

DIN EN ISO 9698



ICS 13.060.60

Ersatz für
DIN 38404-13:1988-05

**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Tritium –
Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (ISO 9698:2010);
Deutsche Fassung EN ISO 9698:2015**

Water quality –
Determination of tritium activity concentration –
Liquid scintillation counting method (ISO 9698:2010);
German version EN ISO 9698:2015

Qualité de l'eau –
Détermination de l'activité volumique du tritium –
Méthode par comptage des scintillations en milieu liquide (ISO 9698:2010);
Version allemande EN ISO 9698:2015

Gesamtumfang 32 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 9698:2010 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 9698:2015 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Bezeichnung des Verfahrens:

Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Tritium - Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (C 13):

Verfahren DIN EN ISO 9698 — C 13

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5667-1	siehe	DIN EN ISO 5667-1
ISO 5667-3	siehe	DIN EN ISO 5667-3
ISO 5667-14	siehe	DIN ISO 5667-14
ISO 80000-10	siehe	DIN EN ISO 80000-10
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

Die vorliegende Norm enthält das vom DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW) und von der Wasserchemischen Gesellschaft – eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker – gemeinsam erarbeitete Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung:

Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Tritium - Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (C 13).

Die als DIN-Normen veröffentlichten Deutschen Einheitsverfahren sind bei der Beuth Verlag GmbH einzeln oder zusammengefasst erhältlich. Außerdem werden die genormten Deutschen Einheitsverfahren in der Loseblattsammlung „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ gemeinsam von der Beuth Verlag GmbH und der Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA publiziert.

Normen oder Norm-Entwürfe mit dem Gruppentitel „*Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung*“ sind in folgende Gebiete (Haupttitel) aufgeteilt:

Allgemeine Angaben (Gruppe A)

Sensorische Verfahren (Gruppe B)

Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)

Anionen (Gruppe D)

Kationen (Gruppe E)

Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F)

Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)

Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)

Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)

Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)

Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)

Einzelkomponenten (Gruppe P)

Schlamm und Sedimente (Gruppe S)

Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Telefon 030 2601-2448, oder die Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin (Hausanschrift: Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin), Auskunft.

Änderungen

Gegenüber DIN 38404-13:1988-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Titel geändert;
- b) Struktur und Gliederung wurden von ISO 9698:2010 unverändert übernommen;
- c) die untere Nachweisgrenze des Verfahrens beträgt jetzt 1 Bq/l; Aktivitätskonzentrationen von Tritium unter 10^6 Bq/l können ohne Probenverdünnung bestimmt werden;
- d) Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 38404-13: 1988-05

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 5667-1, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Erstellung von Probenahmeprogrammen und Probenahmetechniken*

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Konservierung und Handhabung von Wasserproben**)

DIN EN ISO 80000-10, *Größen und Einheiten — Teil 10: Atom- und Kernphysik*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

DIN ISO 5667-14, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 14: Anleitung zur Qualitätssicherung bei der Entnahme und Handhabung von Wasserproben*

*) Hier: überarbeitete Fassung DIN EN ISO 5667-3:2013-03 auf der Grundlage von ISO 5667-3:2012-11, die die in dieser Norm im Abschnitt 2 zitierte ISO 5667 3 ersetzt hat.

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit —
Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Tritium —
Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler
(ISO 9698:2010)

Water quality —
Determination of tritium activity concentration —
Liquid scintillation counting method
(ISO 9698:2010)

Qualité de l'eau —
Détermination de l'activité volumique du tritium —
Méthode par comptage des scintillations en milieu liquide
(ISO 9698:2010)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 16. Juli 2015 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN-CENELEC oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Symbole, Begriffe und Einheiten	6
4 Grundlage des Verfahrens.....	7
5 Reagenzien und Geräte.....	7
6 Probenahme und Proben.....	10
7 Durchführung	10
8 Angabe der Ergebnisse	13
9 Analysenbericht.....	15
Anhang A (informativ) Numerische Anwendungen.....	16
Anhang B (informativ) Destillation einer großvolumigen Probe	18
Anhang C (informativ) Verfahren mit internem Standard	21
Anhang D (informativ) Destillation einer kleinvolumigen Probe.....	23
Anhang E (informativ) Screening-Verfahren für nasse Matrices	26
Literaturhinweise	28

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 9698:2010 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 9698:2015 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Januar 2016, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Januar 2016 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 9698:2010 wurde vom CEN als EN ISO 9698:2015 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Das in der Umwelt vorhandene Tritium ist sowohl natürlichen als auch anthropogenen Ursprungs. Als Folge atmosphärischer Kernwaffenversuche, der Emissionen kerntechnischer Anlagen und der Isotopenanwendung und -verarbeitung gelangten relativ große Mengen Tritium in die Umwelt. Trotz der geringen Dosen, in denen Tritium auftritt, ist die Überwachung der Aktivitätskonzentration von Tritium in der Umwelt notwendig, um dessen Ausbreitung in der Hydrosphäre und der Biosphäre verfolgen zu können.

WARNUNG — Diese Internationale Norm gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Arbeitgebers, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

WICHTIG — Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Internationalen Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt die Bedingungen für die Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Tritium in Wasserproben aus der Umwelt oder von tritiiertem Wasser ($[^3\text{H}]\text{H}_2\text{O}$) mithilfe eines Flüssigszintillationszählers fest.

Die Auswahl des analytischen Verfahrens, ob mit oder ohne Destillation der Wasserprobe vor der Bestimmung, hängt vom Ziel der Messung sowie von den Eigenschaften der Probe ab (siehe [1], [2], [3]).

Bei der Direktmessung von Rohwasserproben mithilfe des Flüssigszintillationszählers muss das potenzielle Vorhandensein von Beta-Strahlen emittierenden Radionukliden berücksichtigt werden. Um bei Feststellung solcher Radionuklide Störungen mit diesen zu vermeiden, wird die Tritiumquantifizierung nach der Probenbehandlung durch Destillation durchgeführt (siehe [4], [5], [6], [7]). Drei Destillationsverfahren werden in den Anhängen B, D und E beschrieben.

Dieses Verfahren eignet sich nicht für die Analyse von organisch gebundenem Tritium. Diese Bestimmung erfordert weitere chemische Aufarbeitung (wie eine chemische Oxidation oder Verbrennung).

Unter geeigneten technischen Voraussetzungen kann die Nachweisgrenze bei 1 Bq l^{-1} liegen. Aktivitätskonzentrationen von Tritium unter 10^6 Bq l^{-1} können ohne Probenverdünnung bestimmt werden. Eine vorherige Anreicherung kann die Nachweisgrenze beträchtlich senken (siehe [8], [9]).

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).

ISO 5667-1, *Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques*

ISO 5667-3, *Water quality — Sampling — Part 3: Guidance on the preservation and handling of water samples*

ISO 5667-14, *Water quality — Sampling — Part 14: Guidance on quality assurance of environmental water sampling and handling*

ISO 80000-10, *Quantities and units — Part 10: Atomic and nuclear physics*

ISO/IEC 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

ISO/IEC Guide 98-3:2008, *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*

ISO/IEC Guide 99:2007, *International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM)*

3 Symbole, Begriffe und Einheiten

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Symbole, Begriffe und Einheiten nach ISO 80000-10, ISO/IEC-Leitfaden 98-3 und ISO/IEC-Leitfaden 99 und die folgenden Symbole.

$\beta_{\max}$	Maximalenergie für die Beta-Emission, in Kiloelektronvolt
V	Volumen der Messprobe, in Liter
m	Masse der Messprobe, in Kilogramm
ρ	Dichte der Probe, in Gramm je Liter
c_A	Aktivitätskonzentration, in Becquerel je Liter
a	Aktivität je Masseinheit, in Becquerel je Kilogramm
A	Aktivität der Kalibrierprobe, in Becquerel
t_0	Messdauer des Nulleffekts, in Sekunden
t_g	Messdauer der Probe, in Sekunden
t_s	Messdauer der Kalibrierung, in Sekunden
n	Anzahl der Wiederholungen
r_{0i}	Zählrate des Nulleffekts in der Wiederholung i , je Sekunde
r_0	durchschnittliche Nulleffektzählrate für i Wiederholungen, je Sekunde
r_{gi}	Zählrate der Proben in der Wiederholung i , je Sekunde
r_g	durchschnittliche Zählrate der Proben für i Wiederholungen, je Sekunde
r_s	Zählrate der Kalibrierung, je Sekunde
ε	Zählausbeute
ε_q	gemessene Effizienz für jeden Arbeitsstandard zur Ermittlung der Quenchkurve
f_q	Quenchfaktor
$u(c_A)$	Standardunsicherheit in Bezug auf das Messergebnis, in Becquerel je Liter
U	erweiterte Messunsicherheit nach folgender Berechnung: $U = k \cdot u(c_A)$, mit $k = 1, 2, \dots$, in Becquerel je Liter
c_A^*	Erkennungsgrenze, in Becquerel je Liter
$c_A^\#$	Nachweisgrenze, in Becquerel je Liter
$c_A^<, c_A^>$	untere und obere Grenze des Vertrauensbereichs, in Becquerel je Liter