

Pokyny pro měření

Na spektrometru Tricarb se nastaví oblasti zájmu (ROI): 0-100 keV pro Čerenkovovo záření a 500-1300 keV pro LSC a ostatní parametry podle tabulky 1.

Tab. 1: Nastavení přístroje Tricarb 2770 TR/SL

Sigma coincidence	On
Background subtract	None
Quench indicator	tSIE
Coincidence timing	18
Delay before bursting	Normal
Region A:	0-2000
Region B:	0-100
Region C:	500-1300

Měří se nejprve 10 minut v pořadí: vzorky s papírkem, 0,05 M HNO₃ a vodou, vzorky s 0,05M HNO₃ a scintilačním koktejlem, pozadí s vodou, pozadí s koktejlem. Měření opakujeme 2-3x. Podle výsledků měření volíme dobu dalších měření tak, aby relativní nejistota měření R_N nebyla vyšší než 10%. Tato nejistota je dána vztahem

$$R_N = \frac{\sigma_N}{N_V - N_P} \cdot 100\% \quad (1)$$

kde σ_N je nejistota stanovení počtu impulsů ze vzorku

$$\sigma_N = \sqrt{N_V + N_P}$$

N_V = počet impulsů naměřený ve vzorcích v příslušném okně

N_P = počet impulsů ve vzorcích pozadí naměřený v příslušném okně

Pokud měřené četnosti vyhoví této podmínce i při kratších časech měření, volí se kratší čas. Pro některé vzorky v sadě může pro daný čas měření platit $R_N > 10\%$. V tom případě se porovná první odhad aktivit s platnými referenčními hodnotami a vytvoří se nová sada ze vzorků s $R_N > 10\%$, jejichž aktivita může podle předběžného odhadu dosahovat 1/3 vyšetřovací úrovně. Pro tuto sadu se nastaví delší čas měření a měří se po sadě s aktivnějšími vzorky nebo se její měření odloží na dobu po změření aktivnějších vzorků.

Nejmenší významné a nejmenší detekovatelné aktivity

Nejmenší významné A_{NV} a nejmenší detekovatelné A_{ND} aktivity byly stanoveny na hladině významnosti 95 % (pro $\alpha = \beta = 0,05$) výpočtem s použitím vztahu uvedeného v metodice pro obvyklé podmínky stanovení.

Mléko 150 ml

Sr89		Sr90	
objem odpovídající vzorku na měření	0,075 l	objem odpovídající vzorku na měření	0,075 l
účinnost měření Sr89	0,3	účinnost měření Y90	0,19
doba měření pozadí	1200 s	doba měření pozadí	1200 s
doba měření vzorku	600 s	doba měření vzorku	600 s
počet impulsů pozadí Sr89	167	počet impulsů pozadí Sr90	26
výtěžek Sr	0,5	výtěžek Sr	0,5
A_{NV}	2,7 Bq/l	A_{NV}	1,7 Bq/l
A_{ND}	6,3 Bq/l	A_{ND}	4,1 Bq/l

1 g popela rostlin (potravin) –100 g nativních ¹

Sr89		Sr90	
navážka odpovídající vzorku na měření	0,05 kg	navážka odpovídající vzorku na měření	0,05 kg
účinnost měření Sr89	0,3	účinnost měření Y90	0,19
doba měření pozadí	1200 s	doba měření pozadí	1200 s
doba měření vzorku	600 s	doba měření vzorku	600 s
počet impulsů pozadí Sr89	167	počet impulsů pozadí Sr90	26
výtěžek Sr	0,6	výtěžek Sr	0,6
A_{NV}	3,4 Bq/kg	A_{NV}	2,1 Bq/kg
A_{ND}	7,8 Bq/kg	A_{ND}	5,9 Bq/kg

¹Počítáno za předpokladu, že hmotnost popela je 1% hmotnosti nativního vzorku

Ověření postupu

Níže jsou uvedeny výsledky opakovaného stanovení ve vzorcích s přidávanými nuklidy ⁸⁹Sr a ⁹⁰Sr. Výsledky jsou uvedeny v tabulkách 2, 3 a 4.

Pro analýzu, jejíž výsledky by měly být dodány co nejdříve, je důležité ověření, zda opakovaná měření od přípravy vzorků do 30 hodin od separace Sr postačují ke kvantifikaci. Proto jsou v tabulkách 2 a 3 srovnány výsledky výpočtů aktivit po 25-30 hodinách a po několika dnech.

Tab.2: Příklady stanovení ⁸⁹Sr a ⁹⁰Sr ve vzorcích značených těmito nuklidy pro opakovaná měření v časovém rozsahu 25-30 hodin a pro opakovaná měření po dobu delší než 40 hodin

Vzorek	Chemický výtěžek Sr(%)	Aktivita ⁸⁹ Sr ve vzorku	Aktivita ⁹⁰ Sr ve vzorku	Nalezená aktivita ⁸⁹ Sr 25-30 h	Nalezená aktivita ⁸⁹ Sr >40 h	Nalezená aktivita ⁹⁰ Sr 25-30 h	Nalezená aktivita ⁹⁰ Sr >40 h
150 ml mléka-1	55	4,41	4,525	3,46±0,52		4,23±0,63	
150 ml mléka-2	56	4,74	4,525	4,23±0,63	4,73±0,71	4,45±0,67	4,44±0,67
150 ml mléka-3	47	4,74	4,525	4,17±0,63	4,23±0,63	4,18±0,63	4,62±0,69
150 ml mléka-4	54	4,07	4,525	4,00±0,60	4,00±0,60	3,91±0,59	3,91±0,59
150 ml mléka-5	55	4,07	4,525	3,61±0,54	3,61±0,54	3,91±0,59	3,91±0,59
2 g popela zelí	54	6,6	7,4	6,41±0,96	6,41±0,96	8,07±1,21	7,62±0,04

Tab. 3: Poměr nalezených aktivit ⁸⁹Sr a ⁹⁰Sr k aktivitám přidávaným do vzorku pro opakovaná měření v časovém rozsahu 25-30 hodin a pro opakovaná měření po dobu delší než 40 hodin

Vzorek	Chemický výtěžek Sr (%)	Poměr nalezeno: přidáno ⁸⁹ Sr (%) 25-30 h	Poměr nalezeno: přidáno ⁸⁹ Sr (%) >40 h	Poměr nalezeno: přidáno ⁹⁰ Sr (%) 25-30 h	Poměr nalezeno: přidáno ⁹⁰ Sr (%) >40 h
1	55	78±12		93±14	
2	56	89±13	100±15	98±15	98±15
3	47	88±13	89±13	92±14	102±15
4	54	98±15	98±15	86±13	86±13
5	55	89±13	89±13	86±13	86±13
6	54	99±15	99±15	109±16	103±15

Z tabulek 2 a 3 je zřejmé, že při splnění podmínky (1) je v rámci nejistoty přibližně 15% interval 25-30 hodin pro změřených aktivit dostatečný.

Z naměřených hodnot byla vypočtena opakovatelnost stanovení ⁸⁹Sr 7,5% a pro ⁹⁰Sr 8,5%.

Tab.4: Správnost stanovení: příklady stanovení ⁸⁹Sr a ⁹⁰Sr ve vzorcích značených těmito nuklidy pro opakovaná měření v časovém rozsahu 25-30 hodin

Vzorek	Výtěžek Sr (%)	Aktivita ⁸⁹ Sr	Aktivita ⁹⁰ Sr	Nalezená aktivita ⁸⁹ Sr	Nalezená aktivita ⁹⁰ Sr	Odchylka od referenční hodnoty (%)		Zeta score	
		ve vzorku	ve vzorku	25-30 h	25-30 h	⁸⁹ Sr	⁹⁰ Sr	⁸⁹ Sr	⁹⁰ Sr
1	55	4,41	4,525	3,46±0,52	4,23±0,63	-21,5	-6,5	1,83	0,07
2	56	4,74	4,525	4,23±0,63	4,45±0,67	-10,8	-1,7	0,80	0,02
3	47	4,74	4,525	4,17±0,63	4,18±0,63	-12,0	-7,6	0,91	0,08
4	54	4,07	4,525	4,00±0,60	3,91±0,59	-1,7	-13,6	0,15	0,16
5	55	4,07	4,525	3,61±0,54	3,91±0,59	-11,3	-13,6	0,85	0,16
6	54	6,5	7,4	6,41±0,96	8,07±1,21	-1,4	9,1	0,09	0,08

V tabulce 4 jsou k jednotlivým stanovením vypočítány hodnoty odchylek a hodnoty zeta score pro uvedené příklady. Pro nejistotu $\sim\pm 15\%$ jediné jedna hodnota zeta skóre (vzorek 1- ⁸⁹Sr) převyšuje 1,64. Nalezené hodnoty jsou většinou nižší než přidané aktivity. Pro správnost stanovení je kritické stanovení chemického výtěžku stroncia, prakticky jde o úplné odstranění vápníku ze vzorku. V případě masivní kontaminace je možné použít ke stanovení menší objem mléka, jinak je nutné použít nejméně 2,5 ml nabotnalého sorbentu SrResin . Dále je třeba mít na mysli, že při regeneraci sorbentu SrResin klesá jeho kapacita a na kolonce zůstává zbytkové stroncium. Proto není vhodné používat regenerované kolonky.