

**Überwachung der Strontium-90-Aktivität von Kuhmilch**

Bearbeiter: R. Ahlfänger, Eidgenössisches Nuklearsicherheitsinspektorat (ENSI), Brugg, Schweiz  
R. Diehl, Helmholtz-Zentrum Geesthacht, Geesthacht  
J.-J. Geering, ehem. Institut Universitaire de Radiophysique, Lausanne, Schweiz  
H. Völkle, Physikdepartement der Universität Fribourg, Fribourg, Schweiz  
Chr. Wilhelm, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe

<b>Inhaltsverzeichnis</b>	<b>Seite</b>
1 Zweck der Überwachungsmaßnahme.....	2
2 Messgröße, Maßeinheit und zu fordernde Nachweisgrenze.....	2
3 Messverfahren.....	2
3.1 Grundlagen des Verfahrens.....	2
3.2 Probenentnahme.....	3
3.3 Probenaufbereitung.....	3
3.4 Chemische Abtrennung von <sup>90</sup> Sr und <sup>90</sup> Y.....	3
3.4.1 Geräte und Lösungen.....	3
3.4.1.1 Geräte.....	3
3.4.1.2 Ionenaustauschsäulen (Dowex 50).....	3
3.4.1.3 Reagenzien und Lösungen.....	3
3.4.1.4 Lösungen zur Ausbeutebestimmung von Yttrium.....	4
3.4.2 Aufbereitung des Austauschharzes.....	4
3.4.3 Ausglühen und Lösen.....	4
3.4.4 Abtrennung der Erdalkalitionen und erste <sup>90</sup> Y-Trennung.....	5
3.4.5 Zweite <sup>90</sup> Y-Trennung.....	5
3.4.6 Blindwertbestimmungen.....	6
3.4.7 Bestimmung der Zählausbeute.....	6
3.4.8 Bestimmung der chemischen Ausbeuten.....	6
3.4.8.1 Bestimmung der chemischen Ausbeute von Strontium.....	6
3.4.8.2 Bestimmung der chemischen Ausbeute von Yttrium.....	7
3.5 Messung der Aktivität.....	7
3.6 Berechnung der Analysenergebnisse.....	8
3.7 Messunsicherheit.....	9
3.7.1 Zählstatistischer Beitrag zur Messunsicherheit.....	9
3.7.2 Standardmessunsicherheit des erweiterten Kalibrierfaktors w.....	9
3.7.2.1 Standardmessunsicherheit des Kalibrierfaktors $u(\varepsilon_Y)$ .....	9
3.7.2.2 Beiträge zur Standardmessunsicherheit aus der Probenbehandlung und der Abtrennung des <sup>90</sup> Y.....	10
3.8 Charakteristische Grenzen (Erkennungs- und Nachweisgrenze).....	10
3.8.1 Erkennungsgrenze.....	10
3.8.2 Nachweisgrenze.....	10
3.9 Berechnungsbeispiel.....	10
4 Beurteilung des Verfahrens.....	12
5 Dokumentation.....	13
6 Bemerkungen.....	13
7 Literatur.....	13



## 1 Zweck der Überwachungsmaßnahme

Zweck der Überwachungsmaßnahme ist die Messung der  $^{90}\text{Sr}$ -Aktivität der Milch in der Umgebung einer kerntechnischen Anlage. Dieses Nuklid weist im menschlichen Organismus ein ähnliches Verhalten wie Calcium auf und wird, besonders bei Kindern, während des Aufbaus der Knochen gespeichert. Da die Milch und die Milchprodukte eine Hauptrolle in der Ernährung der Kinder und der Erwachsenen spielen, ist es unerlässlich, eine Belastung der Nahrungskette durch dieses Nuklid im frühesten Stadium zu erkennen. Nach REI [5] ist im bestimmungsgemäßen Betrieb eine Messung der  $^{89}\text{Sr}$ -Aktivität der Milch nicht erforderlich.

## 2 Messgröße, Maßeinheit und zu fordernde Nachweisgrenze.

Messgröße:  $^{90}\text{Sr}$ -Aktivitätskonzentration

Maßeinheit:  $\text{Bq}\cdot\text{L}^{-1}$  (auf Frischmilch bezogen)

Zu fordernde Nachweisgrenze :

Die zu fordernde Nachweisgrenze kann aus folgenden Parametern berechnet werden :

- Maximal zulässige effektive Dosis : 0,3 mSv/Jahr (Deutschland = D)  
0,2 mSv/Jahr (Schweiz = CH)
- Ingestionsdosiskoeffizient für  $^{90}\text{Sr}$  : 7,3E-08 Sv/Bq für Kleinkinder ( $> 1 - \leq 2$  Jahre, D)  
7,3E-08 Sv/Bq für Kleinkinder (1 Jahr, CH)
- Jährlicher Konsum von Milch und Milchprodukten: 480 kg (s. Anlage VII in [8])
- Drittelkonzept des AKU : Faktor 1/3
- Annahme der Freisetzung von 10 Radionukliden : Faktor 1/10

Hieraus ergibt sich eine zu fordernde Nachweisgrenze für die Aktivitätskonzentration von  $^{90}\text{Sr}$  von 0,3 Bq/kg (D), respektive 0,2 Bq/kg (CH).

Erforderliche Nachweisgrenze nach REI [5]: 0,02  $\text{Bq}\cdot\text{L}^{-1}$ .

## 3 Messverfahren

### 3.1 Grundlagen des Verfahrens

- Die nachfolgend beschriebene Methode bezieht sich auf die Bestimmung von  $^{90}\text{Sr}$  in Milch. Mit Varianten dieser Arbeitsvorschrift können individuelle  $^{89}\text{Sr}$ - und  $^{90}\text{Sr}$ -Bestimmungen in Pflanzen- und Bodenasche, Wasserproben, usw. durchgeführt werden [1]. In einem Notfall, wenn auch  $^{89}\text{Sr}$ -Messungen erforderlich sind, ist es zweckmäßig, die Strontium-Isotope mittels einer schnelleren Methode, z.B. mit einem Strontium-spezifischen Harz, zu trennen [2, 3, 4]
- Die Kuhmilch wird zuerst gefriergetrocknet. Die Trockenmilch wird bei 600°C geglüht. Nach Auflösung der Asche in Salzsäure wird das Strontium zuerst von den anderen Erdalkalimetallen und vom  $^{90}\text{Y}$  in einem ersten Durchlauf auf einem Kationenaustauscherharz in komplexbildendem Milieu abgetrennt. Nach der  $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ -Gleichgewichtseinstellung wird Yttrium vom Strontium auf einer kleineren Kationenaustauscher-Säule abgetrennt, als Oxalat gefällt und gemessen. Die Strontium-Ausbeute wird am besten mittels Atomabsorption, diejenige von Yttrium mittels photometrischer Titration bestimmt. Beide Ausbeuten liegen bei 90 %.
- Die Abtrennung von Strontium aus Frischmilch dauert, in Anbetracht der Lyophilisation der Milch und des Ausglühens, ziemlich lange. Dagegen ist die effektive Arbeitszeit relativ kurz. Die eigentliche chemische Trennung lässt sich in zwei Arbeitstagen für 6 Analysen durchführen, wobei eine Unterbrechung von 10 bis 12 Tagen zwischen der ersten und der zweiten Abtrennung für das  $^{90}\text{Y}$ -Wachstum hinzukommt. Die Nachweisgrenze für eine Probe von 1 Liter Frischmilch beträgt unter diesen Umständen 0,007  $\text{Bq}\cdot\text{L}^{-1}$ .



### 3.2 Probenentnahme

Die Häufigkeit der Probenentnahmen wird durch die REI [5] vorgegeben, respektive durch den Probenentnahmeplan des Bundesamtes für Gesundheit für die Schweiz. Sie sollte möglichst in größeren Molkereien erfolgen, um repräsentativ zu sein. Ein Liter Milch ist erforderlich. Es wird empfohlen, besonders im Sommer, die Milch so bald wie möglich nach der Probenentnahme zu stabilisieren, z. B. mit 3,5 mL Natriumazid-Lösung (5 %) pro Liter Milch. Die Fa. Merck bietet auch "Natriumazid-Tabletten zur Stabilisierung von Milchuntersuchungsproben" an.

### 3.3 Probenaufbereitung

Die Verdampfung der Milch geschieht am besten durch Gefriertrocknung oder mit einem Infrarotstrahler. Ein Liter Milch ergibt im Durchschnitt 125 g Trockenmilch.

### 3.4 Chemische Abtrennung von $^{90}\text{Sr}$ und $^{90}\text{Y}$

#### 3.4.1 Geräte und Lösungen

##### 3.4.1.1 Geräte

- Heizbare Magnetrührer
- Analysenwaage ( $\pm 0,1$  mg)
- Waage 0 bis 2 kg
- $\beta$ -Zähleinrichtung für niedrige Aktivitäten (GM- oder Proportionalzähler)
- pH-Messgerät mit kombinierter Glaselektrode
- Peristaltikpumpe mit 6 oder mehr Kanälen
- Photometrische Titrationseinrichtung (z.B. mit Phototrode)
- Atomabsorptionsgerät
- Filtriergerät (z.B. Millipore XX10 025 00)
- Messprobenhalter
- Muffelofen

##### 3.4.1.2 Ionenaustauschsäulen (Dowex 50)

	Erste Trennung	Zweite Trennung
- Volumen Austauschharz	ca. 50 mL	ca. 8 mL
- Höhe Austauschharz	28,0 cm	10,0 cm
- Innendurchmesser	1,5 cm	1,0 cm
- Durchflussgeschw. für die Analysen	2,0 mL/min	1,6 mL/min
- Durchflussgeschw. für die Regeneration	3,0 mL/min	2,0 mL/min
- Natriumcitrat (0,25M) für die Regeneration	300 mL	150 mL

##### 3.4.1.3 Reagenzien und Lösungen

- Das Ethylendiamin-tetraessigsäure Dinatriumsalz Dihydrat wird als EDTA bezeichnet.
- Das Trans-1,2-Diaminocyclohexan-N,N,N',N'-tetraessigsäure Monohydrat wird als DCTA bezeichnet.
- Alle Chemikalien haben Analysenqualität (p.a.) aufzuweisen.
- Die NaOH-, EDTA- und DCTA - Lösungen sollten in Kunststoff-Flaschen aufbewahrt werden.
- Harz: Dowex 50 W X 8, 100-200 mesh, p.a.
- HCl 5 M: HCl 32% im Verhältnis 1:1 verdünnen.
- Natriumacetat 0,05 M pH 4,6: 3 mL Essigsäure in 900 mL Wasser einbringen; den pH-Wert mit NaOH 2,5 M auf 4,6 einstellen und auf 1 Liter auffüllen.
- Natriummalonat 0,25 M pH 4,0: 13,0 g Malonsäure in 400 mL Wasser lösen, den pH mit NaOH 2,5 M auf 4,0 einstellen und auf 500 mL verdünnen; Lösung kurz vor Gebrauch herstellen.



- Natriumcitratlösung (0,25 M) zur Regeneration : 735 g Natriumcitrat-Dihydrat in ca. 3 Liter Wasser auflösen, 1,0 mL Natronlauge (32 %) hinzufügen, dann auf 10 Liter verdünnen.
- NaOH 2,5 M: 1160 mL NaOH 32% auf 5 Liter verdünnen.
- EDTA 0,25 M: 186,1 g EDTA in 1700 mL Wasser lösen, nachdem 75 mL NaOH 32% zugegeben wurden. Nötigenfalls durch einen Papierfilter filtrieren (Schleicher & Schüll 589/2). Auf 2 Liter verdünnen.
- DCTA 0,25 M: 182,2 g DCTA in 1700 mL Wasser lösen, nachdem 116 mL NaOH 32% zugegeben wurden. Nötigenfalls durch einen Papierfilter filtrieren (Schleicher & Schüll 589/2). Auf 2 Liter verdünnen.
- DCTA 0,075 M pH 6,5: Aus der DCTA-Lösung 0,25 M herstellen, den pH mit NaOH 2,5 M einstellen.
- DCTA 0,090 M + AcONa 0,025 M pH 5,5: 720 mL DCTA 0,25 M auf 1800 mL verdünnen, 3 mL Essigsäure zugeben, den pH mit NaOH 2,5 M einstellen und auf 2 Liter verdünnen.
- NaCl 0,75 M: 43,8 g NaCl pro Liter.
- NaCl 4M: 234 g NaCl pro Liter.
- $YCl_3$  0,0225 M: 6,82 g  $YCl_3 \cdot 6 \cdot H_2O$  + 10 mL HCl 5 M auf 1 Liter verdünnen.
- $SrCl_2$  0,2 M: 53,3 g  $SrCl_2 \cdot 6 \cdot H_2O$  + 10 mL HCl 5 M auf 1 Liter verdünnen.

#### 3.4.1.4 Lösungen zur Ausbeutebestimmung von Yttrium

- EDTA 0,02 M: 7,445 g EDTA (Dinatriumsalz) in 950 mL Wasser lösen und auf 1 Liter verdünnen.
- Lanthannitrat 0,01 M: 4,33 g  $La(NO_3)_3 \cdot 6 \cdot H_2O$  in 900 mL Wasser lösen, 2 mL HCl 5 M zufügen, wenn notwendig durch einen Papierfilter filtrieren und auf 1 Liter verdünnen.
- Xylenorange: 50 mg Xylenorange (Natriumsalz) in 50 mL Wasser lösen.

#### 3.4.2 Aufbereitung des Austauschharzes

- Das neue Harz wird von kleinen suspendierten Partikeln befreit und dann auf der Säule mit dem etwa 8-10-fachen Volumen HCl 5 M behandelt, mit NaCl 4 M bis zur Neutralität des Eluats in die Na-Form überführt und mit Wasser gespült.
- Vor jeder Analyse muss das Harz in der Säule regeneriert werden, und zwar mit dem in Kap. 3.4.1.2 erwähnten Natriumcitrat-Volumen, danach wird es mit AcONa 0,05 M pH 4,6 neutralisiert und mit Wasser gespült.
- Dasselbe Harz kann für mindestens 30 Analysen verwendet werden.

#### 3.4.3 Ausglühen und Lösen

1. In einem Porzellan- oder Nickeltiegel (100 x 100 mm, ohne Deckel) 60 bis 120 g Trockenmilch genau einwiegen, die Temperatur langsam auf 600 °C steigen lassen, dann mindestens 10 Stunden ausglühen, so dass sich der Kohlenstoff vollständig verflüchtigen kann.
2. Die Asche in einen 250-mL-Erlenmeyerkolben überführen. Genau 5 mL Strontiumchlorid-Lösung 0,2 M (Trägerlösung) zufügen.
3. Unter leichtem Kochen in 25 mL HCl 32% lösen und nötigenfalls die verdampfte Säure mit HCl 5 M ersetzen. Nach 20 bis 30 Minuten 25-50 mL Wasser hinzufügen, einige Minuten kochen und abkühlen lassen.
4. Nötigenfalls durch einen Papierfilter filtrieren (Schleicher & Schüll 589/2), dann den Filter mit Wasser waschen und das Filtrat in einem 600-mL-Becherglas auffangen.
5. Pro Gramm Trockenmilch 1,3 mL EDTA 0,25 M hinzufügen, was meistens zu einer Fällung von EDTA führt. Sofort auf ca. 500 mL verdünnen und tropfenweise NaOH 32% bis etwa pH 4,0 zugeben um das EDTA aufzulösen, dann den pH mit NaOH 2,5 M auf 4,55 bis 4,60 einstellen.



#### 3.4.4 Abtrennung der Erdalkalikationen und erste $^{90}\text{Y}$ -Trennung

Die Punkte 6 bis 12 sollen am selben Tag durchgeführt werden.

6. Die Lösung auf die mit Wasser gespülte Säule (50 mL Dowex 50, Na-Form) geben.
7. Mittels der DCTA-Lösung 0,090 M + AcONa 0,025 M pH 5,5 das Ca und Mg eluieren. Nachdem ca. 80 mL dieses Eluiermittels durchgelaufen sind, weiter eluieren und dabei alle 15 Minuten den pH-Wert des Eluats mit den speziellen pH-Indikatorstreifen von Merck (pH 4 bis 7) kontrollieren; sobald der pH-Wert des Eluats 5,2 überschreitet, noch ca. 10 Minuten weiter eluieren. Datum und Zeit notieren (erste Trennung vom  $^{90}\text{Y}$ , entspricht dem Zeitpunkt  $t_1$ ).
8. Das Strontium mit 300 mL DCTA 0,075 M pH 6,5 eluieren und das Eluat in einem 400-mL-Becherglas auffangen.
9. Die Säule mit 50 mL Wasser spülen und letzteres verwerfen.
10. Den pH-Wert des Eluats genau auf  $2,00 \pm 0,05$  mit 5 M Salzsäure einstellen bis die Fällung vom DCTA vollständig ist und der pH-Wert stabil bleibt.
11. Während ca. 30 Minuten umrühren (Magnetrührer), dann filtrieren (Schleicher & Schuell 589/2). Das Becherglas und den Filter 3 bis 5 Mal mit wenig Salzsäure (0,01 M, pH 2,00) waschen. Das gesamte Filtrat in einer 500-mL-Pyrexflasche mit Schraubverschluss auffangen.
12. Genau 5 mL Yttriumchlorid-Lösung (0,0225 M) und 5 mL HCl 5 M hinzufügen. Rühren.
13. Das  $^{90}\text{Y}$  während mindestens 10 Tagen im Kühlschrank nachwachsen lassen.

Es ist nicht erforderlich, das  $^{90}\text{Y}$  bis zum Gleichgewicht mit  $^{90}\text{Sr}$  nachwachsen zu lassen, da die Zeitpunkte der ersten und zweiten Abtrennungen bekannt sind. In Notfällen kann die Wachstumsdauer von  $^{90}\text{Y}$  noch verkürzt werden.

#### 3.4.5 Zweite $^{90}\text{Y}$ -Trennung

Der Punkt 14 sollte quantitativ durchgeführt werden.

14. Die Lösung (Punkt 13) bis auf den letzten Tropfen auf die mit Wasser gespülte Säule (8 mL Dowex 50, Na-Form), geben; die Pyrexflasche dreimal mit ein paar mL Wasser spülen und dieses ebenfalls auf die Säule geben. Eluate verwerfen.
15. NaCl 0,75 M durchlaufen lassen, bis der pH-Wert des Eluats  $\geq 4$  ist; den pH-Wert dabei alle 10 Minuten mit pH-Papier (Acilit) kontrollieren; Eluat verwerfen.
16. Das Yttrium mit 100 mL Natriummalonat-Lösung 0,25 M pH 4,0 eluieren. Die ersten paar mL des Eluats entsprechend dem Totvolumen verwerfen, dann das Eluat in einem 150-mL-Becherglas auffangen. Datum und Zeit nach dem Durchlauf der ersten eluierten 50 mL notieren (zweite Abtrennung von  $^{90}\text{Y}$ , Zeitpunkt  $t_2$ ). Die Säule mit 50 mL Wasser spülen und letzteres verwerfen.
17. Die das Yttrium enthaltende Lösung auf ca. 80 °C auf einem Magnetrührer erhitzen. Die Yttriumoxalat-Fällung erfolgt durch anfänglich tropfenweise, dann portionsweise Zugabe von insgesamt 10 mL Oxalsäure-Lösung (24 g Oxalsäure Dihydrat / 100 mL Ethanol ; Lösung nicht mehr als eine Stunde vor Gebrauch herstellen), dann noch ca. 10 Minuten auf dem Magnetrührer auf ca. 80 °C erwärmen. Das Yttriumoxalat im Wasserbad abkühlen, dann noch ca. eine Stunde stehen lassen.
18. Auf die Fritte des Millipore-Filtriergeräts eine MF-Millipore-Filtermembran (GSWP02400 oder GSWP02500) genau zentriert einlegen. Die gesamte Filterfläche mit etwas Wasser benetzen. Den Filtertrichter auf die Filtermembran genau zentrieren.
19. Die Yttriumoxalat-Suspension aufrühren, dann filtrieren. Die Membran dreimal mit 3 mL Wasser waschen. Den Filtertrichter entfernen und das Vakuum aufheben. Die Filtermembran mit dem Yttriumoxalat-Präparat in den Messprobenhalter legen.
20. An der Luft ca. 30 Minuten trocknen lassen.
21. Danach sofort eine Einzelmessung oder eine nacheinander folgende Zählserie von je 4 Stunden durchführen, bis die auf den Zeitpunkt der zweiten Fällung extrapolierte Aktivität mit der gewünschten Genauigkeit berechnet werden kann.



22. Das Strontium aus der 8-mL-Säule mit 125 mL NaCl 4 M eluieren, das Eluat in einem 500-mL-Messkolben auffangen. Die Säulen danach mit 50 mL Wasser spülen und dieses Eluat ebenfalls in den gleichen Messkolben überführen. Bis zur Eichmarke verdünnen. Diese Lösung dient der Ausbeutebestimmung der chemischen Trennung von Strontium mittels AAS (s. Kap. 3.4.8.1).

### 3.4.6 Blindwertbestimmungen

#### Prüfung der radiochemischen Reinheit der Reagenzien

1. 3,0 g CaCO<sub>3</sub> in ein 600-mL-Becherglas einwiegen. Etwa 100 mL Wasser zufügen.
2. 5 mL SrCl<sub>2</sub> 0,2 M als Träger begeben.
3. 25 mL HCl 32% zugeben und rühren, bis alles gelöst ist. Bis auf 300 mL verdünnen, dabei die Becherglaswand spülen.
4. 160 mL EDTA 0,25 M zugeben, was normalerweise zu einer Fällung von EDTA führt; deshalb sofort auf ca. 500 mL verdünnen, dann tropfenweise NaOH 32% bis etwa pH 4,0 zugeben, und den pH mit NaOH 2,5 M auf 4,5 bis 4,6 einstellen. Weiterfahren mit der Abtrennung der Erdalkalitionen, siehe Kap. 3.4.4 Punkt 6.

- Die Zählrate der Blindlösung sollte unter 0,001 s<sup>-1</sup> liegen.
- Die Ausbeutebestimmungen von Strontium und Yttrium fallen bei den Blindwertbestimmungen weg.

### 3.4.7 Bestimmung der Zählausbeute

1. In ein 150-mL-Becherglas 50 mL Zitronensäure 0,2 M, 5 mL Strontiumträger-Lösung, 5 mL Yttriumträger-Lösung und dann die sich im Gleichgewicht befindliche Standardlösung von <sup>90</sup>Sr und <sup>90</sup>Y (Minimum: 1 Bq <sup>90</sup>Sr/<sup>90</sup>Y) einbringen.
2. Den pH-Wert mit NaOH 2,5 M zwischen 1,3 und 2,0 einstellen.
3. Dann gemäß der Punkte 14 bis 21 weiterverfahren (zweite Trennung von <sup>90</sup>Y).

### 3.4.8 Bestimmung der chemischen Ausbeuten

#### 3.4.8.1 Bestimmung der chemischen Ausbeute von Strontium

Die Bestimmung der Strontiumausbeute geschieht mittels Atomabsorption mit dem unter Punkt 22 erhaltenen Eluat in NaCl 4M.

Verdünnung der Messlösungen:

	Referenzlösungen	Analysenlösungen
SrCl <sub>2</sub> 0,001M (*)	V mL (**)	-
Analyse (Eluat Punkt 22)	-	4 mL
HCl 5M	2 mL	2 mL
NaCl 4M	2 mL	1 mL
Endvolumen	100 mL	100 mL

(\*) Herstellung durch Verdünnen 5 mL auf 1000 mL der als Träger eingesetzten SrCl<sub>2</sub>-Lösung 0,2M

(\*\*) Für die Eichkurve sind beispielsweise Referenzlösungen mit V=0 mL, 3 mL und 9 mL zu verwenden.

Die chemische Ausbeute von Strontium berechnet sich wie folgt:  $\eta_{\text{Sr}} = V/8$ ,  
wobei V = Volumen (mL) Referenzlösung



#### 3.4.8.2 Bestimmung der chemischen Ausbeute von Yttrium

Die Erfassung des Äquivalenzpunkts geschieht am besten mittels photometrischer Titration und graphischer Aufzeichnung der Titrationskurve.

1. Nach der Zählung die Filtermembran in ein 25-mL-Becherglas einbringen und das Yttriumoxalat in 5 mL HCl 5 M lösen.
2. Nach vollständiger Auflösung quantitativ in ein Titriergefäß überführen, dabei das Becherglas mehrmals mit Wasser nachspülen.
3. 9 mL EDTA 0,020 M, 10 Tropfen Xylenorange, 1 mL Eisessig zufügen. Auf etwa 180 mL verdünnen (je nach vorhandenem Titrationsgerät).
4. Den pH mit Ammoniak 1:1 auf 6,0 bis 6,2 einstellen.
5. Mit Lanthannitratlösung 0,01 M bei 570 nm zurücktitrieren. Der Äquivalenzpunkt befindet sich am Winkel der ersten und der zweiten Geraden, wobei die zweite Gerade am Anfang ganz leicht gekrümmt ist.

Eichtitrationen für die Yttrium-Bestimmung:

6. Unter denselben Bedingungen 4 mL EDTA 0,020 M allein titrieren.
7. Unter denselben Bedingungen 9 mL EDTA 0,020 M + 5 mL der gleichen Trägerlösung titrieren, wie die für die Analysen verwendete.

Die Yttriumausbeute berechnet sich wie folgt:

$$\eta_Y = 1 - \frac{4 \cdot (V - V_2)}{9 \cdot V_1 - 4 \cdot V_2}$$

wobei:

- V : verbrauchte Titrierlösung (mL) für die Analysentitration (Punkt 5)
- V1 : verbrauchte Titrierlösung (mL) für die Titration der EDTA-Lösung (Punkt 6)
- V2 : verbrauchte Titrierlösung (mL) für die Titration der Yttrium-Träger-Lösung (Punkt 7)

#### 3.5 Messung der Aktivität

- Die Messung erfolgt in einem Gasproportionalzähler für Low-level-Messungen, mit Abschirmung und Antikoinzidenzstufe.
- Messzeit: eine 4-stündige Messung.

Je nach Aktivität der Probe und erforderlicher Genauigkeit, ist es zweckmäßiger, während ca. 4 Tagen eine Reihe von z. B. 4-stündigen Messungen durchzuführen.



### 3.6 Berechnung der Analysenergebnisse

In den nachfolgenden Gleichungen werden folgende Symbole verwendet:

- $t_p$  : Zeitpunkt der Probenentnahme
- $t_1$  : Zeitpunkt der ersten  $^{90}\text{Y}$ -Abtrennung (Abschnitt 3.4.4, Punkt 7)
- $t_2$  : Zeitpunkt der zweiten  $^{90}\text{Y}$ -Abtrennung (Abschnitt 3.4.5, Punkt 16)
- $t_Y$  : mittlerer Zeitpunkt der  $^{90}\text{Y}$ -Messung
- $f_1$  : Umrechnungsfaktor der Aktivität zum Zeitpunkt der Probenentnahme
- $f_2$  : Aufbaufaktor für das unvollständige Wachstum von Yttrium-90 zwischen den Zeitpunkten  $t_1$  und  $t_2$
- $\lambda_{\text{Sr-90}}$  : Zerfallskonstante des  $^{90}\text{Sr}$  ( $2,776 \cdot 10^{-6} \text{ h}^{-1}$ )
- $\lambda_{\text{Y-90}}$  : Zerfallskonstante des  $^{90}\text{Y}$  ( $0,0108 \text{ h}^{-1}$ )
- $c_{\text{Sr-90}}$  : Aktivitätskonzentration der Frischmilch zur Zeit der Probenentnahme in  $\text{Bq} \cdot \text{L}^{-1}$
- $m$  : Trockenmilch-Einwaage in g
- $\rho$  : Trockenmilchanteil der Frischmilch in  $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$
- $\eta_{\text{Sr}}$  : Chemische Ausbeute von Strontium
- $\eta_{\text{Y}}$  : Chemische Ausbeute von Yttrium
- $\varepsilon_{\text{Y}}$  : Zählwirkungsgrad von  $^{90}\text{Y}$
- $r(t_Y)$  : Zählrate ( $\text{s}^{-1}$ ) des  $^{90}\text{Y}$  zum mittleren Zeitpunkt  $t_Y$  der Messung
- $r(t_2)$  : Zählrate ( $\text{s}^{-1}$ ) des  $^{90}\text{Y}$ , auf den Zeitpunkt der zweiten  $^{90}\text{Y}$ -Abtrennung berechnet
- $r_0$  : Nulleffektzählrate ( $\text{s}^{-1}$ )
- $r_b$  : Bruttozählrate ( $\text{s}^{-1}$ )
- $r_Y$  : Nettozählrate ( $\text{s}^{-1}$ )

Falls nur eine Einzelmessung durchgeführt wird, beträgt die Zählrate am Zeitpunkt der zweiten  $^{90}\text{Y}$ -Abtrennung

$$r(t_2) = r_Y \cdot e^{\lambda_{\text{Y-90}} \cdot (t_Y - t_2)} = (r_b - r_0) \cdot e^{\lambda_{\text{Y-90}} \cdot (t_Y - t_2)} \quad (1)$$

Wenn mehrere aufeinanderfolgende 4-stündige Messungen durchgeführt werden, wird die Zählrate  $r(t_2)$  durch logarithmische Regression der Zählraten nach Abzug des Nulleffekts, und Extrapolation auf den Zeitpunkt der zweiten  $^{90}\text{Y}$ -Abtrennung berechnet.

Die Aktivitätskonzentration der Frischmilch in  $\text{Bq} \cdot \text{L}^{-1}$  zum Zeitpunkt der Probenentnahme berechnet sich gemäß der Formel:

$$c_{\text{Sr-90}} = \frac{(r_b - r_0) \cdot e^{\lambda_{\text{Y-90}} \cdot (t_Y - t_2)} \cdot \rho}{m \cdot \varepsilon_{\text{Y}} \cdot \eta_{\text{Sr}} \cdot \eta_{\text{Y}} \cdot e^{-\lambda_{\text{Sr-90}} \cdot (t_1 - t_p)} \cdot (1 - e^{-\lambda_{\text{Y-90}} \cdot (t_2 - t_1)})} \quad (2)$$

mit  $e^{-\lambda_{\text{Sr-90}} \cdot (t_1 - t_p)} = f_1$  Umrechnungsfaktor der Aktivität auf den Zeitpunkt der Probenentnahme.

und  $1 - e^{-\lambda_{\text{Y-90}} \cdot (t_2 - t_1)} = f_2$  Aufbaufaktor für die unvollständige  $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ -Gleichgewichtseinstellung zwischen den Zeitpunkten  $t_1$  und  $t_2$ .

Gleichung 2 kann durch die Einführung eines erweiterten Kalibrierfaktors  $w$  wie folgt geschrieben werden:

$$c_{\text{Sr-90}} = (r_b - r_0) \cdot w = r_Y \cdot w \quad \text{mit} \quad w = \frac{e^{\lambda_{\text{Y-90}} \cdot (t_Y - t_2)} \cdot \rho}{m \cdot \varepsilon_{\text{Y}} \cdot \eta_{\text{Sr}} \cdot \eta_{\text{Y}} \cdot e^{-\lambda_{\text{Sr-90}} \cdot (t_1 - t_p)} \cdot (1 - e^{-\lambda_{\text{Y-90}} \cdot (t_2 - t_1)})} \quad (3)$$





### 3.7 Messunsicherheit

Die Standardmessunsicherheit  $u(c_{\text{Sr-90}})$  ergibt sich dann wie folgt:

$$u(c_{\text{Sr-90}}) = \sqrt{r_Y^2 \cdot u^2(w) + w^2 \cdot u^2(r_Y)} = \sqrt{c_{\text{Sr-90}}^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w) + w^2 \cdot \left( \frac{r_b}{t_b} + \frac{r_0}{t_0} \right)} \quad (4)$$

#### 3.7.1 Zählstatistischer Beitrag zur Messunsicherheit

Falls nur eine Einzelmessung von  $^{90}\text{Y}$  durchgeführt wird, kann die Standardmessunsicherheit der Zählrate zum Zeitpunkt der Messung  $t_Y$  wie folgt berechnet werden:

$$u(r_Y) = \sqrt{\left( \frac{r_b}{t_b} + \frac{r_0}{t_0} \right)} \quad (5)$$

mit

- $u(r_Y)$  : Standardmessunsicherheit der Zählrate zum Zeitpunkt der Messung  $t_Y$  ( $\text{s}^{-1}$ )  
 $t_b$  : Messzeit der Probe (s)  
 $t_0$  : Messzeit des Nulleffektes (s)

#### 3.7.2 Standardmessunsicherheit des erweiterten Kalibrierfaktors $w$

Die Standardmessunsicherheit des erweiterten Kalibrierfaktors  $w$  setzt sich aus den Unsicherheiten all seiner Eingangsgrößen wie folgt zusammen:

$$u(w) = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left( \frac{\partial w}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i)} \quad (6)$$

Die Unsicherheiten der Zerfallskonstanten und der Zeitdifferenzen können vernachlässigt werden. Mit dieser Vereinfachung bleiben nur noch multiplikative Unsicherheitsbeiträge zu  $u(w)$  übrig. Bei reiner Multiplikation oder Division lässt sich die relative Standardmessunsicherheit des erweiterten Kalibrierfaktors  $w$ ,  $u_{\text{rel}}(w)$ , wie folgt berechnen:

$$u_{\text{rel}}(w) = \sqrt{\sum_{i=1}^n u_{\text{rel}}^2(x_i)} \quad (7)$$

##### 3.7.2.1 Standardmessunsicherheit des Kalibrierfaktors $u(\varepsilon_Y)$

Die Bestimmung des Zählwirkungsgrads erfolgt durch Abtrennung des  $^{90}\text{Y}$  aus einer  $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$  Standard-Lösung (nur die zweite Yttrium-Abtrennung ist notwendig). Die Messunsicherheit des Kalibrierfaktors wird durch folgende Beiträge bestimmt:

- Unsicherheit der Ausbeute von Yttrium: ca. 1 %
- Unsicherheit der Aktivitätskonzentration der Standardlösung: < 1 %
- Unsicherheiten von Wägungen und Volumina beim Pipettieren: ca. 1 %
- Zählstatistischer Beitrag zur Messunsicherheit: ca. 1 bis 1,5 %, da die Aktivität der Probe bei der Kalibrierung hoch ist

Die relative kombinierte Standardmessunsicherheit des Zählwirkungsgrads  $u_{\text{rel}}(\varepsilon_Y)$  beträgt ca. 3 %.



### 3.7.2.2 Beiträge zur Standardmessunsicherheit aus der Probenbehandlung und der Abtrennung des $^{90}\text{Y}$

Die wichtigsten Unsicherheitsbeiträge bei der Probenbehandlung und der chemischen Abtrennung von  $^{90}\text{Sr}$  und  $^{90}\text{Y}$  sind folgende:

- Ausbeute für Strontium, Bestimmung durch AAS  $u_{\text{rel}}(\eta_{\text{Sr}})$ : ca. 1,5 %
- Ausbeute für Yttrium, Bestimmung durch photometrische Titration  $u_{\text{rel}}(\eta_{\text{Y}})$ : ca. 1 %
- Massen und Volumina: insgesamt  $u_{\text{rel}}(m)$  und  $u_{\text{rel}}(\rho)$  je ca. 3 %

Damit ergibt sich für die Berechnung der Standardmessunsicherheit des erweiterten Kalibrierfaktors  $w$  die Gleichung (8)

$$u_{\text{rel}}(w) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(m) + u_{\text{rel}}^2(\rho) + u_{\text{rel}}^2(\eta_{\text{Y}}) + u_{\text{rel}}^2(\eta_{\text{Sr}}) + u_{\text{rel}}^2(\varepsilon_{\text{Y}})} \quad (8)$$

Setzt man die oben angegebenen Maximalwerte für die einzelnen relativen Unsicherheiten ein, ergibt sich die Standardmessunsicherheit des erweiterten Kalibrierfaktors  $w$  zu 5,50 %.

## 3.8 Charakteristische Grenzen (Erkennungs- und Nachweisgrenze)

Die Erkennung- und die Nachweisgrenze werden nach DIN ISO 11929 [6] berechnet.

### 3.8.1 Erkennungsgrenze

Wenn eine Einzelmessung durchgeführt wird, kann die Erkennungsgrenze  $c_{\text{Sr-90}}^*$  zur Zeit der Probenentnahme wie folgt berechnet werden:

$$c_{\text{Sr-90}}^* = k_{1-\alpha} \cdot w \cdot \sqrt{\left(\frac{r_0}{t_b} + \frac{r_0}{t_0}\right)} \quad (9)$$

$k_{1-\alpha}$  : Konfidenzkoeffizient für den Fehler 1. Art

### 3.8.2 Nachweisgrenze

Die Nachweisgrenze  $c_{\text{Sr-90}}^\#$  kann aus der Erkennungsgrenze wie folgt berechnet werden:

$$c_{\text{Sr-90}}^\# = c_{\text{Sr-90}}^* + k_{1-\beta} \sqrt{c_{\text{Sr-90}}^{\#2} \cdot u_{\text{rel}}^2(w) + w^2 \left(\frac{c_{\text{Sr-90}}^\#}{t_b \cdot w} + \frac{r_0}{t_b} + \frac{r_0}{t_0}\right)} \quad (10)$$

$k_{1-\beta}$  : Konfidenzkoeffizient für den Fehler 2. Art

Die Erkennungsgrenze hängt von der Zählrate des Nulleffekts ab. Die Nachweisgrenze hingegen zusätzlich zur Nulleffektszählrate auch von der Unsicherheit des erweiterten Kalibrierfaktors  $w$ .

## 3.9 Berechnungsbeispiel

Bestimmung der Aktivitätskonzentration  $c_{\text{Sr-90}}$  in Frischmilch:

Zeitpunkt der Probenentnahme :  $t_p$  = 09.08.2000, 12 Uhr  
Zeitpunkt der ersten  $^{90}\text{Y}$  Abtrennung :  $t_l$  = 13.09.2000, 10 Uhr



Zeitpunkt der zweiten $^{90}\text{Y}$ Abtrennung	: $t_2$	= 24.09.2000, 11 Uhr
Zeitpunkt der $^{90}\text{Y}$ Einzelmessung	: $t_Y$	= 24.09.2000, 17 Uhr
Zerfallskonstante von $^{90}\text{Sr}$	: $\lambda_{\text{Sr-90}}$	= $2,776 \cdot 10^{-6} \text{ h}^{-1}$
Zerfallskonstante von $^{90}\text{Y}$	: $\lambda_{\text{Y-90}}$	= $0,0108 \text{ h}^{-1}$
Trockenmilch Einwaage (g)	: $m$	= 90 g (entspricht 0,7 L Milch)
Trockenmilchanteil der Frischmilch ( $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )	: $\rho$	= 129
Chemische Ausbeute von Strontium	: $\eta_{\text{Sr}}$	= 0,98
Chemische Ausbeute von Yttrium	: $\eta_{\text{Y}}$	= 0,89
Zählwirkungsgrad von $^{90}\text{Y}$	: $\varepsilon_{\text{Y-90}}$	= 0,4750
Nulleffektzählrate ( $\text{s}^{-1}$ )	: $r_0$	= $0,0044 \text{ s}^{-1}$
Messzeit des Nulleffektes (s)	: $t_0$	= 100000 s
Bruttozählrate der Probe ( $\text{s}^{-1}$ )	: $r_b$	= $0,0604 \text{ s}^{-1}$
Zählrate von $^{90}\text{Y}$ bei $t_Y$ ( $\text{s}^{-1}$ )	: $r_Y$	= $0,0560 \text{ s}^{-1}$
Messzeit von $^{90}\text{Y}$ (s)	: $t_b$	= 14400 s

Aus Gleichung (1) berechnet man zuerst die Zählrate von  $^{90}\text{Y}$  zum Zeitpunkt der zweiten  $^{90}\text{Y}$  Abtrennung:

$$r(t_2) = 0,0560 \cdot e^{0,0108 \cdot 6,0} \text{ s}^{-1} = 0,0560 \cdot 1,0669 = 0,0597 \text{ s}^{-1}$$

Der Umrechnungsfaktor  $f_1$  auf den Zeitpunkt der Probenentnahme ergibt sich zu:

$$f_1 = e^{-2,776 \cdot 10^{-6} \cdot 838} = 0,998$$

Der Aufbaufaktor  $f_2$  für die unvollständige Neueinstellung des Gleichgewichtes von  $^{90}\text{Y}$  mit  $^{90}\text{Sr}$  ergibt sich zu:

$$f_2 = 1 - e^{-0,0108 \cdot 265} = 0,943$$

Der gesamte erweiterte Kalibrierfaktor  $w$  wird nach (Gl. 3) berechnet und beträgt:

$$w = \frac{1,0669 \cdot 129}{90 \cdot 0,475 \cdot 0,98 \cdot 0,89 \cdot 0,998 \cdot 0,943} \text{ L}^{-1} = 3,922 \text{ L}^{-1}$$

Die Aktivitätskonzentration des  $^{90}\text{Sr}$  der Frischmilch  $c_{\text{Sr-90}}$  in  $\text{Bq}\cdot\text{L}^{-1}$  zum Zeitpunkt der Probenentnahme ergibt sich nach (Gl. 2 oder 3) zu:

$$c_{\text{Sr-90}} = 0,0560 \cdot 3,922 \text{ Bq}\cdot\text{L}^{-1} = 0,220 \text{ Bq}\cdot\text{L}^{-1}$$

Zählstatistische Messunsicherheit der  $^{90}\text{Y}$ -Messung (Gl. 5):

$$u(r_Y) = \sqrt{\frac{0,0604}{14400} + \frac{0,0044}{100000}} \text{ s}^{-1} = 0,00206 \text{ s}^{-1}$$

Die relative zählstatistische Messunsicherheit der Aktivitätskonzentration der Frischmilch:

$$\frac{u(r_Y)}{r(t_Y)} = \frac{0,00206 \text{ s}^{-1}}{0,0560 \text{ s}^{-1}} = 0,0368$$

Die Unsicherheit der Aktivitätskonzentration von  $^{90}\text{Sr}$  in der Frischmilch (Gl. 4):

$$u(c_{\text{Sr-90}}) = \sqrt{0,220^2 \cdot 0,0550^2 + 3,922^2 \cdot \left( \frac{0,0604}{14400} + \frac{0,0044}{100000} \right)} \text{ Bq}\cdot\text{L}^{-1} = 0,0145 \text{ Bq}\cdot\text{L}^{-1}$$

Die Erkennungsgrenze  $c_{\text{Sr-90}}^*$  wird wie folgt berechnet (Gl. 9):



$$c_{\text{Sr-90}}^* = 1,645 \cdot 3,922 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,0044}{14400} + \frac{0,0044}{100000}\right)} \text{ Bq} \cdot \text{L}^{-1} = 0,0038 \text{ Bq} \cdot \text{L}^{-1}$$

Die Nachweisgrenze  $c_{\text{Sr-90}}^\#$  ergibt sich nach Gleichung 10 zu:

$$c_{\text{Sr-90}}^\# = 0,0038 \text{ Bq} \cdot \text{L}^{-1} + 1,645 \sqrt{c_{\text{Sr-90}}^{\#2} \cdot 0,0550^2 + 3,922^2 \left(\frac{c_{\text{Sr-90}}^\#}{14400 \cdot 3,922} + \frac{0,0044}{14400} + \frac{0,0044}{100000}\right)} \text{ Bq} \cdot \text{L}^{-1}$$

Die Lösung erhält man entweder durch manuelle Iteration mit dem Startwert  $c_{\text{Sr-90}}^\# = 2 \cdot c_{\text{Sr-90}}^*$  oder sie lässt sich alternativ direkt in einer Zelle in Excel berechnen, indem man Excel erlaubt, die Zirkelbezüge durch Iteration zu lösen.

Lösung durch Iteration:

Tabelle 1: Berechnung der Nachweisgrenze durch 4 Iterationsschritte

	Nachweisgrenze	Differenz
Startwert	0,0076	-
1. Iteration	0,00834138	0,00074138
2. Iteration	0,00841165	0,00007027
3. Iteration	0,00841830	0,00000665
4. Iteration	0,00841893	0,00000063

Die Nachweisgrenze für das Beispiel beträgt:  $c_{\text{Sr-90}}^\# = 0,00842 \text{ Bq} \cdot \text{L}^{-1}$

Wenn  $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$  ist, kann die implizite Gleichung (10) in eine quadratische Gleichung umgewandelt werden, deren Lösung für die Nachweisgrenze folgendes Aussehen hat:

$$c_{\text{Sr-90}}^\# = \frac{2c_{\text{Sr-90}}^* + k^2 \frac{W}{t_b}}{1 - k^2 u_{\text{rel}}^2(w)}$$

Die Nachweisgrenze für das Beispiel, berechnet als quadratische Gleichung, beträgt:  $0,00841 \text{ Bq} \cdot \text{L}^{-1}$

#### 4 Beurteilung des Verfahrens

Zeitbedarf für eine Reihe von 6 parallel bearbeiteten Proben:

Trocknung und Veraschung: ca. 24 Stunden (davon effektive Arbeitszeit: ca. 1 Stunde)

Analyse: ca. 20 Stunden (davon effektive Arbeitszeit: ca. 6 Stunden)

Messung: ca. 4 Stunden (eine Einzelmessung) bis 80 Stunden (20 Einzelmessungen).

Nachweisgrenze:

Die Nachweisgrenze für eine Einwaage von ca. 100 g Trockenmilch (0,8 Liter Frischmilch) und eine Messzeit von 4 Stunden beträgt  $8 \text{ m Bq} \cdot \text{L}^{-1}$  und entspricht völlig den vorgegebenen Anforderungen z.B. aus der REI [5] mit einer geforderten Nachweisgrenze von  $0,02 \text{ Bq} \cdot \text{L}^{-1}$  (siehe zusätzlich auch Kap. 2). Diese Nachweisgrenze kann noch durch wiederholte Messungen oder längere Messzeit herabgesetzt werden.



## 5 Dokumentation

Zur Dokumentation und Berichterstattung wird auf das Blatt 2.4 dieser Loseblattsammlung verwiesen.

## 6 Bemerkungen

- Am besten werden die Elutionen der Analysen (Kap. 3.4.4, Punkt 6 und Kap. 3.4.5 Punkt 14) nachts mit einer Zeitschaltuhr gestartet und die Lösungen mit einer Pumpe (z.B. IPC von Ismatec) auf die Säulen gebracht. Die Regeneration des Harzes kann auch nachts durchgeführt werden.
- Da die  $^{90}\text{Y}$ -Ausbeute der chemischen Trennung relativ konstant bleibt ( $0,90 \pm 0,05$ ), ist eine Selbstabsorptionskorrektur nicht erforderlich.
- Falls kein Atomabsorptionsgerät vorhanden ist, kann die chemische Strontium-Ausbeute (Kap. 3.4.8.1) mittels  $^{85}\text{Sr}$  als Tracer bestimmt werden [7]. Dieser wird zur Milchschale (Kap. 3.4.3, Punkt 2) zugefügt (z.B. 30 Bq).
- Das Strontium-Eluat (Kap. 3.4.5, Punkt 22) wird dann in einem 250-mL-Messgefäß aufgefangen und das  $^{85}\text{Sr}$  auf einem  $\gamma$ -Detektor gemessen. Als Referenz werden 30 Bq der  $^{85}\text{Sr}$ -Tracer-Lösung in derselben Geometrie wie die Analyse (5 mL  $\text{SrCl}_2$  0,2 M in 250 mL  $\text{NaCl}$  2 M) gemessen.
- Die chemische Yttrium-Ausbeute (Kap. 3.4.8.2) kann auch visuell (ohne Titriergerät) mit Eriochromschwarz T bestimmt werden, wie in [7] beschrieben. Der visuelle Endpunkt ist dann etwas schwieriger zu erkennen.

## 7 Literatur

- [1] J.-J. Geering, C. Friedli, P. Lerch, J. Trace and Microprobe Techniques, 8 (1990) 211.
- [2] D. Tait, G. Haase, A. Wiechen, A fast Method for the Determination of Sr-90 in liquid Milk by Solid Phase Extraction with Cryptand 222 on Cation Exchange Resin, Kerntechnik, 62 (1997) 96-98.
- [3] H.W. Jeter, B. Grob, Determination of Radiostrontium in Milk using an Extraction Chromatography Column, Radioactivity & Radiochemistry 5 (1994) 8-17.
- [4] A. F. Vetter, Schnelle und präzise Strontium-89/90-Bestimmung mittels Sr-Resine, persönliche Mitteilung
- [5] Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung kerntechnischer Anlagen, GMBI. Nr. 29 vom 19.8.1993 und Nr. 9/10 vom 20.03.1996.
- [6] Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Vertrauensbereichs) bei Messungen ionisierender Strahlung - Grundlagen und Anwendungen (ISO 11929, 2010, DIN ISO 11 929, 2011, Beuth-Verlag Berlin.
- [8] Messanleitungen für die Überwachung der Radioaktivität in der Umwelt und zur Erfassung radioaktiver Emissionen aus Kerntechnischen Anlagen, der Bundesminister für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit, Fischer Verlag, München, Jena 2000, F-Sr-90-Milch-01-01.
- [8] Verordnung über den Schutz vor Schäden durch ionisierende Strahlen (Strahlenschutzverordnung - StrlSchV) vom 20. Juli 2001 (BGBl. I, S.1714), <http://www.bfs.de/>