

**Verfahren zur gammaspektrometrischen  
Bestimmung von Radionukliden  
in Milch  
bei höheren Kontaminationen**

F- $\gamma$ -SPEKT-MILCH-02

Bearbeiter:

A. Wiechen

D. Tait

Leitstelle für Boden, Bewuchs, Futtermittel und  
Nahrungsmittel pflanzlicher und tierischer Herkunft

## **2 Verfahren zur gammaspektrometrischen Bestimmung von Radionukliden in Milch bei höheren Kontaminationen**

### **1 Anwendbarkeit**

Das nachstehend beschriebene Verfahren ist dann einzusetzen, wenn die Deposition höherer Aktivitäten nach Kernwaffenversuchen oder nach Unfällen in kerntechnischen Anlagen eine hohe Kontamination der Milch zur Folge haben kann. Die gamma-spektrometrischen Messungen sollen dazu dienen, schnell einen Überblick über Art, Höhe und Ausmaß der Kontamination der Milch zu gewinnen.

### **2 Probeentnahme**

Bei der Probeentnahme und weiteren Probebehandlung sind bei erhöhten Aktivitätskonzentrationen besondere Vorsichtsmaßnahmen zu ergreifen, damit keine Aktivitäten verschleppt und Laboratorien und Meßgeräte kontaminiert werden.

Es werden jeweils Milchproben von etwa 2 l entnommen. Im übrigen gelten die Hinweise zur Probeentnahme unter F- $\gamma$ -SPEKT-MILCH-01 sinngemäß.

### **3 Analytik**

#### **3.1 Prinzip der Methode**

Die Milchproben werden als flüssige Milch direkt in einer 1 l-Ringschale oder besser noch in einer fest verschließbaren Schraubflasche mit einem Ge-Gamma-Spektrometer gemessen.

#### **3.2 Probenvorbereitung**

Proben mit höheren Aktivitätskonzentrationen dürfen grundsätzlich nicht in Laboratorien oder Meßräumen in die Meßgefäße umgefüllt werden. Beim Umfüllen muß darauf geachtet werden, daß die Meßgefäße außen nicht kontaminiert werden. Einmal benutzte Meßgefäße sind nicht wiederzuverwenden.

Eine weitergehende Probenvorbereitung ist nicht erforderlich.

#### **3.3 Radiochemische Trennung**

Eine radiochemische Trennung ist für die gamma-spektrometrische Messung nicht erforderlich.

## 4 Messung der Aktivität

Zur Gamma-Spektrometrie finden sich grundlegende Ausführungen und Hilfen in den Kapiteln IV.1.1 bis IV.1.3 dieser Meßanleitungen.

Die Messung der Gamma-Spektren erfolgt mit einem Ge-Spektrometer ( $> 15\%$  relative Ansprechwahrscheinlichkeit verglichen mit einem  $3'' \times 3''$  NaI(Tl)-Detektor für die 1,33 MeV-Linie des Co-60). Die flüssige Milch wird in 1 l-Ringschalen oder Schraubdosen gemessen.

Die Meßzeiten sind der jeweiligen Aktivität der Probe anzupassen.

Zu den Fragen der Kalibrierung der Gamma-Spektrometer, dem Problem der Summationsverluste, die insbesondere bei großvolumigen Detektoren beträchtliche Werte annehmen können, sowie der Selbstabsorption in den Proben finden sich ausführliche Hinweise im Abschnitt 4 der Methode F- $\gamma$ -SPEKT-MILCH-01.

## 5 Berechnung der Analysenergebnisse

Für Personal-Computer stehen zur Auswertung von Gamma-Spektren leistungsfähige Programme verschiedener Software-Anbieter zur Verfügung, die die Aktivitätskonzentration der Radionuklide berechnen. Es sollten solche Programme bevorzugt werden, die für alle wichtigen Radionuklide die Berechnung der Erkennungs- und Nachweisgrenzen entsprechend Kapitel IV.5 dieser Meßanleitungen vorsehen (siehe auch Punkt 6) und die Erkennungsgrenze in den Suchalgorithmen als Kriterium für die Entscheidung benutzen, ob eine Linie vom Untergrund verschieden ist oder nicht.

Für den Fall erhöhter Kontamination ist es außerordentlich wichtig, daß im Laboratorium die Möglichkeit zur vollautomatischen Auswertung von Gamma-Spektren gegeben ist, da in diesem Fall schnell eine große Zahl von Proben zu bewältigen sein wird. Es sollte von der Möglichkeit der Programmierung sogenannter Macros Gebrauch gemacht werden, die einen automatischen Ablauf der Auswertung bis hin zum Ausdruck der Meßergebnisse ermöglichen und bei vielen Software-Produkten vorgesehen sind.

Ergebnisse der Aktivitätskonzentrationen oder deren Nachweisgrenzen sind stets in  $\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$  Milch anzugeben.

## 6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Die Nachweisgrenzen der Gamma-Spektrometrie von Milchproben werden nicht nur von der Ansprechwahrscheinlichkeit des Detektors und den kernphysikalischen Daten der zu messenden künstlichen Radionuklide, sondern insbesondere vom K-40-Gehalt der zu messenden Probe bestimmt. Das Untergrundspektrum der Meßanordnung hat in diesem Fall eine geringere Bedeutung. Bei höher kontaminierten Proben sind die Nachweisgrenzen darüber hinaus entscheidend von der Art und Aktivität der vorhandenen künstlichen Radionuklide abhängig.

Die Nachweisgrenzen werden nach Kapitel IV.5, Unterkapitel 4.5, Gleichung 4.32a dieser Meßanleitungen berechnet. Für den Fall, daß die Algorithmen des benutzten Auswerteprogramms für die Berechnung der Nachweisgrenzen nicht der Gleichung in Kapitel IV.5 entsprechen, sind Korrekturen erforderlich, die evtl. nachträglich vorgenommen werden müssen.

Beispiele für die Berechnung der Nachweisgrenzen bei der Gamma-Spektrometrie finden

sich in Kapitel IV.5, Unterkapitel 6.4 und 6.5. Im vorliegenden Fall kann diesen Beispielen analog verfahren werden.

Als Anhaltspunkt für die erreichbaren Nachweisgrenzen mögen die nachfolgenden Werte für die Messung flüssiger Milch (1 l Milch in einer Ringschale) auf dem Detektor (25% relativer Ansprechwahrscheinlichkeit, Abschirmung und Detektor als Low-level-Ausführung, Meßzeit: 0,5 Stunden) gelten. Die Milch, die für die Nachweisgrenzenbestimmungen eingesetzt wurde, enthielt außer dem natürlichen K-40-Gehalt von  $50 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$  keine weiteren Gammastrahler in nennenswerten Mengen. Die in der Tabelle aufgeführten Werte für die Nachweisgrenzen des Referenzradionuklids Co-60 und von Radionukliden, die in der Milch vorkommen können, sind in  $\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$  angegeben.

#### *Nachweisgrenzen in Milch*

Radionuklid	Nachweisgrenze in $\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$
Co-60	0,98
I-131	0,69
Te-132	0,64
I-132	0,73
I-133	0,69
Cs-134	0,69
Cs-136	0,73
Cs-137	0,83
Ba-140	2,55
La-140	0,77

Die Nachweisgrenzen werden in Fällen erhöhter Kontamination deutlich höher liegen.

## 7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

### 7.1 Chemikalien

Außer Natriumazid für die Konservierung der Proben werden keine weiteren Chemikalien benötigt, da keine radiochemischen Trennungen durchzuführen sind.

### 7.2 Geräte

- Ringschalen oder Schraubdosen für die gammaspektrometrische Messung
- Ge- bzw. Ge(Li)-Halbleiterdetektor ( $> 15\%$  relative Ansprechwahrscheinlichkeit, Halbwertsbreite  $< 2,1 \text{ keV}$  bei  $1,33 \text{ MeV}$ ) mit Vorverstärker und Hochspannungsversorgung
- Hauptverstärker (NIM-Modul)
- Analog-Digital-Konverter (NIM-Modul)
- Vielkanalanalysator konventioneller Art oder entsprechender externer Speicher mit mindestens 4096 Kanälen (NIM-Modul)
- Übertakten mit Spannungsversorgung für die Aufnahme von NIM-Modulen
- Personal-Computer oder Workstation mit entsprechender Software für die Auswertung der Gamma-Spektren