminationen sind bei der Probeentnahme und der weiteren Probenbehandlung von Fischen besondere Vorsichtsmaßnahmen zu beachten. Unmittelbar nach der Tötung sind die Tiere in Polyethylenbeutel zu verpacken und in geeigneten Behältern auf Eis zu lagern. Die Proben sollten nach Möglichkeit nicht eingefroren werden, da sie zur sofortigen Messung vorgesehen sind. Lässt sich ein Einfrieren nicht vermeiden, ist das beim Auftauen frei werdende Gewebewasser mit zu messen. Dabei ist darauf zu achten, dass es zusammen mit dem zerkleinerten Fleisch homogen über das Volumen der Ringschale verteilt wird.

Bei importierter Ware werden neben Fischen auch Schalen- und Krustentiere sowie Konserven (Fischerzeugnisse) beprobt. Die Proben werden über die im jeweiligen Bundesland tätigen Importeure beschafft und die essbaren Anteile analysiert. Je nach Verzehrgewohnheit ist der Inhalt von Konserven mit oder ohne Flüssigkeit zu entnehmen.

Zur korrekten Probenkennzeichnung wird auf das Verfahren G- γ -SPEKT-FISCH-01 und die Literatur (1) verwiesen.

3 Analyse

3.1 Prinzip des Verfahrens

Frischer Fisch wird zunächst filetiert. Fischfilets bzw. Fischerzeugnisse aus Konserven werden zerkleinert und homogenisiert. Anschließend erfolgt in einer 1-Liter-Ringschale die Bestimmung der spezifischen Aktivitäten der Gammastrahlen emittierenden Radionuklide, einschließlich der Iodisotope, mit Hilfe einer Gammaskpektrometriemesseinrichtung.

3.2 Probenvorbereitung

Alle für die Probenvorbereitung eingesetzten Werkzeuge, z. B. Filetierbretter und Filetirmesser, sowie Ringschalen sind vor jeder Benutzung mit einer Reinigungslösung zu säubern.

Die Fische werden nach einer haushaltsüblichen Reinigung filetiert, wobei Haut und Gräten weitgehend entfernt werden. Das erhaltene Fleisch wird fein gewürfelt und anschließend nach Zugabe eines Konservierungsmittels, z. B. Natriumazid, durchmischt (siehe unten). Von der Verwendung eines Mixers oder Fleischwolfs wird abgeraten, wenn eine erhöhte Kontamination zu erwarten ist.

Im Falle von Fischerzeugnissen ist zu beachten, dass neben dem Füllgut aus Konserven die Aufgussflüssigkeit (z. B. Soßen) entsprechend der Verzehrgeohnheiten mitverarbeitet wird; andernfalls ist diese abzugießen. Eine weitergehende Säuberung des Füllgutes erfolgt nicht; je nach Konsistenz des Füllgutes ist eine Zerkleinerung erforderlich. Die Zugabe eines Konservierungsmittels erfolgt vor der Homogenisierung.

Im Allgemeinen ist das Messpräparat nur kurz haltbar. Die Zugabe des Konservierungsmittels wie Natriumazid verlangsamt mikrobiologische Prozesse im Messpräparat, durch die Gase freigesetzt werden, die zu einem Aufquellen des Messpräparates führen. Es ist darauf zu achten, dass der Deckel auf dem Messgefäß nur locker aufliegt. Zusätzlich sollte entweder die verwendete Messkammer mit Folie ausgekleidet oder das Messgefäß in einem genügend großen Kunststoffbeutel, z. B. Müllbeutel, eingebracht werden.

Bei längerer Wartezeit ist das Messpräparat bis zum Beginn der Messung in einem Kühlschrank aufzubewahren.

3.3 Radiochemische Trennung

Eine radiochemische Trennung ist nicht erforderlich.

4 Messung der Aktivität

4.1 Allgemeines

Zu grundlegenden Ausführungen zur Gammaskpektrometrie und Schutzmaßnahmen bei erhöhter Kontamination wird auf das Allgemeine Kapitel γ -SPEKT/GRUNDL dieser Messanleitungen sowie auf die Literatur (1, 2, 3, 4) verwiesen.

4.2 Kalibrierung

4.2.1 Kalibrierung mit wässriger Lösung

Zur Ermittlung der Energieabhängigkeit der Nachweiswahrscheinlichkeit wird auf das Allgemeine Kapitel γ -SPEKT/GRUNDL dieser Messanleitungen verwiesen.

Die Kalibrierung erfolgt mit geeigneten Kalibrierpräparaten, z. B. wässrigen Lösungen von rückführbaren Aktivitätsnormalen der zu bestimmenden Radionuklide.

4.2.2 Selbstschwächungskorrektur

Für Fischfleisch kann eine Dichtekorrektur der Nachweiswahrscheinlichkeit vernachlässigt werden. Die Dichte des Probenmaterials unterscheidet sich kaum von der Dichte der wässrigen Kalibrierlösung ($1 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$), da frisches Fischfleisch zu ca. 80 % aus Wasser besteht.

4.3 Nulleffekt

Ausführungen zur Ermittlung des Nulleffektes können dem Verfahren G- γ -SPEKT-FISCH-01 und dem Allgemeinen Kapitel γ -SPEKT/NULLEF dieser Messanleitungen entnommen werden.

Der Nulleffekt ist mit verkürzten Messdauern häufiger, z. B. arbeitstäglich, zu kontrollieren, wenn im Fischfleisch um mehr als zwei Größenordnungen höhere spezifische Aktivitäten als im Routinebetrieb vorliegen.

Für Fischproben ist die zuverlässige Bestimmung der K-40-Nulleffektzählrate von Bedeutung, weil bei der späteren Auswertung der Messung die spezifische Aktivität von K-40 zur Plausibilitätsprüfung verwendet wird.

4.4 Messung

Für die Durchführung der Messung wird auf Abschnitt 4.4 dem Verfahren G- γ -SPEKT-FISCH-01 verwiesen.

Anstelle des dort beschriebenen zylindrischen Messbeckers wird eine 1-Liter-Ringschale eingesetzt.

5 Berechnung der Analyseergebnisse

5.1 Gleichungen zur Berechnung

Bei der Messung von Fischfleisch treten normalerweise keine Interferenzen zwischen Gammalinien verschiedener Radionuklide auf. Daher lassen sich die Aktivitäten der zu messenden Radionuklide in einfacher Form aus jeweils einer Gammalinie berechnen. Hinweise zur Aktivitätsbestimmung können dem Allgemeinen Kapitel γ -SPEKT/GRUNDL und zur Berücksichtigung von Interferenzen dem Allgemeinen Kapitel γ -SPEKT/INTERF dieser Messanleitungen entnommen werden.

Für die Berechnung der spezifischen Aktivität aus einer einzelnen Gammalinie bzw. aus mehreren Gammalinien wird auf das Verfahren G- γ -SPEKT-FISCH-01 verwiesen.

Wurde vom Radionuklid r eine Gammalinie mit der Nettozählrate $R_{n,r}$ nachgewiesen, wird die spezifische Aktivität a_r des Radionuklids r , bezogen auf die Feuchtmasse (FM) und den Zeitpunkt der Probeentnahme, nach der Gleichung (1) berechnet:

$$a_r = \varphi \cdot R_{n,r} = \frac{f_1 \cdot f_2 \cdot f_3 \cdot e^{\lambda_r \cdot t_A}}{\varepsilon \cdot p_\gamma \cdot m_F} \cdot R_{n,r} \quad (1)$$

mit:

$$f_3 = \frac{\lambda_r \cdot t_m}{1 - e^{-\lambda_r \cdot t_m}}$$

Darin bedeuten:

$R_{n,r}$ Nettozählrate der betrachteten Gammalinie des Radionuklids r , in s^{-1} ;

φ verfahrensbezogener Kalibrierfaktor, in $Bq \cdot s \cdot kg^{-1}$;

ε Nachweiswahrscheinlichkeit für Wasser, abhängig von der Energie und Füllhöhe, in $Bq^{-1} \cdot s^{-1}$;

f_1 Korrektionsfaktor für die Koinzidenzsummation;

f_2 Selbstschwächungskorrektionsfaktor für Fischfleisch relativ zu Wasser, $f_2 = 1$;

f_3 Korrektionsfaktor für das Abklingen des Radionuklids r während der Messung;

p_γ Emissionsintensität der betrachteten Gammalinie des Radionuklides r ;

m_F Masse des zur Messung eingesetzten frischen Fischfleisches, in kg;

t_A Zeitdauer zwischen Probeentnahme und Beginn der Messung, in s;

t_m Messdauer, in s;

λ_r Zerfallskonstante des Radionuklids r , in s^{-1} .

Die Nettozählrate der betrachteten Gammalinie des Radionuklids r ist gemäß Gleichung (2) zusammengesetzt:

$$R_{n,r} = R_{b,r} - R_{T,r} - R_{0,r} \quad (2)$$

Darin bedeuten:

$R_{b,r}$ Bruttozählrate der betrachteten Gammalinie des Radionuklids r , in s^{-1} ;

$R_{T,r}$ Linienuntergrundzählrate der betrachteten Gammalinie des Radionuklids r , z. B. als Trapezuntergrundzählrate, in s^{-1} ;

$R_{0,r}$ Nettozählrate der betrachteten Gammalinie des Radionuklids r im Nulleffektspektrum, in s^{-1} .

Im allgemeinen Ansatz für die Unsicherheit der Nettozählrate gemäß Gleichung (3) werden die Koeffizienten μ_k nach Gleichung (4) ermittelt:

$$u^2(R_{n,r}) = \mu_0 \cdot R_{n,r}^2 + \mu_1 \cdot R_{n,r} + \mu_2 \quad (3)$$

$$\mu_0 = 0 \quad \mu_1 = \frac{1}{t_m} \quad \mu_2 = \frac{R_{T,r} + R_{0,r}}{t_m} + u^2(R_{T,r}) + u^2(R_{0,r}) \quad (4)$$

Bei Verwendung eines linearen Untergrundes (Trapezverfahren) lässt sich der Ausdruck für μ_2 gemäß Gleichung (5) darstellen:

$$\mu_2 = \frac{R_{T,r}}{t_m} \cdot \left(1 + \frac{b}{2 \cdot L}\right) + R_{0,r} \cdot \left(\frac{1}{t_m} + \frac{1}{t_0}\right) + \frac{R_{T,0,r}}{t_0} \cdot \left(1 + \frac{b_0}{2 \cdot L_0}\right) \quad (5)$$

Hierin bedeuten:

t_0 Messdauer des Nulleffektspektrums, in s;

b Fußbreiten der Gammalinien des Probenspektrums, in Kanälen;

b_0 Fußbreiten der Gammalinien des Nulleffektspektrums, in Kanälen;

L Anzahl derjenigen Kanäle im Probenspektrum, über die der Linienuntergrund jeweils links und rechts vom Peak bestimmt wird;

L_0 Anzahl derjenigen Kanäle im Nulleffektspektrum, über die der Linienuntergrund jeweils links und rechts vom Peak bestimmt wird;

$R_{T,0,r}$ Linienuntergrundzählrate in der Gammalinie des Radionuklids r im Nulleffektspektrum, z. B. als Trapezuntergrundzählrate, in s^{-1} .

Gleichung (5) gilt in sehr guter Näherung auch für die empirisch berechnete Untergrundstufenfunktion.

Die μ_k -Koeffizienten brauchen nur noch in Gleichung (3) eingesetzt werden, um die Standardunsicherheit $u(R_{n,r})$ der Nettozählrate gemäß Gleichung (6) zu erhalten:

$$\begin{aligned} u^2(R_{n,r}) &= \frac{R_{n,r}}{t_m} + \mu_2 = \\ &= \frac{R_{n,r}}{t_m} + \frac{R_{T,r}}{t_m} \cdot \left(1 + \frac{b}{2L}\right) + R_{0,r} \cdot \left(\frac{1}{t_m} + \frac{1}{t_0}\right) + \frac{R_{T,0,r}}{t_0} \cdot \left(1 + \frac{b_0}{2L_0}\right) \end{aligned} \quad (6)$$

Falls keine entsprechende Linie im Nulleffektspektrum vorhanden ist, entfallen in Gleichung (6) die beiden letzten Terme.

Die kombinierte Standardunsicherheit der spezifischen Aktivität $u(a_r)$ lautet unter Verwendung von Gleichung (1):

$$u(a_r) = a_r \cdot \sqrt{u_{\text{rel}}^2(\varphi) + u_{\text{rel}}^2(R_{n,r})} \quad (7)$$

Hierbei ist die relative Standardunsicherheit des verfahrensbezogenen Kalibrierfaktors $u_{\text{rel}}(\varphi)$ nach Gleichung (8) zu ermitteln, wobei die Unsicherheiten der Zerfallskorrekturen vernachlässigbar sind:

$$u_{\text{rel}}(\varphi) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(f_1) + u_{\text{rel}}^2(f_2) + u_{\text{rel}}^2(\varepsilon) + u_{\text{rel}}^2(p_\gamma) + u_{\text{rel}}^2(m_F)} \quad (8)$$

5.2 Rechenbeispiel

Im nachfolgenden Beispiel zur Berechnung der spezifischen I-131-Aktivität in 1 kg Fischfleisch (FM) wurde für die Auswertung nur die Gammalinie bei 364,5 keV verwendet. Weiterhin werden folgende Zahlenwerte zugrunde gelegt:

| | | | | | |
|-----------------|---|---|-------------------------------|---|---------------------------|
| $R_{n,I-131}$ | = | 0,5115 s ⁻¹ ; | $R_{T,I-131}$ | = | 0,00196 s ⁻¹ ; |
| m_F | = | 1,00 kg; | $u_{\text{rel}}(m_F)$ | = | 0,004; |
| p_γ | = | 0,812; | $u_{\text{rel}}(p_\gamma)$ | = | 0,00985; |
| ε | = | 0,01775 Bq ⁻¹ ·s ⁻¹ | $u_{\text{rel}}(\varepsilon)$ | = | 0,029; |
| f_1 | = | 1,000; | $u_{\text{rel}}(f_1)$ | = | 0; |
| f_2 | = | 1,0; | $u_{\text{rel}}(f_2)$ | = | 0; |
| $b/(2 \cdot L)$ | = | 0,523. | | | |

Die Standardunsicherheiten folgender Eingangsgrößen sind vernachlässigbar:

| | | | | | |
|-------|---|----------|-------------------|---|--|
| t_A | = | 57600 s; | λ_{I-131} | = | 9,999·10 ⁻⁷ s ⁻¹ ; |
| t_m | = | 1800 s. | | | |

Damit ergibt sich der Korrektionsfaktor f_3 für das Abklingen der Aktivität während der Messdauer:

$$f_3 = \frac{9,999 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1} \cdot 1800 \text{ s}}{1 - e^{-9,999 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1} \cdot 1800 \text{ s}}} = 1,0009$$

Die Nachweiswahrscheinlichkeit in Asche ε_A wird nach Gleichung (4) berechnet:

$$\varepsilon_A = \frac{0,03056}{0,976} \text{ Bq}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} = 0,03131 \text{ Bq}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$$

Die spezifische Aktivität im Fischfleisch bezogen auf die Feuchtmasse (FM) beträgt nach Gleichung (1):

$$a_{I-131} = \frac{1,0 \cdot 1,0 \cdot 1,0009 \cdot e^{9,999 \cdot 10^{-7} \text{s}^{-1} \cdot 57600 \text{s}}}{0,01775 \text{ Bq}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot 0,812 \cdot 1,0 \text{ kg}} \cdot 0,5115 \text{ s}^{-1} =$$

$$= 73,5613 \text{ Bq}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{kg} \cdot 0,5115 \text{ s}^{-1} = 37,6266 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)}$$

Die relative Standardunsicherheit des verfahrensbezogenen Kalibrierfaktors wird gemäß Gleichung (8) berechnet:

$$u_{\text{rel}}(\varphi) = \sqrt{0^2 + 0^2 + 0,029^2 + 0,00985^2 + 0,004^2} = 0,030887$$

Für die Standardunsicherheit der Nettozählrate wird nach Gleichung (6) unter Vernachlässigung der beiden letzten Terme erhalten:

$$u(R_{n,I-131}) = \sqrt{\frac{0,5115 \text{ s}^{-1}}{1800 \text{ s}} + \frac{0,00196 \text{ s}^{-1}}{1800 \text{ s}} \cdot (1 + 0,523)} = 1,6906 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$$

Die kombinierte Standardunsicherheit der spezifischen Aktivität $u(a_{I-131})$ wird nach Gleichung (7) berechnet:

$$u(a_{I-131}) = 37,6266 \cdot \sqrt{0,030887^2 + \left(\frac{1,6906 \cdot 10^{-2}}{0,5115}\right)^2} \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} =$$

$$= 37,6266 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot 0,04524 = 1,7021 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)}$$

Damit beträgt die spezifische I-131-Aktivität:

$$a_{I-131} = (37,6 \pm 1,7) \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)}$$

5.3 Unsicherheiten der Analyseergebnisse

Die kombinierten Standardunsicherheiten betragen im Allgemeinen weniger als 20 %; außer die Aktivitäten sind so klein, dass bereits die relativen Messunsicherheiten der Nettozählraten allein schon 20 % deutlich überschreiten. Die Standardunsicherheit des Selbstschwächungskorrektionsfaktors trägt hierzu praktisch nichts bei.

Bei Mehrliniennukliden, z. B. Cs-134, muss der Unsicherheitsbeitrag des Korrektionsfaktors für die Koinzidenzsumation mit berücksichtigt werden, der bei signifikanten Korrekturen einige Prozent betragen kann (siehe Allgemeine Kapitel γ -SPEKT/GRUNDL und γ -SPEKT/SUMESC dieser Messanleitungen).

6 Charakteristische Grenzen des Verfahrens

Die Berechnung der charakteristischen Grenzen erfolgt nach DIN ISO 11929.

Ein Excel-Tabellenblatt (siehe Abschnitt 7.3.1) sowie eine Projektdatei zum Programm UncertRadio (siehe Abschnitt 7.3.2) sind auf der Internetseite dieser Messanleitung abrufbar.

Weiterführende Betrachtungen zu den charakteristischen Grenzen finden sich in den Allgemeinen Kapiteln ERK/NACHWEISGR-ISO-01 und ERK/NACHWEISGR-ISO-02 dieser Messanleitungen.

6.1 Gleichungen zur Berechnung

6.1.1 Erkennungsgrenze

Zur Berechnung der Erkennungsgrenze a_r^* der spezifischen Aktivität des Radionuklids r wird auf Abschnitt 6.1 des Verfahrens G- γ -SPEKT-FISCH-01 verwiesen.

6.1.2 Nachweisgrenze

Zur Berechnung der Nachweisgrenze $a_r^\#$ der spezifischen Aktivität des Radionuklids r wird auf Abschnitt 6.1 des Verfahrens G- γ -SPEKT-FISCH-01 verwiesen.

6.1.3 Grenzen des Überdeckungsintervalls

Eine Betrachtung der Grenzen des Überdeckungsintervalls ist nicht erforderlich.

6.2 Rechenbeispiel

Unter Verwendung der im Abschnitt 5.2 aufgeführten Werte der Eingangsgrößen und der Quantile für die Normalverteilung, $k_{1-\alpha} = 3,0$ und $k_{1-\beta} = 1,645$, wird zunächst die Hilfsgröße μ_2 berechnet. Da keine Nulleffektlinie vorhanden ist, wird in diesem Fall nur der erste Term von Gleichung (5) verwendet.

$$\mu_2 = \frac{0,00196}{1800} \cdot (1 + 0,523) \text{ s}^{-2} = 1,6584 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-2}$$

Unter Verwendung des verfahrensbezogenen Kalibrierfaktors φ wird gemäß Gleichung (22) des Verfahrens G- γ -SPEKT-FISCH-01 für die Erkennungsgrenze der spezifischen Aktivität a_{I-131}^* :

$$a_{I-131}^* = 73,5613 \text{ Bq}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{kg} \cdot 3,0 \cdot \sqrt{1,6584 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-2}} = 0,2842 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)}$$

Nach Gleichung (24) des Verfahrens G- γ -SPEKT-FISCH-01 beträgt mit den Werten der Hilfsgrößen

$$\theta = 1 - 1,645^2 \cdot 0,030887^2 = 0,9974$$

$$\psi = 1 + \frac{1,645^2}{2 \cdot 0,2842} \cdot \frac{73,5613}{1800} = 1,1946$$

die Nachweisgrenze der spezifischen Aktivität $a_{I-131}^{\#}$:

$$\begin{aligned} a_{I-131}^{\#} &= 0,2842 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \frac{1,1946}{0,9974} \cdot \left[1 + \sqrt{1 - \frac{0,9974}{1,1946^2} \cdot \left(1 - \frac{1,645^2}{3,0^2} \right)} \right] = \\ &= 0,3404 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot 1,715 = 0,5838 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ (FM)} \end{aligned}$$

7 Verzeichnis der Chemikalien und Geräte

7.1 Chemikalien

Die verwendeten Chemikalien sollten analysenrein sein.

- Reinigungsmittel: z. B. RBS-50-Super-Flüssigkonzentrat® 2 %.
- Konservierungsmittel: Natriumazid, NaN_3 (bei längerer Probenlagerung oder Messdauer erforderlich).

7.2 Geräte

Übliche Ausstattung eines radiochemischen Laboratoriums

7.2.1 Probeentnahme

- Eisbehälter / Kühlbehälter;
- Kunststofftüten;
- Tiefkühltruhe (ca. $-18 \text{ }^\circ\text{C}$), falls die Proben gelagert werden müssen.

7.2.2 Probenvorbereitung

- Filetierbrett aus Kunststoff;
- scharfe Filetiermesser;
- schnittfeste Handschuhe.

7.2.3 Kalibrierung und Messung

- 1-Liter-Ringschalen;
- PE-Folie oder -Tüten, als möglicher Spritzschutz für Detektor und Abschirmungsinnenraum.

7.3 Programmgestützte Auswertung

7.3.1 Ansicht des Excel-Tabellenblatts

Verfahren zur gammaspektrometrischen Bestimmung spezifischer Aktivitäten von Radionukliden in Fisch und Fischerzeugnissen

G- γ -SPEKT-FISCH-02

Version November 2015 / geprüft März 2020

Messanleitungen für die Überwachung radioaktiver Stoffe in der Umwelt und externer Strahlung (ISSN: 1865-8725)

PROBENBEZEICHNUNG:

I-131 (Auswertung als Einliniennuklid über die 364,5 keV-Linie)

| | |
|--------------------------------|-------|
| #Anzahl der Parameter p | 13 |
| k_alpha | 3 |
| k_beta | 1,645 |
| gamma | 0,05 |

Erstellen von
Excel-Variablen

| | |
|------------|-----------------------------|
| Anwender: | Daten- und Parametereingabe |
| | Definition Excel-Variablen |
| | Eingabe Excel-Formeln |
| Excel-VBA: | #Schlüsselwörter |
| | Werte aus VBA |

Dateneingabe-Block:

Unsicherheits-Budget:

| | #Werte der Parameter p | Einheit | Excel-Variablen | Eingabewerte | StdAbw | partielle Ableitungen | Unsicherh.-Budget | Budget in % |
|------|---------------------------------------|---------|-----------------|--------------|-------------|-----------------------|-------------------|-------------|
| p 1 | #Bruttoimpulsanzahl Nb | | Nb | 924,23 | 30,40115129 | 0,040867294 | 1,242412786 | 53,27511713 |
| p 2 | Trapez-UG-Zählrate | 1/s | RT | 1,9600E-03 | 7,5464E-04 | -73,56113 | 0,05551253 | 0,106359094 |
| p 3 | b/2L | | b2L | 5,2300E-01 | 0,0000E+00 | 0 | 0 | 0 |
| p 4 | Nachweiswahrscheinlichkeit | | eps | 1,7750E-02 | 5,1475E-04 | -2119,80151 | 1,091167828 | 41,09374246 |
| p 5 | Emissionintensität bei 364,5 keV | | p_gamm | 8,1200E-01 | 8,0000E-03 | -46,3381301 | 0,370705041 | 4,7429612 |
| p 6 | Feuchtmasse der Probe | kg | mF | 1,0000E+00 | 4,0000E-03 | -37,6265616 | 0,150506247 | 0,781810752 |
| p 7 | Zeitdifferenz Prnahme-->Messbeginn | s | tA | 5,7600E+04 | 0,0000E+00 | 3,7623E-05 | 0 | 0 |
| p 8 | Halbwertszeit I-131 | s | thalb | 6,9321E+05 | 1,6400E+02 | -3,175E-06 | 0,000520696 | 9,35754E-06 |
| p 9 | Faktor f. Koinzidenzsumation | | _f1 | 1,0000E+00 | 0,0000E+00 | 37,62659926 | 0 | 0 |
| p 10 | Faktor f. Selbstschwächungskorrektion | | _f2 | 1,0000E+00 | 0,0000E+00 | 37,62659926 | 0 | 0 |
| p 11 | Messdauer | s | tm | 1,8000E+03 | 0,0000E+00 | -0,02096494 | 0 | 0 |
| p 12 | Nettozählrate des NE-Peaks | 1/s | RnNE | 0,0000E+00 | 0,0000E+00 | 0 | 0 | 0 |
| p 13 | Messdauer der NE-Messung | s | tNE | 7,2000E+04 | 0,0000E+00 | 0 | 0 | 0 |

(Liste hier verlängerbar)

Modell-Block

c = phix * Rn

| | Hilfsgleichungen h | | | (Formeln) |
|-----|-------------------------------|-----|-----|------------|
| h 1 | #Bruttozählrate Rb | 1/s | Rb | 5,1346E-01 |
| h 2 | Zerfallskorrektion Messdauer | | _f3 | 9,9910E-01 |
| h 3 | Zerfallskorrektion Probenahme | | _f4 | 1,0593E+00 |

(Liste hier verlängerbar)

| | | | | |
|-------------------------------------|---------|------|------------|---|
| #Nettozählrate Rn | 1/s | Rn | 5,1150E-01 | |
| #Kalibrierfaktor, verf.-bez. | Bq*s/kg | phix | 7,3561E+01 | |
| #Ergebniswert | Bq/kg | Erg | 3,7627E+01 | 0,583716747 <-- von VBA modifizierb. Ergebniswert |
| #kombin. Stdmessunsicherheit | Bq/kg | uErg | 1,7022E+00 | |

#Erkennungsgrenze Bq/kg 0,284191691

#Nachweisgrenze Bq/kg 0,583716677

Rechnen!

weitere abgeleitete Werte

| Hilfsgröße Omega | | Omega | 1 |
|---------------------------------|-------|----------|------------|
| Bester Schätzwert | Bq/kg | BestWert | 3,7627E+01 |
| Unsicherheit des b. Schätzwerts | Bq/kg | | 1,7022E+00 |
| u. Grenze d. Vertrauensbereichs | Bq/kg | | 3,4290E+01 |
| o. Grenze d. Vertrauensbereichs | Bq/kg | | 4,0963E+01 |

Das zugehörige Excel-Tabellenblatt ist auf der Internetseite dieser Messanleitung verfügbar.

7.3.2 Ansicht der Resultatseite von UncertRadio

UncertRadio: Calculation of uncertainty budget and detection limits - G-gamma-SPEKT-FISCH-02_V2015-11_R2020-03.tpx

Datei Bearbeiten Optionen Hilfe

Verfahren Gleichungen Werte, Unsicherheiten Unsicherheitsbudget **Resultate** Text Editor

Gesamtes Messergebnis für a_I131 :

| | |
|-----------------------------------|--|
| Erweiterungsfaktor k: | 1,0 |
| Wert der Ergebnisgröße: | 37,63 Bq/kg (FM) |
| erweiterte (Std.-)Unsicherheit: | 1,702 Bq/kg (FM) |
| relative erw.(Std.-)Unsicherheit: | 4,524 % |
| Beste Schätzwerte nach Bayes: | <input type="checkbox"/> min. Coverage-Intervall |
| Wert der Ergebnisgröße: | 37,63 Bq/kg (FM) |
| erweiterte (Std.-)Unsicherheit: | 1,702 Bq/kg (FM) |
| untere Vertrauensgrenze: | 34,29 Bq/kg (FM) |
| obere Vertrauensgrenze: | 40,96 Bq/kg (FM) |
| Wahrscheinlichkeit (1-gamma): | 0,950 |

Erkennungs- und Nachweisgrenze für a_I131 :

| | | | |
|-------------------------|-------------------|--------------|---|
| Erkennungsgrenze (EKG): | 0,2842 Bq/kg (FM) | Iterationen: | 1 |
| Nachweisgrenze (NWG): | 0,5837 Bq/kg (FM) | Iterationen: | 6 |

k_alpha=3.000, k_beta=1.645 Methode: ISO 11929:2019, iterativ

Monte Carlo Simulation:

| | | |
|-----------------------------------|-------------------|--|
| Anzahl der simul. Messungen: | 100000 | <input type="checkbox"/> Werte <0 einbezogen |
| Anzahl der Runs: | 1 | <input type="checkbox"/> min. Coverage-Intervall |
| relSD%: | | |
| Wert der Ergebnisgröße: | 37,67 Bq/kg (FM) | 0,014 |
| erweiterte Unsicherheit: | 1,706 Bq/kg (FM) | 0,224 |
| relative erw.(Std.-)Unsicherheit: | 4,530 % | |
| untere Vertrauensgrenze: | 34,46 Bq/kg (FM) | 0,042 |
| obere Vertrauensgrenze: | 41,13 Bq/kg (FM) | 0,035 |
| Erkennungsgrenze (EKG): | 0,2878 Bq/kg (FM) | 0,873 |
| Nachweisgrenze (NWG): | 0,5869 Bq/kg (FM) | 0,476 |

aktiver Run: 1 IT: 10 Start MC

LinFit: Standardunsicherheit des Fitparameters ai:

| | |
|---------------------------------|--|
| aus LS-Analyse: | |
| aus Unsicherheitsfortpflanzung: | |
| reduziertes Chi-Quadrat: | |

Projekt: 15-11_R2020-03\G-gamma-SPEKT-FISCH-02_V2015-11_R2020-03.tpx Fertig!

Die zugehörige UncertRadio-Projektdatei ist auf der Internetseite dieser Messanleitung verfügbar.

Literatur

- (1) Verordnung (EG) Nr. 2065/2001 der Kommission vom 22. Oktober 2001 mit Durchführungsbestimmungen zur Verordnung (EG) Nr. 104/2000 des Rates hinsichtlich der Verbraucherinformation bei Erzeugnissen der Fischerei und der Aquakultur. Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaften 23.10.2001, L 278/6
- (2) DIN ISO 11929-1:2020 *Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Überdeckungsintervalls) bei Messungen ionisierender Strahlung – Grundlagen und Anwendungen – Teil 1: Elementare Anwendungen.*
- (3) DIN ISO 11929-2:2020 *Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Überdeckungsintervalls) bei Messungen ionisierender Strahlung – Grundlagen und Anwendungen – Teil 2: Fortgeschrittene Anwendungen.*
- (4) DIN ISO 11929-3:2020 *Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Überdeckungsintervalls) bei Messungen ionisierender Strahlung – Grundlagen und Anwendungen – Teil 3: Anwendungen von Entfaltungstechniken*