

DIN 25415

ICS 17.040.20; 27.120.20

Ersatz für
DIN 25415-1:1988-08**Radioaktiv kontaminierte Oberflächen –
Verfahren zur Prüfung und Bewertung der Dekontaminierbarkeit**

Radioactively contaminated surfaces –
Method for testing and assessing the ease of decontamination

Surfaces objets d'une contamination radioactive –
Méthode d'essai et d'évaluation de l'aptitude à la décontamination

Gesamtumfang 35 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN
Normenausschuss Laborgeräte und Laboreinrichtungen (FNLa) im DIN

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung des Verfahrens	5
5 Bezeichnung	5
6 Prüfgeräte	5
6.1 Bechergläser	5
6.2 Strahlungsdetektor	5
6.3 100- μ l-Pipetten	6
6.4 1000- μ l-Pipetten	6
6.5 PTFE-Becher oder Quarz-Ampullen	6
6.6 Flaschen	6
6.7 Halterungen	6
6.8 Rührkäfig-Apparatur	7
7 Kontaminations- und Dekontaminationsmittel	7
7.1 Kontaminationslösungen	7
7.2 Dekontaminationsmittel	9
8 Prüfkörper	9
8.1 Herstellung und Vorprüfung	9
8.2 Anzahl und Maße	10
8.3 Vorbehandlung und Reinigung	10
9 Durchführung der Prüfung	11
9.1 Ermittlung der spezifischen Impulsrate der jeweiligen Kontaminationslösungen	11
9.2 Kontamination	11
9.3 Dekontamination	11
9.4 Ermittlung der Restimpulsrate	12
10 Berechnung der Ergebnisse und Bewertung der Dekontaminierbarkeit	12
Anhang A (informativ) Halterung zur Kontamination des Prüfkörpers	17
Anhang B (informativ) Rührkäfig-Apparatur zur Dekontamination	19
Anhang C (informativ) Berechnungshilfen zur Herstellung der Kontaminationslösung aus Radionuklid-Stammlösungen	28
C.1 Allgemeines	28
C.2 Gewünschtes Endvolumen der Kontaminationslösungen	28
C.3 Gesamtaktivität der Lösungsmenge	28
C.4 Volumen V der Radionuklid-Ausgangslösung, das der unter C.3 angegebenen Gesamtaktivität oder Gesamtimpulsrate entspricht	28
C.5 Erforderliche Trägermengen	29
Anhang D (informativ) Berechnungshilfen zur Herstellung der Kontaminationslösungen durch Neutronenaktivierung	31
D.1 Allgemeines	31
D.2 Spezifische Aktivität A_S der Kontaminationslösung	31
D.3 Aktivierungszeit t	31
Anhang E (informativ) Muster eines Prüfberichtes für die Dekontaminierbarkeit von Oberflächen nach DIN 25415	33
Literaturhinweise	35

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-07-63 AA „Radionuklidlaboratorien“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erstellt.

Der Inhalt dieses Dokumentes entspricht weitgehend ISO 8690:1988. Das beschriebene Verfahren zur Prüfung und Bewertung der Dekontaminierbarkeit ist sachlich identisch mit dem in ISO 8690:1988 beschriebenen Verfahren. Es enthält aber zusätzlich die Möglichkeit, die Kontaminationslösungen mittels Neutronenaktivierung herzustellen, das dabei entstehende ^{134}Cs ist bezüglich seiner chemischen Eigenschaften mit ^{137}Cs identisch. Darüber hinaus können bei ausreichend präziser Messgeometrie Kontaminationslösungen mit geringerer Impulsrate eingesetzt werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Änderungen

Gegenüber DIN 25415-1:1988-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Titel der Norm wurde gekürzt, um deutlicher zum Ausdruck zu bringen, dass kein Dekontaminationsverfahren genormt wird, sondern ein Verfahren zur Bewertung der Dekontaminierbarkeit;
- b) die zu verwendenden Geräte wurden überprüft und erweitert;
- c) ein Abschnitt über die Herstellung von Kontaminationslösungen durch Neutronenaktivierung wurde eingefügt;
- d) die Kennzeichnung des Prüfkörpers durch Einkratzen einer Markierung auf der Rückseite jedes einzelnen Prüfkörpers wurde gestrichen.

Frühere Ausgaben

DIN 25415-1: 1976-12, 1980-10, 1988-08

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument gilt für die Prüfung von Oberflächen, die durch radioaktive Stoffe verunreinigt werden können.

Die Güte der Dekontaminierbarkeit ist eine Oberflächeneigenschaft und ein wichtiges Auswahlkriterium für Materialien, die aufgrund ihres Einsatzgebietes schnell und möglichst ohne Schädigung der entsprechenden Oberfläche von Kontaminationen zu reinigen sein müssen. Dieses Dokument legt objektive Bedingungen zur Prüfung der Dekontaminierbarkeit von Oberflächen unter Laborbedingungen fest. Es ist nicht beabsichtigt, damit ein allgemeines Dekontaminationsverfahren zu beschreiben oder die Wirksamkeit von Dekontaminationsverfahren zu bewerten. Ziel des hier festgelegten Verfahrens ist die Vergleichbarkeit der Ergebnisse, daher ist es nicht notwendig, die Kontamination vollständig zu beseitigen.

In praktischen Anwendungsfällen kann es sich bei der Wahl der zu verwendenden Stoffe auch als wichtig erweisen, andere Stoffeigenschaften, wie z. B. die chemische Beständigkeit, mechanische Festigkeit, Strahlenbeständigkeit und Langzeitstabilität zu berücksichtigen. Es ist zu beachten, dass weitere Dekontaminationsprüfungen unter simulierten praktischen Anwendungsbedingungen erforderlich sein können.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 74, *Senkungen für Senkschrauben, ausgenommen Senkschrauben mit Köpfen nach DIN EN 27721*

DIN 7168, *Allgemeintoleranzen — Längen- und Winkelmaße, Form und Lage — Nicht für Neukonstruktionen*

DIN EN ISO 1513, *Beschichtungsstoffe — Prüfung und Vorbereitung von Proben*

DIN EN ISO 15528, *Beschichtungsstoffe und Rohstoffe für Beschichtungsstoffe — Probenahme*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1
Co/Cs-Restimpulsrate
arithmetisches Mittel aus den für ^{60}Co und ^{134}Cs oder ^{137}Cs gemessenen Werten für die normierte mittlere Restimpulsrate

ANMERKUNG Die Co/Cs-Restimpulsrate wird in Impulsen je Minute ausgedrückt.

3.2
Kontamination
unerwünschtes Vorhandensein von Radionukliden auf Oberflächen bzw. in geringer Tiefe unter der Oberfläche

3.3
mittlere Restimpulsrate
arithmetisches Mittel aus den Werten für die Restimpulsraten, die für fünf vom gleichen Radionuklid kontaminierte Prüfkörper gemessen wurden

ANMERKUNG Die mittlere Restimpulsrate wird in Impulsen je Minute ausgedrückt.

3.4
normierte mittlere Restimpulsrate
Wert der mittleren Restimpulsrate nach Multiplikation mit einem Korrekturfaktor

ANMERKUNG 1 Die normierte mittlere Restimpulsrate wird in Impulsen je Minute ausgedrückt.

ANMERKUNG 2 Der Korrekturfaktor ergibt sich durch Division eines Sollwertes der spezifischen Impulsrate durch die spezifische Impulsrate der für die Prüfung verwendeten Kontaminationslösung. Er dient dem Ausgleich von Unterschieden der spezifischen Impulsraten von Kontaminationslösungen, die von verschiedenen Prüfstellen benutzt werden.

3.5

Dekontamination

vollständige oder teilweise Beseitigung einer Kontamination

3.6

Restimpulsrate

Impulsrate, die durch das nach der Dekontamination an der Oberfläche verbleibende Radionuklid unter gegebenen geometrischen Bedingungen im Messgerät verursacht wird

ANMERKUNG Die Restimpulsrate wird in Impulsen je Minute ausgedrückt.

3.7

spezifische Impulsrate

Impulsrate, die durch 1 ml einer Kontaminationslösung unter gegebenen geometrischen Bedingungen im Messgerät verursacht wird

ANMERKUNG Die spezifische Impulsrate wird in Impulsen je Minute und Milliliter ausgedrückt.

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Getrennte Kontaminationslösungen, die ^{60}Co und ^{134}Cs oder ^{137}Cs enthalten, werden hergestellt. 100 µl-Proben dieser Lösungen werden mit einem Strahlungsdetektor gemessen und aus den Ergebnissen die spezifischen Impulsraten der Kontaminationslösungen errechnet.

Prüfkörper des zu untersuchenden Materials werden mit den Kontaminationslösungen kontaminiert und anschließend mit demineralisiertem Wasser dekontaminiert. Die Restimpulsrate wird durch Messung der auf den Proben verbleibenden Aktivität ermittelt. Die normierten Restimpulsraten werden für die jeweiligen Radionuklide ermittelt. Das arithmetische Mittel aus den jeweiligen Werten für ^{60}Co und ^{134}Cs oder ^{137}Cs (Co/Cs-Restimpulsrate) dient zur Bewertung der Dekontaminierbarkeit nach einer empirisch aufgestellten Klassifizierungstabelle.

5 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Prüfung und Bewertung der Dekontaminierbarkeit (A):

Prüfung DIN 25415 — A

6 Prüfgeräte

6.1 Bechergläser

2 Stück 2000-ml-Bechergläser niedrige Form (z. B. Becher nach DIN 12331).

6.2 Strahlungsdetektor

Strahlungsdetektor und dazugehöriges elektronisches Gerät zur Bestimmung der Impulsrate.

ANMERKUNG 1 Die Mindestgröße der sensitiven Fläche des Detektors ist ein Kreis von 3 cm Durchmesser. In der Praxis ist jedoch im Regelfalle aufgrund der unten genannten geometrischen Anforderungen (siehe Bild 1) eine größere sensitive Fläche erforderlich. Als Strahlungsdetektoren eignen sich u. a. gasgespülte Proportionalzählrohre, Szintillations- sowie Halbleiterdetektoren.

Der Quotient $\frac{D_S - 1,25}{h}$ darf den Wert 3 nicht unterschreiten.

Dabei ist

D_S der kleinste Abstand des auf den Detektorquerschnitt projizierten Mittelpunktes des Kontaminationsfleckes vom Rand des sensitiven Detektorquerschnitts in cm;

h der Abstand der kontaminierten Prüfoberfläche von der Detektoroberfläche in cm.

Ist die Anforderung $\frac{D_S - 1,25}{h} \geq 3$ nicht zu erfüllen, so ist die Verwendung eines Strahlungsdetektors mit einer kreisförmigen sensitiven Oberfläche von mindestens 3 cm Durchmesser zulässig, vorausgesetzt,

- a) dass bei der Ermittlung der spezifischen Impulsrate (siehe 9.1) das Volumen von 100 µl Kontaminationslösung in Form kleiner Tropfen auf einer Kreisfläche von 2,5 cm Durchmesser, d. h. von der Größe der Kontaminationsfläche, verteilt wird, und
- b) dass die Nettoimpulsrate von 100 µl der unter diesen geometrischen Bedingungen gemessenen Kontaminationslösung 200 000 Impulse/min nicht unterschreitet (siehe 9.1).

6.3 100-µl-Pipetten

1 Stück mit Einwegspitzen

6.4 1000-µl-Pipetten

1 Stück mit Einwegspitzen

6.5 PTFE-Becher oder Quarz-Ampullen

2 Stück Polytetrafluorethylen-Becher zur Herstellung der Kontaminationslösung (erforderliches Volumen: je 100 ml auf 90 ml herzustellende Lösung)

oder

2 Stück Quarzampullen zur Aktivierung der inaktiven Stammlösungen im Reaktor.

6.6 Flaschen

2 Stück Flaschen zur Lagerung der Kontaminationslösungen aus Polytetrafluorethylen (PTFE), Perfluoralkoxy-Copolymer (PFA) oder anderen Materialien mit ähnlicher chemischer Widerstandsfähigkeit.

6.7 Halterungen

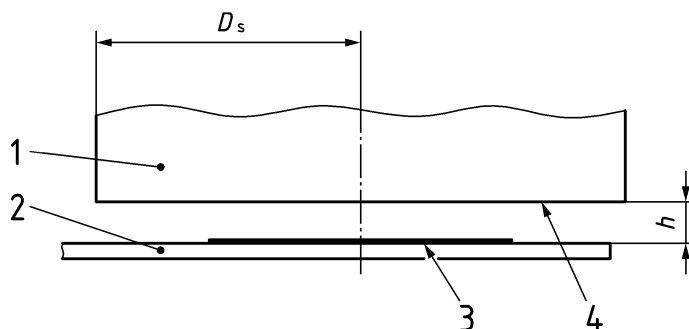
10 Halterungen (5 je Radionuklid) aus Acrylglas, die bei der Kontamination zur Positionierung der Prüfkörper dienen (siehe Anhang A). Die Halterungen enthalten jeweils einen flachen Ring aus Silikonkautschuk (Maße 45 mm × 25 mm × 2 mm).

ANMERKUNG Ungefüllter, nicht pigmentierter, fluorierter Silikongummi ist hierfür besonders geeignet.

Vor dem ersten Gebrauch sind die Gummiringe mit dem organischen Lösungsmittelgemisch zu reinigen, das auch zur Reinigung der Prüfkörper verwendet wird. Die Ringe sind nur nach sorgfältiger Dekontamination wiederzuverwenden.

6.8 Rührkäfig-Apparatur

Rührkäfig-Apparatur für sechs Prüfkörper (siehe Anhang B). Diese Apparatur ist mit einem Motor zu versehen, der den Rührer mit 100 Umdrehungen je Minute dreht.



Legende

- 1 Detektor
- 2 Prüfkörper
- 3 Kontaminationsfläche
- 4 sensitive Fläche des Detektors

D_S der kleinste Abstand des auf den Detektorquerschnitt projizierten Mittelpunktes des Kontaminationsfleckes vom Rand des sensitiven Detektorquerschnitts

h der Abstand der kontaminierten Prüfoberfläche von der Detektoroberfläche

Bild 1 — Geometrische Anforderungen (Schnitt)

7 Kontaminations- und Dekontaminationsmittel

7.1 Kontaminationslösungen

7.1.1 Zusammensetzung der Kontaminationslösungen

Die Kontamination der Prüfkörper erfolgt durch die Radionuklide ^{60}Co und ^{134}Cs oder ^{137}Cs , die in getrennten Lösungen eingesetzt werden.

Zur Vermeidung von Querkontaminationen ist für die jeweiligen Radionuklide getrenntes Prüfgerät nach 6.5 bis 6.7 zu verwenden.

Die Aktivitätskonzentration der Kontaminationslösung ist so einzustellen, dass eine eingedampfte 100- μl -Probe an dem benutzten Messgerät eine im Hinblick auf Totzeitverluste und Nulleffekt korrigierte Impulsrate von mindestens 200 000 Impulsen je Minute erzeugt.

Eine Verwendung von Kontaminationslösungen mit einer geringeren Impulsrate ist zulässig, sofern die Messgeometrie ausreichend präzise Messergebnisse liefert.

Die Radionuklide müssen mit einer Trägerkonzentration $1,0 \times 10^{-5} \text{ mol/l}$ in salpetersaurer Lösung von $\text{pH} = 4,0 \pm 0,2$ eingesetzt werden. Der pH-Wert der Kontaminationsmittel ist monatlich zu überprüfen. Die Prüfung erfolgt an Proben beider Kontaminationslösungen. Die Proben sind anschließend zu verwerfen.

7.1.2 Herstellung der Kontaminationslösungen

7.1.2.1 Allgemeines

Als Chemikalien sind nur solche des Reinheitsgrades „zur Analyse“ oder höher zu verwenden.

7.1.2.2 Herstellung der Kontaminationslösungen aus Radionuklid-Stammlösungen

Die Stammlösungen der Radionuklide dürfen neben Co^{2+} - und Cs^{+} -Ionen und den dazugehörigen Nitrat-Ionen keine Bestandteile enthalten, die beim unten beschriebenen Eindampfen der Lösungen im Rückstand verbleiben.

Mit Hilfe der vorhandenen Daten über die Aktivitätskonzentrationen der ^{60}Co - und ^{137}Cs -Stammlösungen können die Mengen dieser Lösungen berechnet werden, die für die gewünschten Volumina der Kontaminationslösungen erforderlich sind.

Gleichungen für die Herstellung der Kontaminationslösungen sind in Anhang C angegeben.

Aus den Einsatzmengen werden die mit den Radionukliden eingebrachten Trägermengen errechnet. Daraus sind die zur Herstellung einer Trägerkonzentration von $1,0 \times 10^{-5} \text{ mol/l}$ in den Einzellösungen noch notwendigen Mengen an $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ - bzw. CsNO_3 -Trägerlösung zu ermitteln. Diese werden in Polytetrafluorethylen-Gefäße gegeben, die groß genug sind, eine Verdünnung der Lösungen auf ihr Endvolumen zu ermöglichen. Um die Verdrängung von Chlorid-Ionen zu verstärken, die in den Stammlösungen der Radionuklide enthalten sein können, werden je 90 ml Endvolumen der Kontaminationslösung 5 ml einer hochreinen, einmolaren Salpetersäure zugesetzt. Schließlich werden die berechneten jeweiligen Einsatzmengen der ^{60}Co - und ^{137}Cs -Stammlösungen hinzugegeben.

Die Gemische werden unter Anwendung von Infrarot-Oberflächenstrahlern so lange zur Trocknung eingedampft, bis die Rauchentwicklung aufhört. Die Gefäße werden dann für weitere zwei Stunden erhitzt, wobei sich die IR-Strahler in der doppelten Entfernung befinden. Nach dem Abkühlen werden die Gefäße mit Salpetersäure von $\text{pH} = 4$ bis zum jeweiligen Endvolumen aufgefüllt.

ANMERKUNG Die Säure wird durch Verdünnung von 7 μl HNO_3 (Dichte: $1,4 \text{ g} \times \text{cm}^{-3}$) mit doppelt destilliertem demineralisiertem Wasser auf 1 Liter Volumen hergestellt.

7.1.2.3 Herstellung der Kontaminationslösungen durch Neutronenaktivierung

Als Stammlösungen werden inaktive $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ - bzw. CsNO_3 -Lösungen verwendet.

Chlorid-Lösungen dürfen nicht eingesetzt werden, da bei der Aktivierung u. a. ^{35}S entsteht und die ^{60}Co - und ^{134}Cs -Aktivitäten hierdurch stark verfälscht werden.

Anhand der Konzentrationen der Co- und Cs-Stammlösungen können die Mengen dieser Lösungen berechnet werden, die für die gewünschten Volumina der Kontaminationslösungen mit einer Trägerkonzentration von $1,0 \times 10^{-5} \text{ mol/l}$ erforderlich sind.

Diese werden in Quarzampullen abgefüllt und bei maximal 40°C eingetrocknet. Anschließend werden die Ampullen zugeschmolzen und das Material im Kernreaktor aktiviert.

Die Aktivität hängt dabei im Wesentlichen von dem Nuklid, der Neutronenflussrate und der Dauer der Aktivierung ab. Gleichungen zur Berechnung der Aktivierungszeit sind in Anhang D angegeben.

Im Anschluss daran werden die Ampullen geöffnet und das nun aktive Material quantitativ in die fest verschließbaren Flaschen zum Aufbewahren der Kontaminationslösungen überführt und mit Salpetersäure von $\text{pH} = 4$ bis zum jeweiligen Endvolumen aufgefüllt.

ANMERKUNG Beim „Knacken“ der Ampullen hat sich folgende Arbeitsweise bewährt: Die Ampulle wird mittig in ein flexibles verschließbares Röhrchen aus Polyethylen (PE) gelegt und vorsichtig in einem Schraubstock aufgebrochen. Anschließend wird der komplette Inhalt des Röhrchens (auch die Scherben der Ampulle) mit Salpetersäure von $\text{pH} = 4$ in die Flasche überspült.

7.1.3 Aufbewahrung der Kontaminationslösungen

Die spezifischen Impulsraten der sorgfältig homogenisierten Lösungen werden nach 9.1 überprüft. Die Überprüfung des pH-Wertes der Lösungen darf frühestens 12 Stunden nach Auflösung der Trockenrückstände erfolgen.

Um Konzentrationsänderungen durch Wandeffekte zu vermeiden, sind die einzelnen Lösungen in fest verschließbaren Flaschen aufzubewahren, die wiederum zur Vermeidung von Verdunstungsverlusten in Zip-Beuteln verpackt in Kunststoffschalen von kleinstmöglichen Abmessungen einzuschließen sind.

Eine so hergestellte Lösung kann benutzt werden, solange der pH-Wert im angegebenen Bereich liegt und solange die Aktivitätskonzentration (nach Berücksichtigung von Zerfallskorrekturen) keine Änderungen gegenüber dem Ausgangswert von mehr als 5 % aufweist.

7.2 Dekontaminationsmittel

Als Dekontaminationsmittel ist für die Prüfungen demineralisiertes Wasser mit einer maximalen Leitfähigkeit von 3 $\mu\text{S}/\text{cm}$ bei Raumtemperatur zu verwenden.

ANMERKUNG Wasser aus handelsüblichen Reinstwasseraufbereitungsanlagen erfüllen diese Anforderung.

8 Prüfkörper

8.1 Herstellung und Vorprüfung

8.1.1 Allgemeines

Zur Prüfung können Prüfkörper mit mindestens einer ebenen Oberfläche ausreichender Größe (siehe 8.2) aus jedem geeigneten Material — wie nichtmetallische oder metallische Werkstoffe, Beschichtungssysteme, Fußbodenbeläge — gelangen.

Die Prüfkörper müssen gegenüber dem Reinigungsgemisch (siehe 8.3) und den Kontaminationslösungen eine ausreichende Beständigkeit aufweisen. Diese Beständigkeit ist wie folgt zu prüfen: Ein mit dem Reinigungsgemisch getränkter Wattebausch wird auf die Prüffläche gelegt und mit einer Petrischale abgedeckt. Nach zehnmütigem Kontakt wird der Wattebausch entfernt und der Prüfkörper mit Wasser gespült. Danach wird der Prüfkörper für die Dauer einer Stunde bei 40 °C getrocknet und einer Sichtprüfung unterzogen. Prüfkörper, die mehr als eine geringfügige Veränderung in Farbe und Glanzgrad aufweisen, sind zur Prüfung nicht geeignet.

8.1.2 Prüfkörper aus nichtmetallischen Werkstoffen

Zu prüfende nichtmetallische Werkstoffe — wie Hochpolymere, Glas, keramische Werkstoffe — müssen mit Oberflächen von anwendungstypischer Beschaffenheit vorliegen.

Ist die Rückseite des Prüfkörpers porös oder ein unbeschichtetes Metall, so sind Rückseite und Kanten gut dekontaminierbar zu beschichten (z. B. mit einer Epoxid- oder Polyurethan-Beschichtung).

Bei der Prüfung von Beschichtungen ist aus dem zugrundeliegenden Beschichtungsstoff eine Durchschnittsprobe nach DIN EN ISO 15528 zu entnehmen und nach DIN EN ISO 1513 zur Prüfung vorzubereiten.

Die Beschichtungsstoffe sind in anwendungstypischer Weise auf die Träger bzw. Unterlagen aufzutragen und nachzubehandeln; darüber hinausgehende verbessernde Behandlungen, wie z. B. zusätzliche Wärmealterung, sind nicht gestattet.

Das Fertigstellungsdatum der Prüfkörper ist anzugeben.

8.1.3 Prüfkörper aus metallischen Werkstoffen

Prüfkörper aus Metall oder mit metallischen Oberflächen sind in anwendungstypischer Weise vorzubehandeln. Zur Beschichtung der Rückseiten und Kanten siehe 8.1.2.

Die Oberflächenrauheit ist vom Hersteller anzugeben und in die Beschreibung des zu prüfenden Materials aufzunehmen.

8.2 Anzahl und Maße

Zur Prüfung sind 25 Prüfkörper gleicher Art bereitzustellen, wovon mindestens 2 Gruppen von je 5 Prüfkörpern im Parallelversuch geprüft werden müssen.

ANMERKUNG Die verbleibenden Prüfkörper werden für die Vorprüfungen nach 8.1 als Vergleichsprobekörper nach der Prüfung bzw. als Rückstellmuster für eventuelle Nachprüfungen verwendet.

Die Prüfkörper müssen die Maße 50 mm × 50 mm haben. Die Toleranzen dieser Maße sind jeweils von –2 mm bis +10 mm. Die Dicke muss zwischen 1 mm und 10 mm liegen. Als Bezugsecke ist die Ecke zu wählen, deren Form dem rechten Winkel am nächsten kommt (in Bild 4 und Bild 5 mit R bezeichnet).

Andere Prüfkörpermaße und andere Herstellungsbedingungen bedürfen der Absprache und sind im Prüfbericht anzugeben.

Die Prüfkörper sind für den Versand so zu verpacken, dass eine Beschädigung bzw. ein Zerkratzen der Oberfläche, was in der Regel zu schlechteren Prüfergebnissen führt, verhindert wird.

8.3 Vorbehandlung und Reinigung

Die Prüfkörper sind bei der Prüfstelle mindestens 14 Tage in einer reinen, nicht korrosiven Atmosphäre nach ISO 554, 23/50, normale Toleranzen, bei einer Temperatur von 20 °C bei allseitigem Luftzutritt zu lagern. Diese Anforderung gilt nicht für Prüfkörper mit zu untersuchenden Oberflächen aus keramischen Werkstoffen oder Glas.

Die Reinigung der Prüfkörper erfolgt durch Wischen mit einem weichen Zellstofftuch. Hierfür wird die zu prüfende Oberfläche zunächst mit einem mit dem Reinigungsgemisch getränkten Zellstofftuch gewischt. Das Reinigungsgemisch besteht aus Petrolether (Siedebereich: 60 °C bis 80 °C) und Isopropanol (Mindestanteil 99 % Volumenanteil) zu gleichen Volumenteilen. Der Wischvorgang wird mit einem Zellstofftuch wiederholt, das mit dem Reinigungsgemisch schwach angefeuchtet ist. Es folgt ein abschließender Wischvorgang mit einem in reinem Wasser getränkten Zellstofftuch.

Der Wischvorgang wird an den Prüfkörpern jeweils fünfmal in einer Richtung vorgenommen, wobei je Streichvorgang ein frischer Teil des Tuches zu verwenden ist. Das Tuch ist nur einmal je Wischvorgang (5 Streichvorgänge) zu benutzen.

Schließlich werden die Prüfkörper zur Entfernung sämtlicher Fasern und Teilchen von der zu prüfenden Oberfläche mit reinem Wasser aus einer Spritzflasche gespült und für die Dauer von etwa 1 Stunde bei 40 °C in senkrechter Position getrocknet.

Prüfkörper, die allseitig mit organischen Materialien beschichtet sind, können bei besonderen Anforderungen zusätzlich auch ohne jede vorausgehende Reinigung geprüft werden. In diesem Falle hat die Herstellung der Probekörper nach den Angaben des Herstellers bei der Prüfstelle unter Bedingungen zu erfolgen, die Verunreinigungen der zu untersuchenden Oberflächen ausschließen. Der Wegfall des Reinigungsschrittes ist im Prüfbericht zu vermerken.

9 Durchführung der Prüfung

9.1 Ermittlung der spezifischen Impulsrate der jeweiligen Kontaminationslösungen

Auf drei Platten aus Fensterglas mit den Maßen 50 mm × 50 mm sind jeweils 100 µl der Kontaminationslösung dort aufzubringen, wo sich bei der Kontamination nach 9.2 der Mittelpunkt des Kontaminationsfleckes befinden würde. Hierfür ist die Positionierungshilfe (siehe 6.7) o. ä. zu verwenden. Nach dem Eintrocknen der Lösungstropfen bei maximal 45 °C sind die von den drei Glasplatten ausgehenden Impulsraten mit einem Messgerät entsprechend 6.2 zu messen. Dabei ist sicherzustellen, dass die Messgeometrie (insbesondere der Abstand der kontaminierten Glasoberfläche vom Detektor) die gleiche ist, wie sie für die Messung an den Prüfkörpern vorgesehen wurde (siehe 9.4). Die Messzeit beträgt für jede Platte 1 min. Es sind Korrekturen für die Nulleffekt-Impulsrate und gegebenenfalls für Totzeitverluste anzubringen.

Der Mittelwert aus den insgesamt 3 Messergebnissen ist mit dem Faktor 10 zu multiplizieren und in Impulsen je Minute und Milliliter auszudrücken.

Für die beiden Kontaminationslösungen ist die Ermittlung jeweils getrennt vorzunehmen.

9.2 Kontamination

Die Kontamination ist mit Hilfe der in Bild 2 und Bild 3 dargestellten Vorrichtung wie folgt vorzunehmen:

Ein Prüfkörper ist in die Halterung (nach 6.7) einzuschieben, wobei die Bezugsecke wie in Bild 4 auszurichten ist. Die Kanten A und B des Prüfkörpers sind mit den Linien a und b (siehe Bild 4) der Positionierungshilfe in Berührung zu bringen, wobei dem Kontakt B-b Priorität zu geben ist. Danach wird der Prüfkörper durch Anziehen der Schrauben soweit gegen Teil U, der den Silikonkautschukring enthält, gepresst, bis er an allen Kanten mit Teil U Kontakt hat (siehe Bild 3).

Die Kontamination der Prüfkörper erfolgt durch Aufbringen von 1 ml der Kontaminationslösung auf den Mittelpunkt des durch Teil U sichtbaren Kreises. Hierbei muss sich die Halterung in waagerechter Position befinden. Im Falle einer nicht sofortigen Benetzung der zu untersuchenden Fläche durch das Kontaminationsmittel bei stark hydrophoben Materialien kann zur Erzwingung des vollständigen Benetzens die Halterung leicht geneigt werden.

Um ein Verdunsten des Kontaminationsmittels zu vermeiden, wird die zentrale Öffnung von Teil U mit einer kleinen Petrischale abgedeckt.

Nach 120 min ist die Kontaminationslösung so vollständig wie möglich mit einer Pipette abzusaugen. Hierfür ist eine Neigung der Halterung erforderlich. Danach ist die Halterung so aufzustellen, dass die kontaminierte Fläche des Prüfkörpers nach unten zeigt. Nach Entfernung der Muttern sind Teil L und anschließend der Prüfkörper senkrecht so abzuheben, dass eine Verteilung der Kontaminationslösung auf die nicht kontaminierten Stellen des Prüfkörpers vermieden wird.

Um Eindampfeffekte zu vermeiden, ist der Prüfkörper dann schnell an dem Rührkäfig zu befestigen und die Dekontamination sofort nach abgeschlossener Befestigung einer Prüfkörpergruppe einzuleiten. Das Entfernen der Prüfkörper aus der Halterung und ihre Befestigung an dem Rührkäfig darf nicht mehr als 12 min in Anspruch nehmen.

9.3 Dekontamination

Zur Dekontamination werden 5 Prüfkörper mit Hilfe von dünnen Gummiringen oder Spiralfedern aus säurebeständigem Stahl an den Fenstern der Rührkäfig-Apparatur so befestigt, dass der Kontaminationsfleck nach innen zeigt.

Um sicherzustellen, dass sich der Kontaminationsfleck des jeweiligen Prüfkörpers mittig im Rührkäfigfenster befindet, ist der Prüfkörper so anzubringen, dass die Bezugsecke die unten rechts befindliche Ecke des