



Überwachung der Tritiumaktivität von Fisch

Bearbeiter: M. Kanisch, G. Kanisch, Bundesforschungsanstalt für Fischerei, Hamburg
S. Frenzel, Radiochem-Consult Stefan Frenzel, Neu-Isenburg

Inhaltsverzeichnis

1	Zweck der Überwachungsmaßnahme.....	1
2	Messgröße, Maßeinheit und zu fordernde Nachweisgrenze.....	1
2.1	Messgröße.....	1
2.2	Maßeinheit.....	1
2.3	Zu fordernde Nachweisgrenze.....	2
3	Messverfahren.....	2
3.1	Probenentnahme.....	2
3.2	Probenaufbereitung.....	2
3.2.1	Probenvorbereitung.....	2
3.2.2	Verbrennung des Fischfleisches.....	2
3.2.3	Durchführung der Reinigungsdestillation.....	3
3.2.4	Herstellung der Messproben.....	3
3.2.5	Herstellung von tritiumarmem Vergleichswasser.....	3
3.2.6	Verzeichnis der erforderlichen Geräte und Chemikalien.....	3
3.3	Messungen inklusive Kalibrierung, Wartung und Auswertung.....	4
3.3.1	Durchführung der Messungen.....	4
3.3.2	Optimierung des Flüssigszintillationsspektrometers.....	4
3.3.3	Auswertung der Messungen.....	4
3.4	Messunsicherheiten und erreichbare Erkennungs- und Nachweisgrenzen.....	5
3.4.1	Messunsicherheiten.....	5
3.4.2	Erreichbare Erkennungs- und Nachweisgrenzen.....	6
3.4.3	Berechnungsbeispiel.....	7
4	Bewertung des Verfahrens.....	8
5	Dokumentation.....	8
6	Literatur.....	9

1 Zweck der Überwachungsmaßnahme

Der Fischverzehr ist für die Strahlenexposition des Menschen durch die Ableitungen kerntechnischer Einrichtungen ein relevanter Expositionspfad [1].

Die Strahlenexposition durch das Radionuklid H-3 beträgt zurzeit etwa 1 % der durch die Radioisotope Cs-134/Cs-137 verursachten Exposition. Die Erhöhung der Tritiumkontamination der Gewässer durch Anstieg der Verwendung von Tritium in Forschung, Medizin und Industrie sowie durch vollständige Ausnutzung der Genehmigungswerte für die Abgabe von Tritium durch kerntechnische Anlagen könnte die Bestimmung von H-3 in Fischfleisch erforderlich machen.

2 Messgröße, Maßeinheit und zu fordernde Nachweisgrenze

2.1 Messgröße

Die Messgröße ist die spezifische Aktivität, d. h. die Summe der Aktivitäten des anorganisch und organisch gebundenen Tritiums, bezogen auf die Masse an Frischsubstanz.

2.2 Maßeinheit

Die Maßeinheit ist Bq pro kg Frischsubstanz.



LOSEBLATTSAMMLUNG FS-78-15-AKU
EMPFEHLUNGEN ZUR ÜBERWACHUNG
DER UMWELTRADIOAKTIVITÄT

Blatt: 3.1.18

Seite: 2 von 9

Stand: Dezember 2014

2.3 Zu fordernde Nachweisgrenze

Die Einhaltung des Dosiswertes von 0,01 mSv pro Jahr erfordert bei einer jährlichen Fischverzehrmenge von 20 kg eine Tritium-Nachweisgrenze von 14,2 kBq pro kg Fischfleisch. Mit der hier vorgestellten Analytik kann dieser Wert leicht um den Faktor 2000 unterschritten werden. Die daraus resultierende zu erreichende Nachweisgrenze von 3,8 Bq kg⁻¹ ist in guter Übereinstimmung mit der für Wasser erreichbaren Nachweisgrenze.

3 Messverfahren

3.1 Probenentnahme

Die Art der Fische und der Ort der Probenentnahme müssen in einem radioökologischen Zusammenhang mit der zu überwachenden Emissionsquelle und dem Verbraucher stehen. Die Fische werden noch im Freien nach der Tötung nach Arten sortiert, in Kunststoffbeutel einzeln verpackt und im Labor bis zur Verarbeitung schockgefroren.

3.2 Probenaufbereitung

3.2.1 Probenvorbereitung

Nach Ablösen der Haut vom frischen oder zur Konservierung tiefgefrorenen Fisch entnimmt man ca. 200 g Filet, bestimmt das Feuchtgewicht und trocknet die Probe bis zur Gewichtskonstanz (24 h bis 30 h) in der Gefriertrocknung. Das gefriergetrocknete Fischfleisch wird ausgewogen, fein pulverisiert und in 20-g-Portionen in das Quarzprobenschiffchen eingebracht. Hierbei ist die genaue Einwaage zu ermitteln.

Sollte das zur Verfügung stehende Fischmaterial keine 200 g Fleisch pro Tier ergeben, werden mehrere gleichartige Organismen eines Fanges zusammengefasst und das Fleisch vor der Gefriertrocknung homogenisiert. Ausreichende Fanggewichte liegen im Allgemeinen nicht unter 1 kg Frischsubstanz.

Das bei der Gefriertrocknung gewonnene Kondensatwasser wird aufgefangen und aufbewahrt, da dessen Tritiumkonzentration ebenfalls bestimmt werden muss.

3.2.2 Verbrennung des Fischfleisches

Das Kernstück der Verbrennungsapparatur besteht aus einem Quarzrohr (Verbrennungsrohr), das in einem Quarzschiffchen das gefriergetrocknete, homogenisierte Fischfleisch enthält. Dieses Rohr wird von vorgereinigter und trockener Luft (zur Zurückhaltung von tritiiertem Wasserdampf) mit einer Geschwindigkeit von 650 mL min⁻¹ durchströmt. Das Verbrennungsrohr ist von einem ebenfalls aus Quarz gefertigten Mantelrohr umgeben, welches von getrocknetem, nachgereinigtem Sauerstoff durchspült wird (Strömungsgeschwindigkeit 250 mL min⁻¹). Dieses Rohr enthält in seiner Spitze vor der Mündung des Verbrennungsrohres den Katalysator aus platinierter Quarzwolle. Das System wird von zwei Rohröfen beheizt, wobei der erste Ofen die Verbrennung des Fischfleisches im Probenschiffchen reguliert, und der zweite Ofen bei einer Dauertemperatur von 900 °C die vollständige Oxidation der Pyrolyseprodukte am Katalysator sicherstellt [2].

Der Verbrennungsofen wird nach einem Temperatur-Zeitprogramm aufgeheizt, für das nachfolgend ein Beispiel gegeben wird:

°C	150	200	230	250	280	300	320	350	380	400	450	500	600	700
min	45	30	30	30	30	30	30	30	30	20	20	20	30	30

Eine geringere Schrittweite in der Temperatursteigerung im Bereich der Hauptzersetzungsphase der organischen Substanz (230 bis 350 °C) ist besonders bei fetten, öligen Fischen anzuraten. Es gilt zu vermeiden,



dass Teer oder Crackprodukte durch unkontrollierte Reaktion in die Kühlfallen mitgerissen werden (Färbung des Kondensatwassers). Bei Bedarf werden die Haltephasen der einzelnen Temperaturschritte verlängert.

Nach Beendigung der Verbrennung werden die Kühlfallen abgenommen und sobald wie möglich verschlossen. Eine Rückwägung der Fallen zur Ermittlung der Ausbeute erfolgt am nächsten Tag nach Erreichen der Raumtemperatur.

Pro Fischfleischanalyse erfolgen zwei Verbrennungsdurchgänge, deren Verbrennungswässer vereinigt und zur Bereitung eines Messcocktails verwendet werden.

3.2.3 Durchführung der Reinigungsdestillation

Das durch Gefriertrocknung gewonnene Kondensatwasser des Fischfleisches sowie das Verbrennungswasser werden vor der Herstellung des Messcocktails einer Destillation unterworfen.

Die im Verbrennungswasser noch vorhandenen Pyrolyseprodukte wie zum Beispiel Stickstoff und Schwefel werden hierbei abgetrennt. Die Destillation erfolgt im Heliumstrom über Kupfer und Silberwolle bei einer Temperatur von 600 °C. Die so gereinigten Wässer gelangen zur Herstellung der Messcocktails.

3.2.4 Herstellung der Messproben

Zur Messung von Proben des Kondensats und des Verbrennungswassers im Flüssigszintillationsmessgerät werden Polyäthylenfläschchen mit einem Gesamtvolumen von 22 mL verwendet. Der Messcocktail enthält 10 mL Wasser und 12 mL eines geeigneten Szintillators und wird homogen geschüttelt.

Vor der Messung werden die Messcocktails 12 h abgedunkelt im Messgerät aufbewahrt und dabei gleichzeitig bei etwa 12 °C temperiert.

3.2.5 Herstellung von tritiumarmem Vergleichswasser

Um den für die Messung eines Tritiumcocktails in Ansatz zu bringenden Nulleffekt der Messanordnung bestimmen zu können, wird ein tritiumarmes Wasser benötigt. Hierzu werden z.B. nachgereinigter Sauerstoff und reinstes Propan in einer Wickboldapparatur verbrannt. Mit diesem Wasser wird wie unter 3.2.4 beschrieben ein Cocktail angesetzt (Nullprobe).

3.2.6 Verzeichnis der erforderlichen Geräte und Chemikalien

- Gefriertrocknungsanlage
- Anlage zur Verbrennung von biologischem Material
- Destillationsanlage
- Wickboldapparatur
- Propan (reinst)
- Sauerstoff nachgereinigt
- Helium (reinst)
- Pressluft oder Kompressor
- Flüssigszintillationsspektrometer
- Polyäthylenfläschchen, Volumen 22 mL
- Flüssigszintillator (z.B. Aquasol - 2 NEN)
- Dispensette (Brandt) für Aquasol
- Eppendorffpipette, 5 - 10 mL
- Glasflaschen, 25 mL, mit Schliff
- Hexachloroplatinsäure zur Synthese (z. B. Merck, Art. 807340)



- unbehandelte Quarzwolle
- druckluftbetriebenes Sprühgerät (z. B. Desaga)
- Silberdraht
- Silberwolle
- Kupfer in Drahtform zur Elementaranalyse (z. B. Merck, Art. 2701)
- Aceton
- Trockeneispellets
- eingeschmolzener H-3-Standard
- eingeschmolzener Leerstandard

3.3 Messungen inklusive Kalibrierung, Wartung und Auswertung

3.3.1 Durchführung der Messungen

Jede Messreihe, die maximal zehn Messproben enthält, beginnt mit einer Standardprobe und einer Nullprobe und wird am Ende durch eine weitere Nullprobe abgeschlossen. Um die Zählratenänderung durch Diffusion des Szintillatorcocktails durch die Wandung des Polyäthylenfläschchens in vertretbaren Grenzen zu halten, soll eine Messreihe nicht mehr als zehn Proben enthalten. Jede Probe wird hintereinander viermal 100 Minuten lang gemessen. Die Mittelwertbildung wird anschließend rechnerisch durchgeführt.

Um darüber hinaus eine Kontrolle über das Langzeitverhalten des Spektrometers zu bekommen, empfiehlt es sich, abgeschmolzene Glasfläschchen mit je einem Standard und einer Nullprobe bei jeder Messreihe mitlaufen zu lassen. Dadurch lassen sich Veränderungen am Spektrometer am besten erkennen.

3.3.2 Optimierung des Flüssigszintillationsspektrometers

Das Spektrometer soll in der Weise optimiert werden, dass die Nachweisgrenze für H-3 in Wasser möglichst klein ist.

Dazu muss man zunächst einen Szintillator verwenden, der so viel Wasser wie möglich aufnimmt. Hat man das Volumenverhältnis Wasser/ Szintillator einmal festgelegt, kommt es darauf an, möglichst viel von dem Cocktail im Probenfläschchen unterzubringen. Der hierbei begrenzende Faktor ist die Nachweiswahrscheinlichkeit: es gibt Spektrometer, die eine vom Volumen weitgehend unabhängige Nachweiswahrscheinlichkeit haben; bei anderen nimmt die Nachweiswahrscheinlichkeit mit zunehmendem Füllvolumen ab.

Die dritte Einflussgröße ist der Nulleffekt, welcher möglichst klein sein sollte. Da der Messcocktail wegen des großen Wassergehaltes ohnehin stark gequencht ist, erreicht man die Optimierung des Nulleffektes, indem man die obere Schwelle des - zunächst ganz offenen - Zählfensters so weit heruntersetzt, dass der Nulleffekt dabei deutlich abnimmt, die Nachweiswahrscheinlichkeit aber nur unwesentlich kleiner wird.

3.3.3 Auswertung der Messungen

Das Fischfleisch mit der Feuchtmasse m_F wird zunächst gefriergetrocknet. Der gesamte Trockenrückstand sei m_T . Die Differenz ($m_F - m_T$) ist gleich der Masse des Kondensats und ist zahlenmäßig gleich dem Volumen V_K des Kondensats, wenn man voraussetzt, dass die Dichte ρ_K des Kondensats gleich 1 g mL^{-1} ist. Bei Verbrennung der gesamten Trockenmasse entsteht eine Wassermenge vom Volumen V_T .

Als Messwerte erhält man die Aktivitätskonzentrationen des Kondensats c_K (Bq L^{-1}) und des Verbrennungswassers c_T (Bq L^{-1}), woraus sich als Gesamt-H-3-Aktivität a (Bq) der Fischprobe ergibt:

$$(1) \quad a = c_K v_K + c_T v_T$$

mit



LOSEBLATTSAMMLUNG FS-78-15-AKU
EMPFEHLUNGEN ZUR ÜBERWACHUNG
DER UMWELTRADIOAKTIVITÄT

Blatt: 3.1.18

Seite: 5 von 9

Stand: Dezember 2014

$$(2) \quad v_K = \frac{m_F - m_T}{\rho_K}$$

Es sind also zwei verschiedene Messungen erforderlich (Kondensat und Verbrennungswasser), auf deren Einzelheiten nachfolgend eingegangen werden soll. Der auf die Feuchtmasse des Fischfleisches bezogene Aktivitätsgehalt c_A des Tritiums berechnet sich nach der Formel:

$$(3) \quad c_A = c_K \frac{v_K}{m_F} + c_T \frac{v_T}{m_F}$$

worin

$$(4) \quad c_K = \frac{r_1}{\varepsilon_1 v_1}$$

und

$$(5) \quad c_T = \frac{r_2}{\varepsilon_2 v_2}$$

die Aktivitätskonzentrationen des Kondensats und des Verbrennungswassers darstellen. Dabei bedeuten:

r_1 :	Netto-Zählrate der Messungen des Kondensats	(s^{-1})
r_2 :	Netto-Zählrate des Verbrennungswassers	(s^{-1})
ε_1 :	Nachweiswahrscheinlichkeit der Messung des Kondensats	
ε_2 :	Nachweiswahrscheinlichkeit der Messung des Verbrennungswassers	
v_1 :	zur H-3-Messung eingesetztes Kondensatvolumen	(L)
v_2 :	zur H-3-Messung eingesetztes Verbrennungswasservolumen	(L)
v_K :	Gesamtvolumen des Kondensats	(L)
v_T :	Gesamtvolumen des Verbrennungswassers	(L)
m_F :	Feuchtmasse des Fischfleisches	(kg)

Im Allgemeinen wird dasselbe Spektrometer für die Messung des Kondensats und des Verbrennungswassers bei gleichen Bedingungen der Herstellung der Messproben verwendet, so dass ε_1 , ε_2 sowie v_1 , v_2 jeweils gleich groß sind.

3.4 Messunsicherheiten und erreichbare Erkennungs- und Nachweisgrenzen

3.4.1 Messunsicherheiten

Zur Herleitung der Standardmessunsicherheit wird die Gleichung (3) für c_A wie folgt umgeformt:

$$(6) \quad c_A = \omega_1 r_1 + \omega_2 r_2$$

mit

$$(7) \quad \omega_1 = \frac{v_K}{\varepsilon_1 v_1 m_F}$$

und

$$(8) \quad \omega_2 = \frac{v_T}{\varepsilon_2 v_2 m_F}$$

Damit ergibt sich für die Standardmessunsicherheit $u(c_A)$ des Aktivitätsgehaltes c_A :

$$(9) \quad u(c_A) = \sqrt{\omega_1^2 u_{R_1}^2 + \omega_2^2 u_{R_2}^2 + r_1^2 u_{\omega_1}^2 + r_2^2 u_{\omega_2}^2} \Leftrightarrow$$

$$(10) \quad u(c_A) = \sqrt{\omega_1^2 u_{R_1}^2 + \omega_2^2 u_{R_2}^2 + c_A^2 (u_{\text{rel},\omega_1}^2 + u_{\text{rel},\omega_2}^2)}$$

wobei zu setzen ist:

$$(11) \quad u_{R_1}^2 = \frac{r_1}{t_1} + \frac{r_0}{t_1} \left(1 + \frac{t_1}{t_0}\right)$$

$$(12) \quad u_{R_2}^2 = \frac{r_2}{t_2} + \frac{r_0}{t_2} \left(1 + \frac{t_2}{t_0}\right)$$

$$(13) \quad u_{\omega_1} = \omega_1 u_{\text{rel},\omega_1}$$

$$(14) \quad u_{\omega_2} = \omega_2 u_{\text{rel},\omega_2}$$

$$(15) \quad u_{\text{rel},\omega_1}^2 = \frac{u^2(v_K)}{v_K^2} + \frac{u^2(\varepsilon_1)}{\varepsilon_1^2} + \frac{u^2(v_1)}{v_1^2} + \frac{u^2(m_F)}{m_F^2}$$

$$(16) \quad u_{\text{rel},\omega_2}^2 = \frac{u^2(v_T)}{v_T^2} + \frac{u^2(\varepsilon_1)}{\varepsilon_2^2} + \frac{u^2(v_2)}{v_2^2} + \frac{u^2(m_F)}{m_F^2}$$

Dabei bedeuten:

r_0 : Nulleffektzählrate des Spektrometers (s⁻¹)

t_1 : Messzeit von r_1 (s)

t_2 : Messzeit von r_2 (s)

t_0 : Messzeit des Nulleffekts (s)

u_{rel,ω_1} : relative Standardmessunsicherheit von ω_1

u_{rel,ω_2} : relative Standardmessunsicherheit von ω_2

Sowie die übrigen Standardmessunsicherheiten $u(v_K)$, $u(v_T)$, $u(\varepsilon_1)$, $u(\varepsilon_2)$, $u(v_1)$, $u(v_2)$, $u(m_F)$.

Bei Tritiumgehalten c_A im Bereich der Nachweisgrenze, d. h. bei relativ großen zählstatistischen Messunsicherheiten u_{R_1} und u_{R_2} kann in Gleichung (9) der Term

$$r_1^2 u_{\omega_1}^2 + r_2^2 u_{\omega_2}^2$$

vernachlässigt werden.

3.4.2 Erreichbare Erkennungs- und Nachweisgrenzen

Nach DIN ISO 11929 [4] erhält man die Erkennungsgrenze c_A^* für die Bestimmung von H-3 im Wasser (Kondensat- und Verbrennungswasser) nach der Beziehung:

$$(17) \quad c_A^* = c_A(r_1 = r_2 = 0) = k_{1-\alpha} \sqrt{\omega_1^2 u_{R_0}^2(t_1) + \omega_2^2 u_{R_0}^2(t_2)} \Leftrightarrow$$

$$(18) \quad c_A^* = k_{1-\alpha} \sqrt{\omega_1^2 \frac{r_0}{t_1} \left(1 + \frac{t_1}{t_0}\right) + \omega_2^2 \frac{r_0}{t_2} \left(1 + \frac{t_2}{t_0}\right)}$$

bzw. für den Fall, dass die Messzeit $t_m = t_0 = t$ ist, gilt:

$$(19) \quad c_A^* = k_{1-\alpha} \sqrt{\frac{2r_0}{t} (\omega_1^2 + \omega_2^2)}$$

Für die Nachweisgrenze $c_A^\#$ ergibt sich folgender Ausdruck:

$$(20) \quad c_A^\# = c_A^* + k_{1-\beta} \sqrt{\omega_1^2 u_{R1}^2 + \omega_2^2 u_{R2}^2 + (c_A^\#)^2 (u_{\text{rel},\omega_1}^2 + u_{\text{rel},\omega_2}^2)}$$

$$(21) \quad c_A^\# = c_A^* + k_{1-\beta} \sqrt{\omega_1^2 \left(\frac{c_A^\#}{\omega_1 t_1} + \frac{r_0}{t_1} \left(1 + \frac{t_1}{t_0} \right) \right)^2 + \omega_2^2 \left(\frac{c_A^\#}{\omega_2 t_2} + \frac{r_0}{t_2} \left(1 + \frac{t_2}{t_0} \right) \right)^2 + (c_A^\#)^2 (u_{\text{rel},\omega_1}^2 + u_{\text{rel},\omega_2}^2)}$$

bzw. für den Fall, dass die Messzeit $t_m = t_0 = t$ ist:

$$c_A^\# = c_A^* + k_{1-\beta} \sqrt{\frac{c_A^\#}{t} (\omega_1 + \omega_2) + \frac{2r_0}{t} (\omega_1^2 + \omega_2^2) + (c_A^\#)^2 (u_{\text{rel},\omega_1}^2 + u_{\text{rel},\omega_2}^2)}$$

Dabei bedeuten:

$k_{1-\alpha}$: Quantil der Standardnormalverteilung für den Fehler 1. Art

$k_{1-\beta}$: Quantil der Standardnormalverteilung für den Fehler 2. Art

Nach den Messanleitungen [5] wird die Wahl von $k_{1-\alpha} = 3,0$ und $k_{1-\beta} = 1,645$, entsprechend einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 0,14 % für den Fehler 1. Art (α) und 5 % für den Fehler 2. Art (β) empfohlen.

3.4.3 Berechnungsbeispiel

Dabei ist angenommen worden, dass für beide Messungen (Kondensat und Verbrennungswasser) dasselbe Spektrometer unter den gleichen Messbedingungen verwendet worden ist.

Bei einer Ausgangsmenge von etwa 0,2 kg Fischfleisch erhält man in guter Näherung für den Quotienten

$$\frac{\sqrt{v_K^2 + v_T^2}}{m_F} = 0,8 \text{ L kg}^{-1}$$

Für Fischfleisch beträgt das Verhältnis zwischen Feucht- und Trockenmasse ungefähr 3,3 bis 5 [6, 7]. Zur Abschätzung der Standardunsicherheiten der Eingangsgrößen m_F , v_K , v_T , ε_1 , ε_2 , v_1 und v_2 wurden Rechteckverteilungen angenommen.

Für die Aktivitätsmessungen wird jeweils ein Aliquot vom Kondensat- und vom Verbrennungswasser verwendet.

Mit

$$k_{1-\alpha} = 3,0$$

$$k_{1-\beta} = 1,645$$

$$v_1 = v_2 = 0,010 \text{ L}$$

$$\varepsilon_1 = \varepsilon_2 = 0,26$$

$$r_0 = 0,083 \text{ s}^{-1}$$

$$t_m = t_0 = 24\,000 \text{ s}$$

$$m_F = 0,2 \text{ kg}$$

$$v_K = 0,15 \text{ L}$$

$$v_T = 0,056 \text{ L}$$

$$u(v_K) = u(v_T) = \frac{1}{\sqrt{3}} * 0,0001 \text{ L} = 5,774 \text{ E-05 L}$$

$$u(v_1) = u(v_2) = \frac{1}{\sqrt{3}} * 0,0001 \text{ L} = 5,774 \text{ E-05 L}$$



$$u(m_F) = \frac{1}{\sqrt{3}} * 0,0001 \text{ kg} = 5,774 \text{ E-05 kg}$$
$$u(\epsilon_1) = u(\epsilon_2) = \frac{1}{\sqrt{3}} * 0,001 = 5,774 \text{ E-04}$$

erhält man für die Erkennungsgrenze:

$$(22) \quad c_A^* = 3,0 * \sqrt{\frac{2*0,083}{24000} \left(\left(\frac{0,15}{0,26*0,01*0,2} \right)^2 + \left(\frac{0,056}{0,26*0,01*0,2} \right)^2 \right)} \approx 2,43 \text{ Bq kg}^{-1}$$

und für die Nachweisgrenze:

$$(23) \quad c_A^\# = c_A^* + \sqrt{\frac{c_A^\#}{24000} \left(\frac{0,15}{0,26*0,01*0,2} + \frac{0,056}{0,26*0,01*0,2} \right) + \frac{2*0,083}{24000} \left(\frac{0,15}{0,26*0,01*0,2} \right)^2 + \left(\frac{0,056}{0,26*0,01*0,2} \right)^2} + (c_A^\#)^2 (3,850\text{E-05} + 3,941\text{E-05})} \approx 3,8 \text{ Bq kg}^{-1}$$

4 Bewertung des Verfahrens

Die katalytische Verbrennung des Fischfleisches mit vorheriger Präparation durch Gefriertrocknung erlaubt es, sowohl den Anteil des organisch gebundenen Tritiums mittels des Verbrennungswassers als auch den Anteil des organisch gebundenen Tritiums im Kondensatwasser einer Probe zu erfassen.

Trotz einfacher Herstellung der Messpräparate sowie einfacher Bedienung des Flüssigszintillationsmessgerätes muss die Gesamtanalyse, besonders hinsichtlich der Gewinnung des Verbrennungswassers, als sehr kostspielig und zeitaufwendig bezeichnet werden. Zur Gewinnung einer ausreichenden Menge an Verbrennungswasser zur Herstellung eines Messpräparates sind zwei Verbrennungsdurchgänge nötig. Da das Abkühlen des gut isolierten Verbrennungsofens auf die Grundtemperatur ca. zehn Stunden dauert, kann maximal eine Verbrennung pro Tag gefahren werden.

5 Dokumentation

Neben der Darstellung der Messergebnisse sollten folgende Daten verfügbar gehalten werden:

- Verhältnis Feuchte-/Trockenmasse
- Kondensatausbeute nach Gefriertrocknung
- Einwaage der Frischsubstanz in der Verbrennungsapparatur
- Verbrennungsprotokoll, Verbrennungsausbeute
- gerätespezifische Daten des verwendeten Szintillationsmessgerätes
- Messzeit
- Besonderheiten und Bemerkungen



6 Literatur

- [1] Feldt, W., Expositionspfad Fischverzehr, in: "Radioökologie und Strahlenschutz", Erich Schmidt-Verlag, Berlin (1982), 99 - 122.
- [2] Mlinko, S., Fischer, E., und Diehl, J.F., Tritium in Lebensmitteln, I: Verbrennungsanlage und Wasserreinigungsanlage zur Herstellung von Wasserproben für die Tritiumbestimmung durch Flüssigszintillationsspektrometrie, Z. Anal. Chem. 261 (1972), 203 - 208.
- [3] Feldt, W., Kanisch, G., Kanisch, M., Lauer, R., Radioökologische Studien an der Elbe, Teil II: Plutonium, Tritium. Berichte aus dem Laboratorium für Radioökologie der Gewässer der Bundesforschungsanstalt für Fischerei, Hamburg, Heft 3 (1983).
- [4] Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Vertrauensbereichs) bei Messungen ionisierender Strahlung - Grundlagen und Anwendungen (ISO 11929:2010, DIN ISO 11929, 2011, Beuth-Verlag Berlin.
- [5] Der Bundesminister für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit (Herausg.): Messanleitungen für die Überwachung der Radioaktivität in der Umwelt und zur Erfassung radioaktiver Emissionen aus kerntechnischen Anlagen, Stand: Dezember 1993 (Lfg. 1 und 2), Gustav Fischer Verlag, Stuttgart-Jena-New York, 1994, ISBN 3-437-11456-5.
- [6] G. Kanisch, A. Krüger, Verfahren zur gammaspektrometrischen Bestimmung von Radionukliden in Fisch, G- γ -SPEKT-FISCH-01, Messanleitungen für die Überwachung radioaktiver Stoffe in der Umwelt und externer Strahlung, ISSN 1865-8725, Version September 1992.
- [7] Max Rubner-Institut Bundesforschungsinstitut für Ernährung und Lebensmittel Institut für Sicherheit und Qualität bei Milch und Fisch: Flyer „Ein guter Fang für die Gesundheit“, Dezember 2012.

Bitte beachten Sie den Hinweis im Losen Blatt 1.3 „Erläuterungen zur Loseblattsammlung“.