

# **Verfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Caesium-137 im Meerwasser mit Proportionalzählrohr**

D-Cs-137-MWASS-01

Bearbeiter:

A. Meyer

S. Schmied

A. Gottschalk

J. Herrmann

Leitstelle für Meerwasser, Meeresschwebstoff und -sediment

# Verfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Caesium-137 im Meerwasser mit Proportionalzählrohr

## 1 Anwendungsbereich

Das nachstehend beschriebene Verfahren dient zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Caesium-137 (Cs-137) im Meerwasser nach dem Routinemessprogramm der AVV IMIS [1].

Mit diesem Verfahren können Cs-137-Aktivitätskonzentrationen von wenigen Becquerel pro Kubikmeter Meerwasser bestimmt werden.

### **Anmerkung:**

Ist die Anwesenheit von Cs-134 im Meerwasser nicht auszuschließen, muss dessen Aktivitätskonzentration bei der Berechnung der Aktivitätskonzentration von Cs-137 berücksichtigt werden, da die Aktivitätskonzentration von Cs-137 ansonsten überschätzt wird. In diesem Fall muss eine zusätzliche gammaspektrometrische Messung durchgeführt werden.

## 2 Probeentnahme

Zu Details der Probeentnahme wird auf das Verfahren D-Cs-MWASS-01 verwiesen.

## 3 Analyse

### 3.1 Prinzip des Verfahrens

Das Verfahren ist für Probenvolumina von 20 l bis 100 l ausgelegt [2]; üblicherweise wird ein Probenvolumen von 45 l Meerwasser eingesetzt.

Nach Zusatz von stabilem Cäsiumträger wird Cäsium zusammen mit Kalium durch Zugabe einer wässrigen Lösung von Natriumhexanitrocobaltat gefällt. Der erhaltene Niederschlag wird gelöst und Cäsium nach mehreren Reinigungsschritten als Cäsiumiodobismutat gefällt. Das so erhaltene Messpräparat wird mit einem Proportionalzählrohr in Low-level-Ausführung gemessen.

### 3.2 Probenvorbereitung

Die angesäuerte Meerwasserprobe wird in einen 50-l-Fällbehälter mit Volumeneinteilung umgefüllt und das abgelesene Volumen notiert.

### 3.3 Radiochemische Trennung

**3.3.1** Die Probe wird mit 20 ml Cäsiumträgerlösung (100 mg Cs<sup>+</sup>) aus einer Vollpipette versetzt und anschließend mit einem Rührmotor mit Propellerrührer gut durchmischt. Zur

besseren Durchmischung kann während der Schritte 3.3.1 bis 3.3.5 Druckluft durch die Probe geleitet werden.

**Anmerkung:**

Bei Wasserproben mit einem Salzgehalt unter 30 PSU (Practical Salinity Unit) müssen vor der Fällung zudem 2,2 ml Kaliumträgerlösung (110 mg K<sup>+</sup>), unterhalb 15 PSU 3,5 ml Kaliumträgerlösung (175 mg K<sup>+</sup>) pro Liter Wasserprobe zugegeben werden.

**3.3.2** Zunächst wird konzentrierte Ammoniaklösung (13,3 mol·l<sup>-1</sup>) zugegeben, bis ein pH-Wert zwischen 9 und 10 erreicht wird.

**3.3.3** Anschließend wird mit konzentrierter Essigsäure (18 mol·l<sup>-1</sup>) ein pH-Wert von 5,5 eingestellt.

**3.3.4** Es werden 1,6 g Natriumhexanitrocobaltat pro Liter Probe in einem Becherglas in wenig destilliertem Wasser gelöst und in die Probe gegeben.

**3.3.5** Anschließend werden 0,4 g Natriumhexanitrocobaltat pro Liter Probe zugesetzt. Dabei wird das Cäsium unter Mitfällung des Kaliums als Cobaltat gefällt.

**3.3.6** Der Fällbehälter wird – am besten über Nacht – stehengelassen, damit sich der gebildete Niederschlag absetzen kann.

**3.3.7** Die überstehende klare Lösung wird abgehebert. Etwa 1 l der abgeheberten Lösung wird als Waschwasser aufgehoben.

**3.3.8** Der Niederschlag wird in das 2-l-Becherglas quantitativ überführt. Dazu wird der Fällbehälter mit dem Waschwasser aus Schritt 3.3.7 gespült.

**3.3.9** Der überführte Niederschlag muss sich absetzen. Die überstehende Lösung wird mit möglichst wenig Niederschlagsverlust abgesaugt.

**3.3.10** Anschließend werden ca. 200 ml konzentrierte Salzsäure (12 mol·l<sup>-1</sup>) zugegeben und die Lösung auf einer Heizplatte im Abzug auf knapp unter 100 ml eingengt.

**Anmerkung:**

Beim Erhitzen ist mit der Bildung nitroser Gase zu rechnen!

**3.3.11** Die nun blaue Lösung wird in ein 600-ml-Becherglas überführt, und das 2-l-Becherglas mit destilliertem Wasser nachgespült. Die vereinigten Lösungen werden fast zur Trockne eingengt, bis der dabei gebildete Rückstand eine glatte Oberfläche aufweist. Während des Einengens wird gelegentlich mit einem Glasstab gerührt.

**3.3.12** Zur Herstellung eines homogenen Pulvers wird der Rückstand unter ständigem Rühren mit einem Glasstab verrieben. Dazu wird bei Bedarf das Becherglas mit dem Rückstand erneut erwärmt.

**3.3.13** Das erhaltene Pulver wird in möglichst wenig – maximal 100 ml – destilliertem Wasser gelöst.

**Anmerkung:**

Lässt sich das Pulver in 100 ml destilliertem Wasser zunächst nicht vollständig lösen, wird die Suspension erwärmt. Vor der Weiterverarbeitung muss die Lösung wieder Raumtemperatur erreicht haben.

**3.3.14** Zur Fällung des Kaliumchlorids wird die wässrige Lösung mit 500 ml Ethanol versetzt und in einem Wasser/Ethanol-Eisbad oder mit einem Tauchkühler 4 Stunden lang bei ca.  $-5\text{ °C}$  gekühlt.

**3.3.15** Das ausgefallene Kaliumchlorid wird über einen Büchnertrichter unter Verwendung eines Weißbandfilters abgesaugt.

**3.3.16** Aus dem Filtrat wird das Ethanol abgetrennt.

**Anmerkung:**

Die Abtrennung kann mit einem Rotationsverdampfer erfolgen, wenn das Ethanol zurückgewonnen werden soll. Alternativ kann dieser Schritt auf einem heizbaren Magnetrührer erfolgen.

**3.3.17** Die verbleibende wässrige Lösung von 90 ml bis 100 ml wird nochmals über einen Weißbandfilter mit Hilfe eines Schnelllauftrichters in ein 400-ml-Becherglas filtriert.

**3.3.18** Das Filtrat wird mit konzentrierter Essigsäure ( $18\text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ) im Volumenverhältnis 3 zu 1 (drei Teile Lösung, ein Teil Essigsäure) versetzt.

**3.3.19** Dieser Lösung werden 30 ml Iodobismutatlösung zugegeben. Die Lösung wird anschließend im Eisbad auf ca.  $-5\text{ °C}$  abgekühlt. Durch Reiben mit einem Glasstab an der Gefäßinnenwand wird die Niederschlagsbildung des Caesiumiodobismutats ( $\text{Cs}_3\text{Bi}_2\text{I}_9$ ) ausgelöst, das in Form von rotleuchtenden Kristallen ausfällt. Zur Vervollständigung der Fällung bleibt die Lösung über Nacht im Eisbad stehen.

**3.3.20** Die überstehende Lösung wird dekantiert. Der Niederschlag wird durch einen G4-Glasfiltertiegel abgesaugt, nacheinander jeweils mit wenigen Millilitern Essigsäure ( $9\text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ) und Ethanol gewaschen.

**3.3.21** Der Niederschlag wird im Trockenschrank bei ca.  $60\text{ °C}$  für vier Stunden getrocknet.

**3.3.22** Der getrocknete Niederschlag wird aus dem Glasfiltertiegel auf ein vorher gewonnenes Messschälchen möglichst quantitativ überführt.

**Anmerkung:**

Ein 2"-Messschälchen hat sich als vorteilhaft erwiesen.

**3.3.23** Anschließend wird der Niederschlag im Messschälchen mit wenig destilliertem Wasser aufgeschlämmt, und ein homogenes, planes Flächenpräparat hergestellt, das im Trockenschrank erneut bei ca.  $60\text{ °C}$  bis zur Gewichtskonstanz getrocknet wird.

**3.3.24** Nach dem Abkühlen wird das Messpräparat zur Bestimmung der chemischen Ausbeute und der Flächenbelegung gewogen.

**Anmerkung:**

Die Messpräparate sind nicht hygroskopisch und müssen deshalb nicht in einem Exsikkator abgekühlt oder aufbewahrt werden.

## 4 Messung der Aktivität

### 4.1 Allgemeines

Zur Messung der Cs-137-Aktivität wird ein Proportionalzählrohr in Low-level-Ausführung verwendet.

### 4.2 Kalibrierung

Aufgrund der Selbstabsorption der Betastrahlung des Cs-137 innerhalb des Messpräparats ist eine nuklidspezifische Kalibrierung in Abhängigkeit von der Schichtdicke erforderlich.

Zur Herstellung der Kalibrierpräparate werden in einem Becherglas Cs-137-Lösungen bekannter, auf ein Aktivitätsnormal rückführbarer Aktivität unter Zusatz unterschiedlicher Volumina der Cäsiumträgerlösung (10 mg bis 300 mg Cs<sup>+</sup>) vorgelegt und mit destilliertem Wasser auf 100 ml aufgefüllt. Die weitere Verarbeitung erfolgt ab Abschnitt 3.3.18.

Aus den Messwerten der Kalibrierpräparate wird das Nachweisvermögen in Abhängigkeit der Massenbelegung ermittelt. Die erhaltene Kalibrierfunktion ist in guter Näherung linear.

### 4.3 Messung

Jedes Messpräparat wird dreimal mit einer Messdauer von jeweils 360 Minuten mit einem Proportionalzählrohr gemessen. Der Mittelwert der drei erhaltenen Nettozählraten wird zur Berechnung des Analyseergebnisses verwendet.

## 5 Berechnung der Analyseergebnisse

### 5.1 Gleichungen zur Berechnung

#### 5.1.1 Ergebnisgröße

Die Cs-137-Aktivitätskonzentration,  $c$ , im Meerwasser zum Zeitpunkt der Probeentnahme wird nach Gleichung (1) berechnet:

$$c = R_n \cdot \varphi = R_n \cdot \frac{f_A}{\varepsilon \cdot \eta \cdot V} = R_n \cdot \frac{e^{\lambda \cdot t_A}}{\varepsilon \cdot \eta \cdot V} \quad (1)$$

mit

$$R_n = \bar{R}_b - R_0$$

Dabei bedeuten:

$c$  Cs-137-Aktivitätskonzentration, in Bq·m<sup>-3</sup>;

- $f_A$  Abklingkorrektionsfaktor;  
 $\lambda$  Zerfallskonstante für Cs-137, in  $s^{-1}$ ;  
 $t_A$  Zeitspanne zwischen Probeentnahme und Messbeginn, in s;  
 $R_n$  Nettozählrate, in  $s^{-1}$ ;  
 $\bar{R}_b$  mittlere Bruttozählrate aus  $m$  Messungen des Messpräparates, in  $s^{-1}$ ,  
 mit 
$$\bar{R}_b = \frac{1}{m} \cdot \sum_{i=1}^m R_{b,i}$$
  
 $R_0$  Nulleffektzählrate, in  $s^{-1}$ ;  
 $\varphi$  verfahrensbezogener Kalibrierfaktor, in  $Bq \cdot s \cdot m^{-3}$ ;  
 $\varepsilon$  massenbelegungsabhängiges Nachweisvermögen, in  $Bq^{-1} \cdot s^{-1}$ ;  
 $\eta$  chemische Ausbeute;  
 $V$  Volumen der Probe, in  $m^3$ .

Erfahrungsgemäß unterscheiden sich die Zählraten des Blindwertes  $R_{BL}$  nicht signifikant von den Nulleffektzählraten. Deshalb wird die Nulleffektzählrate verwendet.

### 5.1.2 Standardunsicherheit der Ergebnisgröße

Die Standardunsicherheit der Aktivitätskonzentration wird nach Gleichung (2) berechnet:

$$\begin{aligned}
 u(c) &= c \cdot \sqrt{\frac{1}{m} \cdot \frac{\bar{R}_b}{t_m} + \frac{R_0}{t_0} + u_{\text{rel}}^2(\varphi)} = \\
 &= c \cdot \sqrt{\frac{1}{m} \cdot \frac{\bar{R}_b}{t_m} + \frac{R_0}{t_0} + u_{\text{rel}}^2(f_A) + u_{\text{rel}}^2(\varepsilon) + u_{\text{rel}}^2(\eta) + u_{\text{rel}}^2(V)}
 \end{aligned} \tag{2}$$

Dabei bedeuten:

- $u(c)$  Standardunsicherheit der Cs-137-Aktivitätskonzentration, in  $Bq \cdot m^{-3}$ ;  
 $t_m$  Messdauer des Messpräparats, in s;  
 $t_0$  Messdauer des Nulleffekts, in s;  
 $u_{\text{rel}}(\varphi)$  relative Standardunsicherheit des verfahrensbezogenen Kalibrierfaktors;  
 $u_{\text{rel}}(f_A)$  relative Standardunsicherheit des Abklingkorrektionsfaktors;  
 $u_{\text{rel}}(\varepsilon)$  relative Standardunsicherheit des Nachweisvermögens;  
 $u_{\text{rel}}(\eta)$  relative Standardunsicherheit der chemischen Ausbeute;  
 $u_{\text{rel}}(V)$  relative Standardunsicherheit des Volumens.

Bei der Berechnung der kombinierten relativen Standardunsicherheit der Aktivitätskonzentration kann im Allgemeinen der Beitrag der relativen Standardunsicherheit des Abklingkorrektionsfaktors  $u_{\text{rel}}(f_A)$  vernachlässigt werden.

## 5.2 Rechenbeispiel

In den Rechenbeispielen der Abschnitte 5.2 und 6.2 werden die Zwischenergebnisse und das Endergebnis mit vier signifikanten Stellen angegeben. Abweichungen von den im Rechenbeispiel berechneten Werten sind bei der Verwendung einer anderen Anzahl von signifikanten Stellen möglich.

$R_{b,1}$	=	0,676 s <sup>-1</sup> ;	$u(R_{b,1})$	=	0,0056 s <sup>-1</sup> ;
$R_{b,2}$	=	0,677 s <sup>-1</sup> ;	$u(R_{b,2})$	=	0,0056 s <sup>-1</sup> ;
$R_{b,3}$	=	0,678 s <sup>-1</sup> ;	$u(R_{b,3})$	=	0,0056 s <sup>-1</sup> ;
$R_0$	=	0,01 s <sup>-1</sup> ;	$u(R_0)$	=	0,0007 s <sup>-1</sup> ;
$\varepsilon$	=	0,31 Bq <sup>-1</sup> ·s <sup>-1</sup> ;	$u_{\text{rel}}(\varepsilon)$	=	0,05;
$\eta$	=	0,77;	$u_{\text{rel}}(\eta)$	=	0,05;
$V$	=	0,045 m <sup>3</sup> ;	$u_{\text{rel}}(V)$	=	0,02;
$\lambda$	=	0,73 · 10 <sup>-9</sup> s <sup>-1</sup> ;	$\varphi$	=	94,177 Bq·s·m <sup>-3</sup> ;
$t_A$	=	15,8 · 10 <sup>6</sup> s;	$t_m$	=	21 600 s;
$t_0$	=	21 600 s.			

Die Aktivitätskonzentration  $c$  wird mit

$$\bar{R}_b = \frac{1}{3} \cdot (0,676 \text{ s}^{-1} + 0,677 \text{ s}^{-1} + 0,678 \text{ s}^{-1}) = 0,6770 \text{ s}^{-1}$$

nach Gleichung (1) berechnet:

$$c = (0,6770 \text{ s}^{-1} - 0,01 \text{ s}^{-1}) \cdot \frac{e^{0,73 \cdot 10^{-9} \text{ s}^{-1} \cdot 15,8 \cdot 10^6 \text{ s}}}{0,31 \text{ Bq}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot 0,77 \cdot 0,045 \text{ m}^3} = 62,82 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$$

Die Standardunsicherheit der Aktivitätskonzentration,  $u(c)$ , wird nach Gleichung (2) ermittelt:

$$\begin{aligned} u(c) &= 62,82 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \sqrt{\frac{1}{3} \cdot \frac{0,6770 \text{ s}^{-1}}{21600 \text{ s}} + \frac{0,01 \text{ s}^{-1}}{21600 \text{ s}} + 0,05^2 + 0,05^2 + 0,02^2} = \\ &= 62,82 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3} \cdot 0,07356 = 4,621 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3} \end{aligned}$$

Die Aktivitätskonzentration beträgt damit:

$$c = (62,82 \pm 4,621) \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$$

### 5.3 Unsicherheiten der Analyseergebnisse

Unsicherheitsbeiträge aus der Probeentnahme werden im Rahmen dieser Messanleitungen nicht berücksichtigt, da diese von vielen, oft nicht quantifizierbaren Faktoren abhängen können.

Die Standardunsicherheit des Analyseergebnisses beinhaltet die Standardunsicherheiten der Zählstatistik, der Kalibrierung, der chemischen Ausbeute und des Volumens der Probe. Die Standardunsicherheiten der Messdauer und der Zerfallskonstante werden vernachlässigt.

## 6 Charakteristische Grenzen des Verfahrens

Die Berechnung der charakteristischen Grenzen erfolgt entsprechend der Normenreihe DIN EN ISO 11929 [3].

Ein Excel-Tabellenblatt (siehe Abschnitt 7.1) sowie eine Projektdatei zum Programm UncertRadio (siehe Abschnitt 7.2) 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

Die Berechnung der Erkennungsgrenze  $c^*$  erfolgt mit Gleichung (3):

$$c^* = k_{1-\alpha} \cdot \varphi \cdot \sqrt{R_0 \cdot \left( \frac{1}{m \cdot t_m} + \frac{1}{t_0} \right)} \quad (3)$$

Dabei bedeuten:

$c^*$  Erkennungsgrenze der Aktivitätskonzentration, in  $\text{Bq} \cdot \text{m}^{-3}$ ;

$k_{1-\alpha}$  Quantil der standardisierten Normalverteilung für  $\alpha = 0,0014$ .



### 6.1.2 Nachweisgrenze

Die Nachweisgrenze  $c^\#$  wird nach der impliziten Gleichung (4) berechnet:

$$c^\# = c^* + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{(c^\#)^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(\varphi) + \varphi^2 \cdot \left( \frac{c^\#}{\varphi \cdot t_m} + \frac{R_0}{m \cdot t_m} + \frac{R_0}{t_0} \right)} \quad (4)$$

Dabei bedeuten:

$c^\#$  Nachweisgrenze der Aktivitätskonzentration, in  $\text{Bq} \cdot \text{m}^{-3}$ ;

$k_{1-\beta}$  Quantil der standardisierten Normalverteilung für  $\beta = 0,05$ .

Nach Umformung von Gleichung (4) und Einführung der Hilfsgrößen  $\Psi$  und  $\theta$  wird die Nachweisgrenze  $c^\#$  nach Gleichung (5) berechnet.

$$c^\# = \frac{c^* \cdot \Psi}{\theta} \cdot \left[ 1 + \sqrt{1 - \frac{\theta}{\Psi^2} \cdot \left( 1 - \frac{k_{1-\beta}^2}{k_{1-\alpha}^2} \right)} \right] \quad (5)$$

mit

$$\theta = 1 - k_{1-\beta}^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(\varphi) \quad (6)$$

$$\Psi = 1 + \frac{k_{1-\beta}^2}{2 \cdot c^*} \cdot \varphi \cdot \frac{1}{t_m} \quad (7)$$

### 6.1.3 Grenzen des Überdeckungsintervalls

Eine Betrachtung der Grenzen des Überdeckungsintervalls ist nicht erforderlich.

## 6.2 Rechenbeispiel

Neben den in Abschnitt 5.2 gelisteten Werten werden zusätzlich folgende Werte verwendet:

$$\begin{aligned} k_{1-\alpha} &= 3; & k_{1-\beta} &= 1,645; \\ u_{\text{rel}}^2(\varphi) &= 0,0054. \end{aligned}$$

Für die Erkennungsgrenze  $c^*$  wird nach Gleichung (3) der Wert

$$c^* = 3 \cdot 94,18 \text{ Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \sqrt{0,01 \text{ s}^{-1} \cdot \left( \frac{1}{3 \cdot 21600 \text{ s}} + \frac{1}{21600 \text{ s}} \right)} = 0,2220 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$$

ermittelt und für die Nachweisgrenze  $c^\#$  nach Gleichung (5) der Wert:

$$c^{\#} = \frac{0,2220 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3} \cdot 1,0266}{0,9854} \cdot \left[ 1 + \sqrt{1 - \frac{0,9854}{1,0266^2} \cdot \left( 1 - \frac{1,645^2}{3^2} \right)} \right] = 0,3674 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$$

mit

$$\theta = 1 - 1,645^2 \cdot 0,0054 = 0,9854$$

$$\psi = 1 + \frac{1,645^2}{2 \cdot 0,2220 \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}} \cdot 94,18 \text{ Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \frac{1}{21600 \text{ s}} = 1,0266$$

## 7 Softwaregestützte Auswertung

### 7.1 Ansicht des Excel-Tabellenblatts

Verfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Caesium-137 im Meerwasser mit Proportionalzählrohr

D-Cs-137-MWASS-01

Version November 2017 / geprüft Februar 2022

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

PROBENBEZEICHNUNG: Meerwasser

#Anzahl der Parameter p	10
k.alpha	3
k.beta	1,645
gamma	0,05

Erstellen von  
Excel-Variablen

Anwender:	Daten- und Parametereingabe
	Definition Excel-Variablen
	Ergebnis-Ergebniswert
Excel-VBA:	#Schlüsselwörter
	Werte aus VBA

Dateneingabe-Block:

#Werte der Parameter p	Einheit	Excel-Variablen	Eingabewerte	StdAbw	partielle Ableitungen	Unsicherh.-Budget	Budget in %
#Mittlere Bruttoimpulsanzahl Nb	1/s	Nb	1,462E+04	6,9817E+01	4,3601E-03	0,30441	0,43291
Anzahl der Einzelmessungen	m		3		0,0000E+00	0,00000	0,00000
Zerfallskonstante für Cs-137	1/s	lam_Cs137	7,300E-10		9,9274E+08	0,00000	0,00000
Nachweiswahrscheinlichkeit	1/(Bq*s)	eps	3,100E-01	1,5500E-02	-2,0263E+02	3,14082	46,08699
chemische Ausbeute		eta	7,700E-01	3,8500E-02	-8,1580E+01	3,14082	46,08699
Volumen der Probe	m³	V	4,500E-02	9,0000E-04	-1,3959E+03	1,25633	7,37392
Zeitdifferenz Pnahme-->Messbeginn	s	tA	1,580E+07		4,5856E-08	0,00000	0,00000
Messdauer des Messpräparats	s	tm	2,160E+04		-2,9518E-03	0,00000	0,00000
Messdauer des Nulleffekts	s	_t0	2,160E+04		0,0000E+00	0,00000	0,00000
Nulleffektzählrate	1/s	R0	1,000E-02	6,8041E-04	-9,4178E+01	0,06408	0,01918

(Liste hier verlängerbar)

(Liste hier verlängerbar)

Modell-Block		c = phix * Rn	
Hilfsgleichungen h (Formeln)			
#Mittlere Bruttozählrate Rb	1/s	Rb	6,770E-01
Zerfallskorrektur Messdauer		_f3	1,000E+00
Zerfallskorrektur Probenahmer		_f4	1,012E+00
(Liste hier verlängerbar)			
#Mittlere Nettozählrate Rn	1/s	Rn	6,6700E-01
#Kalibrierfaktor, verf.-bez.	Bq*s/m³	phix	9,4178E+01
#Ergebniswert	Bq/m³	Erg	62,8165
#kombin. Stdmessunsicherheit	Bq/m³	uErg	4,626513845
#Erkennungsgrenze	Bq/m³		0,221978745
#Nachweisgrenze	Bq/m³		0,356415861

0,35641603 <-- von VBA modifizierb. Ergebniswert

weitere abgeleitete Werte

Hilfsgröße Omega		Omega	1
Beste Schätzwert	Bq/m³	BestWert	62,8165
Unsicherheit des b. Schätzwerts	Bq/m³		4,6265
u. Grenze d. Überdeckungsintervalls	Bq/m³		53,7487
o. Grenze d. Überdeckungsintervalls	Bq/m³		71,8843

Rechnen!

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

## 7.2 Ansicht der UncertRadio-Resultatseite

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

## 8 Verzeichnis der Chemikalien und Geräte

### 8.1 Chemikalien

Die verwendeten Chemikalien sollten analysenrein sein.

- Ammoniak,  $\text{NH}_3$ :  $13,3 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ;
- Bismutoxidnitrat,  $\text{BiNO}_3$   
(basisches Bismutnitrat);
- Cäsiumchlorid,  $\text{CsCl}$ ;
- Cäsiumträgerlösung:  $5 \text{ mg Cs}^+$  pro ml Lösung:  
 $6,334 \text{ g Cäsiumchlorid}$  in destilliertem Wasser lösen und auf  $1 \text{ l}$  auffüllen;
- Essigsäure:  $9 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ,  $18 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ;
- Ethanol: vergällt;
- Iodobismutatlösung:  $24,7 \text{ g Bismutoxidnitrat}$  werden unter ständigem Rühren zu einer gesättigten Lösung von  $90,4 \text{ g Natriumiodid}$  in  $50 \text{ ml}$  destilliertem, bis kurz vor dem Sieden erhitztem Wasser langsam zugegeben. Anschließend wird die Lösung von der Heizplatte genommen und mit  $125 \text{ ml}$  konz. Essigsäure ( $18 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ) portionsweise versetzt;

- Kaliumchlorid, KCl;
- Kaliumträgerlösung: 50 mg K<sup>+</sup> pro ml Lösung:  
95,348 g Kaliumchlorid in destilliertem Wasser lösen und auf  
1 l auffüllen;
- Natriumhexanitrocobaltat(III),  
Na<sub>3</sub>[Co(NO<sub>2</sub>)<sub>6</sub>];
- Natriumiodid, NaI;
- Salzsäure, HCl: 12 mol·l<sup>-1</sup>.

## 8.2 Geräte

Für das Verfahren wird neben der üblichen Ausstattung eines radiochemischen Labors folgende Ausstattung benötigt:

- Kranzwasserschöpfer oder Spezialschöpfer mit einem Volumen von 50 l bis 500 l;
- Fällbehälter mit Volumeneinteilung, mind. 20 l;
- Rührmotor mit Propellerrührer, optional: Druckluft;
- Wasser/Ethanol-Eisbad oder Tauchkühler;
- Büchnertrichter, Durchmesser 70 mm;
- heizbarer Magnetrührer, optional: Rotationsverdampfer;
- Rundfilter, Durchmesser 70 mm und 110 mm, Typ Weißband oder vergleichbar;
- Glasfildertiegel, Typ G4;
- Trockenschrank;
- Messschälchen aus Edelstahl;
- Proportionalzählrohr in Low-level-Ausführung.

## Literatur

- [1] *Allgemeine Verwaltungsvorschrift zum integrierten Mess- und Informationssystem zur Überwachung der Radioaktivität in der Umwelt (IMIS) nach dem Strahlenschutzvorsorgegesetz (AVV-IMIS)*. Bundesanzeiger, 2006, Nr. 244a, S. 4-80.
- [2] Schmitt, D. E., Kautsky, H.: *Ein Verfahren zur Bestimmung des <sup>137</sup>Cs-Gehaltes im Meerwasser*. Deutsche Hydrografische Zeitschrift, 1961, Vol. 14 (5), S. 194-197.
- [3] Normenreihe DIN EN ISO 11929:2021, *Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Überdeckungsintervalls) bei Messungen ionisierender Strahlung – Grundlagen und Anwendungen (Teile 1 bis 3)*.