

DIN EN 17216



ICS 91.100.01

Entwurf

Einsprüche bis 2023-07-26
Vorgesehen als Ersatz für
DIN CEN/TS 17216
(DIN SPEC 18208):2018-12

**Bauprodukte –
Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen –
Messung der spezifischen Aktivität von Radium-226, Thorium-232 und
Kalium-40 mittels Halbleiter-Gammaspektrometrie;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17216:2023**

Construction products –
Assessment of release of dangerous substances –
Determination of radium-226, thorium-232 and potassium-40 activity using gamma-ray
spectrometry;
German and English version prEN 17216:2023

Produits de construction –
Evaluation de l'émission de substances dangereuses –
Détermination de l'activité du radium-226, du thorium-232 et du potassium-40 dans les
produits de construction par spectrométrie gamma;
Version allemande et anglaise prEN 17216:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-05-26 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nabau@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 88 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17197:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 351 „Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung gefährlicher Stoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Gemeinschaftsarbeitsausschuss NA 005-53-01 GA „Gemeinschaftsarbeitsausschuss NABau/NAW, Boden und Grundwasser (SpA zu CEN/TC 351/WG 1 und CEN/TC 351/WG 1/AHG)“ im DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

IEC 61452 siehe DIN IEC 61452

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber dem Vorgängerdokument DIN CEN/TS 17219:2018-12 wurden folgende wesentliche Änderungen vorgenommen:

- a) Überführung der Technischen Spezifikation in eine Europäische Norm;
- b) Ergänzung von Validierungsdaten eines Ringversuches zur Wiederhol- und Vergleichspräzision (siehe Abschnitte 1 und 9, sowie Anhang F) [eine Vervollständigung der Daten ist in einem 2. Normentwurf vorgesehen];
- c) Aktualisierung der normativen und informativen Verweisungen.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN IEC 61452, *Strahlungsmessgeräte — Messung der Aktivität oder Emissionsrate von Gammastrahlung emittierenden Radionukliden — Kalibrierung und Einsatz von Germanium-Spektrometern (IEC 61452:2021)*

– *Entwurf* –

E DIN EN 17216:2023-07

– Leerseite –

Bauprodukte – Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen – Messung der spezifischen Aktivität von Radium-226, Thorium-232 und Kalium-40 mittels Halbleiter-Gammaspektrometrie

Construction products – Assessment of release of dangerous substances – Determination of radium-226, thorium-232 and potassium-40 activity using gamma-ray spectrometry

Produits de construction – Évaluation de l'émission de substances dangereuses – Détermination de l'activité du radium-226, du thorium-232 et du potassium-40 dans les produits de construction par spectrométrie gamma

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Symbole und Abkürzungen	8
5 Kurzbeschreibung des Prüfverfahrens	10
6 Probennahme und Probenvorbereitung	11
6.1 Probenplan	11
6.2 Probenahme und Teilstichproben	12
6.2.1 Allgemeines	12
6.2.2 Teilstichproben der Laborprobe	13
6.3 Prüfstück-/Prüfmengen-Vorbereitung	13
6.3.1 Geräte und Hilfsmaterialien	13
6.3.2 Vorbereiten der Prüfmenge und Prüfstücke	14
7 Prüfverfahren	16
7.1 Allgemeines	16
7.2 Messung	16
7.2.1 Gerät, Software und Kalibrierstandards	16
7.2.2 Detektorenergie- und Effizienzkalibrierung	17
7.2.3 Messungen	18
8 Verarbeiten der Prüfdaten	19
8.1 Allgemeines	19
8.2 Analyse des Spektrums	19
8.2.1 Identifikation von Photopeaks	19
8.2.2 Korrigierte Zählrate	20
8.3 Berechnung der spezifischen Aktivität	20
8.3.1 Aktivität des Prüfstücks	20
8.3.2 Aktivität mehrerer Prüfstücke	21
8.4 Standardunsicherheit	22
8.4.1 Unsicherheit des Prüfstücks	22
8.4.2 Unsicherheit mehrerer Prüfstücke	22
8.4.3 Andere Unsicherheitsquellen	23
8.4.4 Gesamtunsicherheit je Radionuklid	24
8.5 Erkennungsgrenze	24
8.6 Nachweisgrenze	25
9 Leistungsfähigkeit der Prüfung	26
10 Prüfbericht	27
Anhang A (normativ) Verfahren zur Bestimmung der Radon-Verlustrate eines Behälters für das Prüfstück	29
A.1 Grundlagen	29
A.2 Geräte, Hilfsmittel und Reagenzien	29
A.3 Prüfung	29
A.4 Verarbeitung der Versuchsdaten	30
Anhang B (normativ) Vorbereitung der Kalibrierquelle und Bestimmung der Detektoreffizienz .	33
B.1 Grundlagen	33
B.2 Geräte, Hilfsmittel und Reagenzien	33
B.3 Genormte Kalibrierquellen	33
B.4 Bestimmung der Detektoreffizienz	36
Anhang C (normativ) Verfahren zur Bestimmung der massebezogenen Aktivität in einem Produkt, das aus multiplen Bestandteilen besteht	38

Anhang D (informativ) Zusätzliche Photopeaks zur Überprüfung der spezifischen Aktivität im Prüfstück	39
Anhang E (informativ) Verfahren zur Bestimmung der korrekten Anzahl der Impulse in einem Photopeak (darf nur für einzelne Peaks verwendet werden)	40
Anhang F (informativ) Leistungskennwerte	41
Literaturhinweise	42

Bilder

Bild 1 — Diagramm des Probenplans	12
Bild 2 — Zeichnung verschiedener Behälter für das Prüfstück mit Deckel und Brechgut	15
Bild A.1 — Beispiel einer gemessenen Abhängigkeit zwischen der korrigierten Zählrate für den gewählten Photopeak und dem Zeitpunkt, an dem das Spektrum aufgezeichnet wurde	30

Tabellen

Tabelle 1 — Gammastrahlen-Energien zur Bestimmung der Aktivität aus Radium-226, Thorium-228, Radium-228 und Kalium-40	17
Tabelle 2 — Typische Werte für die Wiederholpräzision und Vergleichpräzision des Medians	27
Tabelle A.1 — Beispiel einer gemessenen Zählrate des 352-keV-Photopeaks von Blei-214 und die berechneten Parameter zur Bestimmung der relativen Unsicherheit aufgrund von Radon-Verlust	32
Tabelle B.1 — Spezifische Aktivitäten verschiedener Radionuklide	34
Tabelle D.1 — Gammastrahlenenergien zur Überprüfung der Aktivität von Radium-226, Thorium-228 und Radium-228	39
Tabelle F.1 — Präzisionsdaten für Probe 1	41
Tabelle F.x Leistungskennwertefür ...	41

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17197:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 351 „Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung gefährlicher Stoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird CEN/TS 17216:2018 ersetzen.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Mandats erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelsassoziation CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinie(n).

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Übertragung der technischen Spezifikation in eine Europäische Norm;
- Hinzufügung von Validierungsdaten laborübergreifender Validierungen der Wiederholpräzision und Vergleichpräzision (siehe Abschnitt 1, Abschnitt 9 und Anhang F); [für die 2. CEN-Umfrage zu vervollständigen]
- Aktualisierung normativer und informativer Querverweise.

Einleitung

Bei diesem Dokument handelt es sich um eine Europäische Norm, die unter dem Mandat M/366 der Europäischen Kommission im Rahmen der „Bauproduktenrichtlinie“ 89/106/EWG entwickelt wurde. Dieses Dokument behandelt den Teil des Mandats M/366, der sich mit der Vorbereitung von horizontalen Messungen/Prüfverfahren zur Bestimmung der Aktivität der Radionuklide Radium-226, Thorium-232 und Kalium-40 in Bauprodukten durch Gammaskpektrometrie befasst. Mandat M/366 ist eine Ergänzung der Mandate zu Produkten, die die Europäische Kommission CEN nach der Bauproduktenrichtlinie (Construction Products Directive) erteilt hat. Die von CEN im Rahmen der Mandate erarbeiteten harmonisierten Produktnormen (hEN) (und durch die Europäische Organisation für Technische Bewertung (EOTA) erarbeiteten europäischen technischen Zulassungen (ETA) für Produkte oder Bausätze) definieren Bauprodukte, wie sie in den Verkehr gebracht werden, und benennen die vorgesehenen Einsatzbedingungen.

Die Informationen, die durch Anwendung dieses Dokuments erstellt werden, können zur CE-Kennzeichnung und Konformitätsbewertung/-bescheinigung verwendet werden. Die Produktspezifikation, die Normung repräsentativer Probenahme sowie die Verfahren zur Vorbereitung produktspezifischer Laborproben liegen in der Verantwortlichkeit des technischen Komitees (TC) für das Produkt und sind nicht Teil dieses Dokuments.

Dieses Dokument unterstützt bestehende Verordnungen und genormte Vorgehensweisen und basiert auf Verfahren, die in Normen wie EN ISO 10703, EN ISO 18589-2, EN ISO 18589-3 und NEN 5697 beschrieben werden. Zusammenfassend beschreibt dieses Dokument die folgenden Arbeitsschritte:

- Probenahme, Teilprobenahme und Prüfstückvorbereitung;
- Messung mit Gammaskpektrometrie;
- Hintergrundsubtraktion, Energie- und Effizienzkalibrierung, Spektralanalyse;
- Berechnung der Aktivitäten mit den zugehörigen Unsicherheiten;
- Angabe der Ergebnisse.

Die Bestimmung der Aktivitäten erfolgt durch Gammaskpektrometrie. In diesem Dokument werden Verfahren für alle Phasen des analytischen Prozesses beschrieben. Auch wenn die getestete Probe selten die gleiche Produktform wie unter den Bedingungen der bestimmungsgemäßen Verwendung hat, ist die gemessene Aktivitätskonzentration eine intrinsische Eigenschaft des Produkts. Sie ist unabhängig von der Form des Bauprodukts. Dementsprechend geben die Versuchsergebnisse den radiologischen Inhalt des Produkts in seiner beabsichtigten Verwendung wieder. Dieses Dokument soll in ihrem Anwendungsbereich nicht produktspezifisch sein. Es gibt jedoch einige begrenzte Anzahl von Elementen im Zusammenhang mit der Vorbereitung der Proben, die produktspezifisch sind.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt ein Prüfverfahren zur Bestimmung der spezifischen Aktivitäten der Radionuklide Radium-226, Thorium-232 und Kalium-40 in Bauprodukten durch Halbleiter-Gammaspektrometrie.

Dieses Dokument beschreibt die Probenahme einer Laborprobe, die Probenvorbereitung und die Messung der Probe durch Halbleiter-Gammaspektrometrie. Dazu gehört die Hintergrundsubtraktion, Energie- und Effizienzkalibrierung, Spektralanalyse, Berechnung der Aktivität mit den zugehörigen Unsicherheiten oder der Berechnung der Erkennungsgrenze und Nachweisgrenze und Angabe der Prüfergebnisse.

Der Anwendungsbereich dieses Dokuments ist nicht produktspezifisch. Allerdings gibt es eine begrenzte Anzahl produktspezifischer Komponente, wie die Vorbereitung der Laborprobe und die Trocknung der Prüfmenge. Das Verfahren eignet sich für Produktproben, die aus einzelnen oder multiplen Bestandteilen bestehen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

EN ISO 20042:2021, *Bestimmung der Radioaktivität — Gammastrahlung emittierende Radionuklide — Allgemeines Messverfahren mittels Gammaspektrometrie (ISO 20042:2019)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

Blindprobe

Prüfergebnis, das bei der Durchführung des Prüfverfahrens mit einem äquivalenten Volumen an entmineralisiertem oder destilliertem Wasser anstelle der Prüfmenge erzielt wird

[QUELLE: EN 16687:2023¹, 3.3.4.1]

3.2

Kalibrierquelle

Probe mit einer bekannten spezifischen Aktivität von Nukliden und Materialeigenschaften, die dem Volumen und der äußeren Form des Prüfstücks entsprechen

[QUELLE: EN 16687:2023¹, 3.3.4.2]

1 In Vorbereitung. Stufe zum Zeitpunkt der Veröffentlichung: prEN 16687:2023.

3.3

Brechgut

Probe, die durch Zerkleinerung (eines Teils) der Laborprobe erstellt wird

[QUELLE: EN 16687:2023¹, 3.3.4.4]

3.4

Totzeit

Zeit während der Spektrumerfassung (Echtzeit), in der keine Impulse aufgezeichnet oder verarbeitet werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Totzeit ergibt sich aus der Echtzeit minus der Live-Zeit.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Zeit wird in Sekunden angegeben.

[QUELLE: EN ISO 20042:2021, 3.5]

3.5

Laborprobe

Probe oder Teilprobe(n), die dem Labor zugesandt oder von diesem erhalten wird

[QUELLE: EN 16687:2023¹, 3.2.2.1 – geändert, Anmerkungen zum Begriff wurden entfernt.]

3.6

Live-Zeit

Zeitspanne während einer Messzeit, während der Impulse verarbeitet werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Zeit wird in Sekunden angegeben.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Live-Zeit ist die um die Totzeit korrigierte Zählzeit.

[QUELLE: EN ISO 20042:2021, 3.12]

3.7

Prüfmenge

aus der Untersuchungsprobe zur Prüfung/Analyse entnommene Menge, üblicherweise von bekannter Abmessung, Masse oder Volumen

[QUELLE: EN 16687:2023¹, 3.2.2.3 – geändert, Beispiele wurden entfernt.]

3.8

Untersuchungsprobe

Probe, die aus der Laborprobe hergestellt wird und aus der Prüfmengen für die Prüfung oder Analyse entnommen werden

[QUELLE: EN 16687:2023¹, 3.2.2.2]

Anmerkung 1 zum Begriff: Aus der Untersuchungsprobe wird eine Prüfmenge zur Bestimmung des Korrekturfaktors für die Trockenmasse entnommen, und ein oder mehrere Prüfstücke werden für die Strahlungsmessung entnommen.

3.9

Prüfstück

Prüfmenge, die für die Prüfung in einer Prüfeinrichtung besonders vorbereitet wurde, um das Strahlungsverhalten des Produkts unter den Bedingungen seiner bestimmungsgemäßen Verwendung zu bestimmen

[QUELLE: EN 16687:2023¹, 3.2.2.4 – geändert, „simulieren“ wurde mit „bestimmen“ ersetzt; Beispiele wurden entfernt.]

3.10

Behälter für das Prüfstück

Träger in Form eines Bechers oder Behälters, der dicht verschlossen werden kann und zur Untersuchung des Prüfstücks verwendet wird

[QUELLE: EN 16687:2023¹, 3.3.4.5]

4 Symbole und Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Symbole, Größen und Einheiten.

Symbol	Größe	Einheit
$A_{i,j}$	Aktivität der genormten Kalibrierquelle j bei der Energie E_i	Bq
a_i	massebezogene Aktivität von Radionuklid i	Bq/kg
$a_{i,l}$	massebezogene Aktivität von Radionuklid i in Prüfstück l	Bq/kg
$a_{i,l}^{\#}$	Nachweisgrenze des Radionuklids i des Prüfstücks l	Bq/kg
$a_{i,l}^*$	Erkennungsgrenze des Radionuklids i des Prüfstücks l	Bq/kg
E_i	zur Bestimmung des Radionuklids i verwendete Energie	keV
f_1	Korrekturfaktor für die Schwächung	—
f_2	Korrekturfaktor für tatsächliche Summe	—
f_3	Korrekturfaktor Totzeit	—
f_4	Korrekturfaktor für den Zerfall	—
f_5	Korrektur der Positionierung/Höhe der Probe gegenüber der Referenzquelle	—
f_j	ist der Massenanteil des Bestandteils j ;	—
i, j, l	Ordnungszahlen zur Bezeichnung von Radionukliden, Materialien und Proben	—
k	Unsicherheits-Erweiterungsfaktor	—
$k_{1-\alpha}$	Unsicherheits-Erweiterungsfaktor mit einem Standardwert von 1,65 bei $\alpha = 0,05$	—
$k_{1-\beta}$	Unsicherheits-Erweiterungsfaktor mit einem Standardwert von 1,65 bei $\beta = 0,05$	—
m_d	Trockenmasse der Prüfmenge	kg
m_j	Masse des Materialbestandteils j je m^3 des Bauprodukts	kg
$m_{j;mat}$	Masse des Matrixmaterials j	kg
$m_{j;l;stand}$	Masse der Teilstichprobe l des genormten Materials j	kg
m_l	Masse des Prüfstücks l	kg
m_w	Frischmasse der Prüfmenge	kg
N	korrigierte Anzahl der Impulse im Photopeak	—
N_q	korrigierte Anzahl der in Kanal q erfassten Impulse	—
$\bar{N}_b$	durchschnittliche Anzahl der Impulse je Kanal vor dem Peak	—
$\bar{N}_f$	durchschnittliche Anzahl der Impulse je Kanal nach dem Peak	—
$N_{i,j}$	Netto-Anzahl der Impulse im Photopeak, die der Energie E_i der genormten Kalibrierquelle j entsprechen	—

Symbol	Größe	Einheit
$N_{\text{cont};l}$	Anzahl der Impulse, die im Kontinuum unter dem Photopeak erfasst werden, wenn das Prüfstück l gezählt wird	—
$N_{\text{cont};ij;\text{mat}}$	Anzahl der Impulse, die im Kontinuum des Matrixmaterials j unter dem Photopeak mit der Energie E_i erfasst werden	—
$N_{\text{cont};ij;k;\text{stand}}$	Anzahl der Impulse, die im Kontinuum der Teilstichprobe k unter dem Photopeak mit der Energie E_i des genormten Materials j erfasst werden	—
$N_{\text{tot};ij;\text{mat}}$	Gesamtzahl der Impulse, die in den Kanälen erfasst werden, die zum Photopeak gehören, mit der Energie E_i des Matrixmaterials j	—
$N_{\text{tot};ij;k;\text{stand}}$	Gesamtzahl der Impulse der Teilstichprobe k des genormten Materials j , die in den Kanälen erfasst werden, die zum Photopeak mit der Energie E_i gehören	—
$N_{\text{tot};l}$	Gesamtzahl der Impulse, die in den Kanälen erfasst werden, die zum Photopeak gehören, wenn das Prüfstück l gezählt wird	—
n	Anzahl der Prüfstücke	—
P_i	Gammastrahlen-Emissionswahrscheinlichkeit bei Energie E_i	—
p_1, p_2, p_3	in Exponentialfunktion verwendete freie Parameter	—
$R_{\text{cont};0}$	Zählrate der Blindprobe, die von der Anzahl der Impulse bestimmt wird, die im Kontinuum unter dem Photopeak erfasst werden	s^{-1}
$R_{\text{cont};l}$	Zählrate des Prüfstücks l , die von der Anzahl der Impulse bestimmt wird, die im Kontinuum unter dem Photopeak erfasst werden	s^{-1}
$R_{\text{cor};0}$	korrigierte Zählrate der Blindprobe	s^{-1}
$R_{\text{cor};ij;\text{spec};\text{mat}}$	korrigierte spezifische Zählrate des Matrixmaterials j bei der Energie E_i	$(\text{s} \cdot \text{kg})^{-1}$
$R_{\text{cor};ij;\text{spec};\text{stand}}$	durchschnittliche spezifische korrigierte Zählrate aller Teilstichproben k des Standardmaterials j bei der Energie E_i	$(\text{s} \cdot \text{kg})^{-1}$
$R_{\text{cor};ij;l;\text{spec};\text{stand}}$	korrigierte spezifische Zählrate der Teilstichprobe l des Standardmaterials j bei der Energie E_i	$(\text{s} \cdot \text{kg})^{-1}$
$R_{\text{cor};l}$	korrigierte Zählrate des für den Photopeak bestimmten Prüfstücks l	s^{-1}
$R_{\text{cor};j;\nu}$	korrigierte Zählrate im Spektrum ν des geprüften Behälters j	s^{-1}
$R_{\text{tot};0}$	Gesamt-Zählrate der Blindprobe, die aus der Gesamtzahl der Impulse bestimmt wird, die in den Kanälen erfasst werden, die zum Photopeak gehören	s^{-1}
$R_{\text{tot};l}$	Gesamt-Zählrate des Prüfstücks l , die aus der Gesamtzahl der Impulse bestimmt wird, die in den Kanälen erfasst werden, die zum Photopeak gehören	s^{-1}
S	Gesamt-Radon-Produktion im Baumaterial	Bq/s
t	Live-Zeit	s
t_0	Live-Zeit der Blindprobe	s
t_j	Live-Zeit der Kalibrierquelle j	s
$t_{j;\text{mat}}$	Live-Zeit des Matrixmaterials j	s
$t_{j;l;\text{stand}}$	Live-Zeit der Teilstichprobe l des genormten Materials j	s
t_l	Live-Zeit des Prüfstücks l	s
t_L	Live-Zeit bei der Messung des Radon-Verlusts des Bechers	s

Symbol	Größe	Einheit
t_w	Live-Zeit der Gasprobe im Spektrum w	s
u_{p1}	Unsicherheit beim freien Parameter p_1 der Radon-Verlust-Prüfung	s^{-1}
$u_{i,ext}$	externe Unsicherheit der Masseaktivität des Radionuklids i	Bq/kg
$u_{i,int}$	interne Unsicherheit der Masseaktivität des Radionuklids i	Bq/kg
$u_{i,l;R}$	Unsicherheit der massebezogenen Aktivität des Radionuklids i aus der Zählung des Prüfstücks l	Bq/kg
$u_{i,R}$	Unsicherheit der massebezogenen Aktivität des Radionuklids i aus der Zählung des/der Prüfstücks/Prüfstücke	Bq/kg
$u_{i,tot}$	Gesamtunsicherheit der massebezogenen Aktivität des Radionuklids i	Bq/kg
V	Probenvolumen	m^3
v	Spektrumsnummer, aufsteigend von 1 bis 10	—
$w_{i,l}$	Kalibrierfaktor für die Energie E_i für die bei der Prüfung des Prüfstücks l verwendeten Bedingungen	Bq·s/kg
α	Wahrscheinlichkeit eines Fehlers erster Ordnung mit einem Standardwert von 0,05	—
β	Wahrscheinlichkeit eines Fehlers zweiter Ordnung mit einem Standardwert von 0,05	—
$\varepsilon_{i,j}$	radionuklidspezifische Zähleffizienz für die Energie E_i der genormten Kalibrierquelle j	$(Bq \cdot s)^{-1}$
$\varepsilon_{i,l}$	radionuklidspezifische Zähleffizienz für die Energie E_i und eine Zählprobe mit der Masse m_l	$(Bq \cdot s)^{-1}$
η	Korrekturfaktor für die Trockenmasse des Prüfstücks	—
λ_L	Radon-Verlustrate (aus dem Behälter für das Prüfstück)	s^{-1}
λ_{Rn}	Zerfallskonstante von Radon-222 ANMERKUNG $\lambda_{Rn} = 2,1 \times 10^{-6} s^{-1}$.	s^{-1}
$v_{ij;ext}$	relative externe Unsicherheit der korrigierten spezifischen Zählrate des Standardmaterials j bei der Energie E_i	—
$v_{ij;int}$	relative interne Unsicherheit der korrigierten spezifischen Zählrate des Standardmaterials j bei der Energie E_i	—
v_L	relative Unsicherheit aufgrund von Radon-222-Verlust aus dem Behälter für das Prüfstück	—
$v_{i,w}$	relative Unsicherheit der Aktivität des Radionuklids i , verbunden mit dem Begriff w	—
$v_{i;\varepsilon}$	relative Unsicherheit der Zähleffizienz des Radionuklids i	—

5 Kurzbeschreibung des Prüfverfahrens

Die Aktivität der gammastrahlenden Radionuklide in Bauprodukten werden durch Gammaspektrometrie bestimmt. Der Aktivitätsgrad ist eine Materialeigenschaft, die unabhängig von der physischen Form eines Bauprodukts ist.

Die im Prüfstück vorhandene Aktivität gammastrahlender Radionuklide basiert auf der Analyse der Energien und Peakbereiche, die aus den Full-Energy-Peaks (FEP) der Gammalinien im Spektrum erhalten werden.

Für das Prüfverfahren ist eine genaue Energie- und Effizienzkalibrierung notwendig. Die derzeit in den Laboratorien verwendeten Kalibrierverfahren können angewandt werden, diese müssen allerdings mit einer Bestimmung der Unsicherheit einhergehen. Ausgewählte Gammastrahlenlinien werden angegeben, um die relevanten Radionuklide zu bestimmen.

Die Aktivität wird durch Messung einer Probe bestimmt, die sich in einem Behälter mit bekannter Geometrie befindet. Diese Bestimmung, für die ein Probekörper aus körnigem Material erforderlich ist, entspricht nur selten der Produktform unter den Bedingungen der bestimmungsgemäßen Verwendung. Da es sich bei der massebezogenen Aktivität jedoch um eine intrinsische Materialeigenschaft handelt, entspricht sie der massebezogenen Aktivität unter den Bedingungen der bestimmungsgemäßen Verwendung.

Für Radium-226 und Thorium-232 wird die Aktivität mit einem nachfolgenden Nuklid bestimmt, während bei Kalium-40 die Aktivität direkt bestimmt wird. Wenn die Aktivität mit einem nachfolgenden Nuklid bestimmt wird, muss ein säkulares Gleichgewicht zwischen dem nachfolgenden Nuklid und seinem ursprünglichen Nuklid festgelegt werden. Um ein Gleichgewicht zwischen Radium-226 und seinen Zerfallsprodukten zu erreichen, wird das Prüfstück für mindestens drei Wochen in einem radondichten Behälter gelagert.

Trotz der notwendigen Wartezeit von drei Wochen kann in der Thorium-232-Zerfallskette ein Ungleichgewicht vorhanden sein. Solch ein Ungleichgewicht entsteht durch verschiedene Lösungsverhältnisse zwischen Thorium und Radium in Verbindung mit der besonderen hydrogeologischen Vorgeschichte oder den Einflüssen industrieller Verfahren. Im Falle eines solchen Ungleichgewichts wird die Thorium-232-Aktivität durch die Aktivität von Radium-228 oder Thorium-228 näherungsweise bestimmt.

ANMERKUNG 1 Thorium-232 mit einer Halbwertszeit von $1,41 \times 10^{10}$ Jahren ist das Ausgangsnuklid der Thorium-Zerfallskette. Thorium-232 gibt einen 63,81 keV Gammastrahl mit einer Emissionswahrscheinlichkeit von 0,263 % ab. Der Wert überschneidet sich mit dem 63,28 keV Gammastrahl, der von Thorium-234 mit einer Emissionswahrscheinlichkeit von 4,1 % abgegeben wird. Thorium-232 kann also nicht direkt durch Gammaspektrometrie bestimmt werden. Die Bestimmung über seine nachfolgenden Radionuklide Actinium-228, Blei-212 und Thallium-208 kann nur korrekt durchgeführt werden, wenn diese Radionuklide sich in einem radioaktiven Gleichgewicht mit Thorium-232 befinden.

ANMERKUNG 2 Wenn sich die Aktivitäten von Thorium-228 und Radium-228 deutlich unterscheiden, gibt es alternative Messtechniken oder -verfahren, um das Thorium-232 genauer zu bestimmen, wobei diese außerhalb des Anwendungsbereichs dieses Dokuments liegen.

6 Probennahme und Probenvorbereitung

6.1 Probenplan

In Bild 1 ist ein Flussdiagramm der Probenahme dargestellt, das die entsprechenden Definitionen in Abschnitt 3 unterstützt.

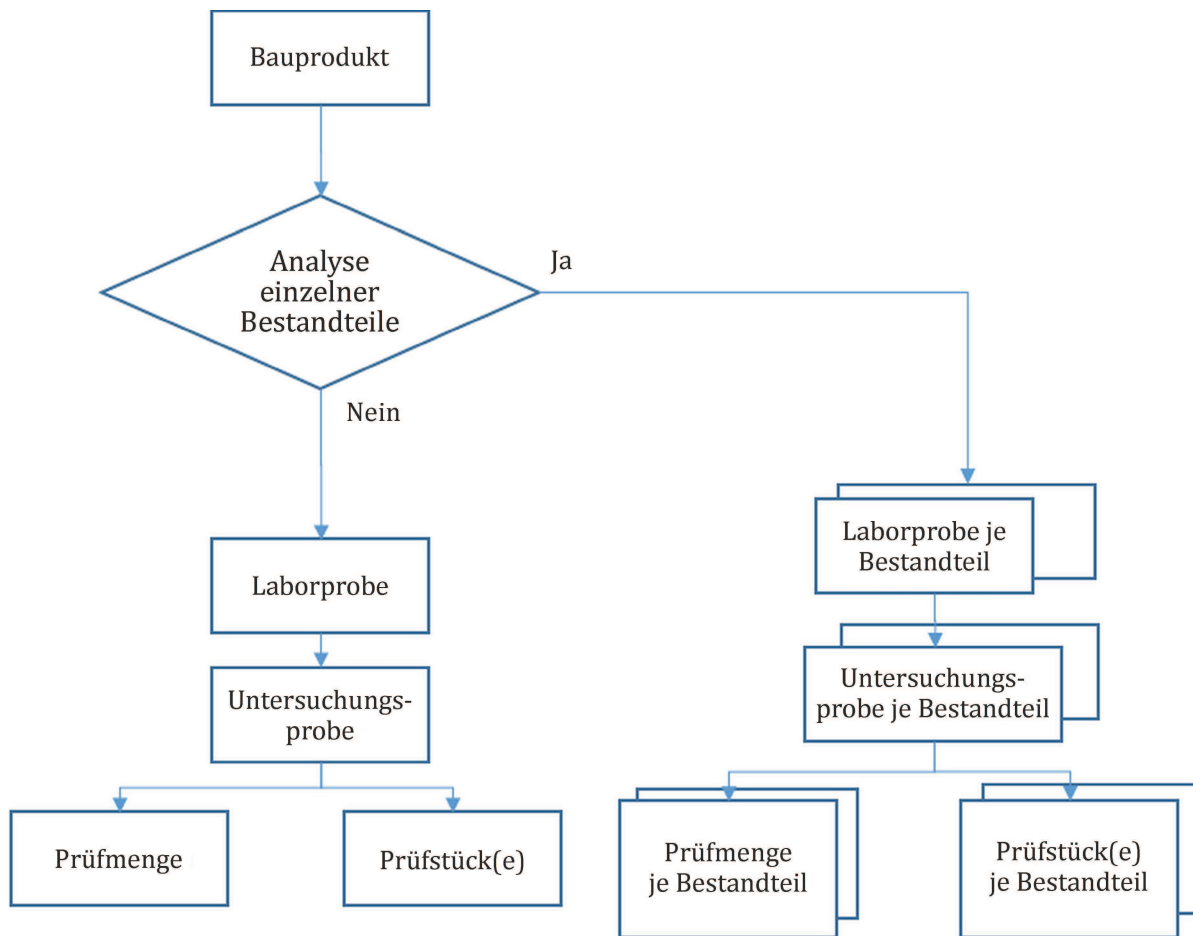


Bild 1 — Diagramm des Probenplans

6.2 Probenahme und Teilstichproben

6.2.1 Allgemeines

Das Verfahren beginnt mit einer beim Labor eingegangenen Laborprobe. Bei der Vorbereitung der Laborprobe sollten folgende Punkte beachtet werden:

- Allgemeine Hilfestellung zur Probenahme und zu Probenahmeverfahren, um eine Laborprobe herzustellen, findet sich in CEN/TR 16220;
- Für Bauprodukte, die aus multiplen Bestandteilen bestehen, kann eine Laborprobe, die alle Materialbestandteile enthält, zum Testen eingereicht werden. Als Alternative kann jeder Bestandteil einzeln zum Prüfen eingereicht werden. In diesem Fall muss die massebezogene Aktivität des Bauprodukts mit den in Anhang C (normativ) beschriebenen Verfahren berechnet werden;
- Für Bauprodukte, bei denen das Mischen der verschiedenen Materialbestandteile zu einer Änderung der Materialzusammensetzung oder einem Gewichtsverlust führt, sollte die Berechnung der massebezogenen Aktivität die Zusammensetzung des Bauprodukts im Endzustand berücksichtigt werden;
- Wenn eine auf Zement basierende Laborprobe aus frischem, nassem Beton hergestellt wird, sollte auf die Probenahmeverfahren in EN 12350-1 und die Herstellung von ausgehärteten Prüfkörpern in EN 12390-2 Bezug genommen werden. Diese Verfahren ergänzen die in CEN/TR 16220 beschriebenen Probenahmeverfahren.

Eine repräsentative Menge der Laborprobe wird zerkleinert, um eine Untersuchungsprobe zu erhalten. Für die in 6.3.2.1 beschriebenen Materialien ist keine Zerkleinerung notwendig. Aus der Untersuchungsprobe werden Prüfmengen für allgemeine analytische Tests und als Prüfstück, an dem die Strahlungsmessungen durchgeführt werden, entnommen.

6.2.2 Teilstichproben der Laborprobe

Es werden zufällig einige Teilstichproben der Laborprobe entnommen. Die zufälligen Teilstichproben müssen ausreichend Material enthalten, um mindestens ein Prüfstück und eine Prüfmenge für die allgemeinen analytischen Tests vorzubereiten.

6.3 Prüfstück-/Prüfmengen-Vorbereitung

6.3.1 Geräte und Hilfsmaterialien

6.3.1.1 Zerkleinerungsvorrichtung, um eine Untersuchungsprobe mit Korngrößen von nicht mehr als 2 mm zu erhalten, z. B. ein Mörser oder eine Kugelmühle.

6.3.1.2 Sieb, dessen Löcher Teilchen mit mehr als 2 mm zurückhalten.

6.3.1.3 Kalibrierte Waage, mit einer Messunsicherheit von nicht mehr als 0,1 % für die übliche Masse der Untersuchungsprobe, der Prüfmenge und des Prüfstücks.

6.3.1.4 Mechanisches Verdichtungsgerät (empfohlen), um den körnigen Inhalt im Behälter für das Prüfstück zu verdichten, wie z. B. ein Rütteltisch.

6.3.1.5 Behälter für das Prüfstück, geeignet für Gammaspektrometrie mit vorgewähltem Volumen und Geometrie. Der Behälter sollte die folgenden Eigenschaften haben:

a) aus Radon-undurchlässigen Materialien sein;

ANMERKUNG Zu den zum Gebrauch geeigneten polymeren Materialien gehören Polyethylen hoher Dichte (HDPE) und Polyethylenterephthalat (PET). Es ist zu beachten, dass Marinelli-Becher auch aus Polypropylen (PP) hergestellt werden, das nicht immer Radon-undurchlässig ist.

b) aus Materialien mit niedriger Absorption von Gammastrahlen sein;

c) vorzugsweise ein Volumen haben, das an die Form des Detektors angepasst ist, um eine maximale Effizienz bei der Gammastrahlendetektion zu erreichen; um die Auswirkungen der Selbstabsorption zu verringern, muss die Füllhöhe des Inhalts minimiert werden;

d) wasserdicht und chemisch inert sein;

e) zum einfachen Befüllen eine große Öffnung haben;

f) widerstandsfähig gegen mechanische Stöße sein;

g) es sollte ein transparenter Behälter gewählt werden, damit leicht überprüft werden kann, ob der Inhalt des Behälters der Geometrie der festgelegten Kalibrierung entspricht.

Marinelli-Becher werden für koaxiale Detektoren empfohlen. Für planare Detektoren werden zylindrische Geometrien empfohlen. Als Alternative können Behälter mit einer anderen Größe ausgewählt werden, um einen breiten Bereich von Dichten und erwarteten Aktivitäten abzudecken. Die Füllhöhe, die Größe und der Typ des Behälters sollten so gewählt werden, dass die Detektoreffizienz maximiert wird, ohne die Repräsentativität des Prüfstücks zu beeinträchtigen.

6.3.1.6 Verschlussdeckel, der verwendet werden kann, um den Behälter für das Prüfstück ohne Luftblasen zu verschließen, nachdem dieser mit dem Prüfstück befüllt wurde.

6.3.1.7 Dichtungsmaterial, z. B. Acrylpaste, ein Zwei-Komponenten-Epoxid-Kleber oder ein breites Isolierband sowie Oberflächen-Entfetter oder eine Paraffinscheibe mit flüssigem Paraffin.

6.3.1.8 Testbecher, zur Bestimmung des Trockenmassegehalts, mit einem Volumen von nicht mehr als 250 ml. Der Testbecher muss ausreichend Fassungsvermögen haben, um die erforderliche Menge an Probenmaterial gleichmäßig auf dem Boden zu verteilen, damit das Wasser verdunsten kann, und er muss der für die Trocknung erforderlichen Temperatur standhalten.

6.3.2 Vorbereiten der Prüfmenge und Prüfstücke

6.3.2.1 Allgemeines

Laborproben oder daraus entnommene Teilstichproben bedürfen keiner weiteren Aufbereitung, wenn sie in Bezug auf die chemische Zusammensetzung und der spezifischen Aktivität homogen sind und wenn die Geometrie der Untersuchungsprobe in den Behälter der Untersuchungsprobe passt. Dies ist der Fall bei körnigen Materialien oder Pulvern mit einer Korngröße von weniger als 2 mm (Zement, Flugasche, Gipspulver usw.) oder bei flexiblen Materialien (Mineralwolle usw.).

In allen anderen Fällen müssen die Untersuchungsproben durch Zerkleinern vorbereitet werden:

- a) Die Untersuchungsproben sind mit der in 6.3.1.1 beschriebenen Zerkleinerungsvorrichtung auf eine maximale Korngröße von 2 mm zu zerkleinern.

Wenn die Probenstücke zu groß sind, um in der Zerkleinerungsvorrichtung eingesetzt zu werden, ist eine repräsentative Teilstichprobe zu entnehmen und die Stücke mit geeigneten Mitteln zu zerkleinern, ohne dabei eine Kontamination zu verursachen.

Im Idealfall werden trockene Verfahren für solch eine Größenreduzierung verwendet, aber es können auch Nasstrennschneider verwendet werden. In diesem Fall werden die Proben, bevor der Test durchgeführt wird, auf ähnliche Weise, wie in 6.3.2.2 und 7.2.3.3 dargestellt, getrocknet, bis die Trockenmasse erreicht wird.

- b) Das zerkleinerte Material ist zu sieben, um sicherzustellen, dass kein Partikel größer als 2 mm ist. Bei Bedarf ist die Zerkleinerung ab Schritt a) zu wiederholen.
- c) Das gesiebte Material ist unter Verwendung eines Mixers oder manuell mit einem Löffel zu homogenisieren.

6.3.2.2 Prüfstück zur Bestimmung der spezifischen Aktivität

Mindestens ein Prüfstück wird vorbereitet.

Wenn Hinweise existieren, dass die Aktivität in der Untersuchungsprobe oder im Prüfstück nicht gleichmäßig verteilt ist, wird empfohlen, mindestens drei Prüfstücke vorzubereiten. Dies kann vorkommen, wenn die Aktivität nicht gleichmäßig über den gesamten Bereich der Partikelgrößen verteilt ist.

- a) Der Radon-Verlust ist in Übereinstimmung mit Anhang A (normativ) für den Behälter des Prüfstücks zu bestimmen.
- b) Der Behälter ist zu reinigen und der leere Behälter des Prüfstücks ist zusammen mit dem Deckel zu wiegen.
- c) Der Behälter für das Prüfstück wird gefüllt.

Das Prüfstück kann vor dem Befüllen des Behälters getrocknet werden, wie in 7.2.3.3 beschrieben. In diesem Fall darf keine Trockengewichtskorrektur durchgeführt werden, und die in 6.3.2.2 beschriebene Vorbereitung einer Prüfmenge sowie das in 7.2.3.3 beschriebene nachfolgende Trocknen dürfen nicht gelten.

- 1) Der Behälter des Prüfstücks ist schrittweise bis zur gleichen Höhe zu füllen, die der festgelegten Kalibrierung entspricht.
 - 2) Nach jedem schrittweisen Hinzufügen wird der Behälter für das Prüfstück leicht gerüttelt oder vorsichtig geklopft, um eine konstant verdichtete Probe zu erhalten.
- d) Der Deckel wird auf oder in den Behälter für das Prüfstück gesetzt, sodass er auf dem Material liegt.

ANMERKUNG Bild 2 zeigt verschiedene Beispiele von Behälterformen und Deckeln für Prüfstücke.

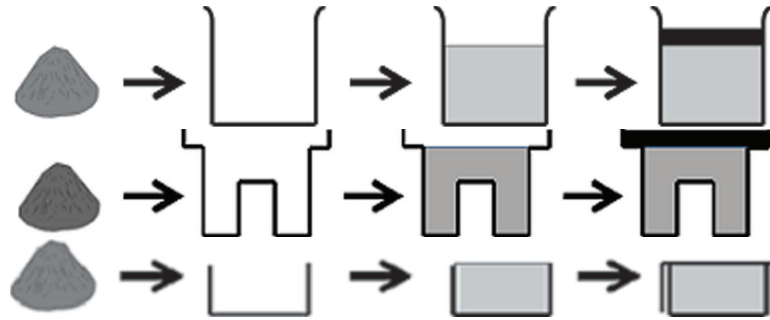


Bild 2 — Zeichnung verschiedener Behälter für das Prüfstück mit Deckel und Brechgut

- e) Die Außenseite des Behälters wird gereinigt, um alles überschüssige Material zu entfernen, das nach dem Füllen anhaften bleibt.
- f) Der Behälter für das Prüfstück wird mit Prüfstück und Deckel gewogen, die Masse des Prüfstücks wird berechnet, indem die Masse des Behälters für das Prüfstück und Deckel von der Gesamtmasse subtrahiert wird.
- g) Der Deckel wird auf dem Behälter für das Prüfstück abgedichtet, sodass er radondicht ist.

Es hat sich bewährt, die Kanten dort, wo der Deckel auf dem Behälter für das Prüfstück liegt, abzudichten. Vor dem Abdichten wird geprüft, ob die entsprechenden Flächen auf dem Behälter und dem Deckel entfettet sind. Dann wird geklebt oder Isolierband verwendet. Im Fall von Isolierband werden 3 Lagen (ohne Knitterfalten) dicht um die Verbindung zwischen Behälter und Deckel geklebt. Als alternatives Verfahren bietet sich die Verwendung einer Paraffinscheibe mit flüssigem Paraffin an. In diesem Fall sollte der verbleibende Hohlraum mit flüssigem Paraffin gefüllt werden, bis der Behälter des Prüfstücks vollständig gefüllt ist. Der Deckel sollte aufgeschraubt werden, solange das Paraffin flüssig ist.

- h) Das Prüfstück ist mindestens drei Wochen vor der Prüfung im Behälter aufzubewahren, damit Radon-222 und seine Zerfallsprodukte ein Gleichgewicht mit ihrem Ausgangsnuklid Radium-226 herstellen können.

6.3.2.3 Prüfmenge zur Bestimmung des Trockenmassegehalts

Eine einzelne Prüfmenge ist wie folgt vorzubereiten, wenn das Prüfstück vor dem Befüllen des Behälters nicht getrocknet wurde (wie in 7.2.3.3).

- a) Der leere Testbecher ist auf die nächsten 0,1 % seiner Masse zu wiegen.

Es wird empfohlen, ein verschließbares Wägegglas aus Glas zu verwenden, um die Wiederaufnahme von Feuchtigkeit bei der Handhabung der Probe zu minimieren.

- b) Eine Prüfmenge mit einem empfohlenen Gewicht von etwa 10 g ist in das Becherglas zu geben.

Wenn das Gewicht des Testbechers größer ist als das Gewicht der Prüfmenge, sollte ein genaueres Wiegen des Testbechers in Betracht gezogen werden.

- c) Der Testbecher ist mit der Prüfmenge auf die nächsten 0,1 % der Gesamtmasse zu wiegen.
- d) Die Masse (m_w) der Prüfmenge wird erhalten, indem die Masse des Testbechers von der gemeinsamen Masse des Bechers und der Prüfmenge abgezogen wird.
- e) Die Bestimmung des Trockenmassegehalts wird nach 7.2.3.3 durchgeführt.

7 Prüfverfahren

7.1 Allgemeines

Die Gammastrahlung, die vom Prüfstück ausgeht, wird mit einem Gammastrahlendetektor gemessen. Die Messungen müssen in Übereinstimmung mit 7.2 erfolgen. Es wird empfohlen, die Qualität der Prüfungen durch die Teilnahme an Ringversuchen und/oder durch anerkannte Eignungsprüfungsprogramme zu bewerten.

7.2 Messung

7.2.1 Gerät, Software und Kalibrierstandards

7.2.1.1 Genormte Kalibrierquellen für die Effizienz.

7.2.1.2 Energiekalibrierquelle(n), mit Gammastrahlenenergien, die über das Intervall verteilt sind, das durch die Hauptpeaks von Interesse bestimmt wird.

7.2.1.3 Trockenofen, der die eingestellte Temperatur innerhalb von $\pm 2^\circ\text{C}$ halten kann.

7.2.1.4 Exsikkator.

7.2.1.5 Halbleiterdetektor.

Halbleiter-Gammaspektrometer, bestehend aus einem Detektor mit hoher Energieauflösung (z. B. einem Detektor aus hochreinem Germanium), einem Impulsverarbeitungs- und Datenerfassungssystem (einschließlich Software) mit mindestens 4 096 Kanälen.

Es wird empfohlen, Detektoren mit einer Energieauflösung (FWHM) von mehr als 2,2 keV (für den ^{60}Co -Peak bei 1 332 keV) und mit einem Peak/Compton-Verhältnis zwischen 50 und 80 für ^{137}Cs zu verwenden. Anleitung zum Test und der Verwendung des Germaniumdetektors findet sich in IEC 60973, IEC 61151 und IEC 61452.

ANMERKUNG Geräte zum Sortieren von Impulsen sind mittlerweile mit 16 000 oder mehr Kanälen erhältlich.

7.2.1.6 Abschirmung für den Detektor.

Der Detektor muss von allen Seiten, einschließlich des Bodens, abgeschirmt werden, um den Hintergrund auf ein geringes, konstantes Niveau zu reduzieren.

ANMERKUNG Es ist wichtig, dass das Hintergrundsignal nicht nur gering, sondern auch konstant ist. Ein variables Hintergrundsignal kann durch das Vorhandensein von Radon oder einem Radonfolgeprodukt in der Luft oder aus anderen Gründen verursacht werden. Es kann deswegen zur Analyse niedriger Radioaktivität notwendig sein, den Aufbau selber oder den Raum, in dem er aufgestellt wurde, zu lüften. Die Lüftung des Aufbaus kann mit Stickstoffgas erfolgen.

7.2.1.7 Analysesoftware für die Gammaspektrometrie, zur Analyse der erfassten Spektren.

Vor der Verwendung der Software im Routine-Betrieb müssen die numerischen Ergebnisse überprüft werden. Insbesondere muss geprüft werden, ob die verwendeten Verfahren zur Bestimmung des Kontinuums unter dem Photopeak und zur Analyse von Peaks mit einer kleinen Anzahl von Zählimpulsen genaue Ergebnisse liefern. Es wird empfohlen, bei einer routinemäßigen Verwendung eine visuelle Prüfung und eine kritische

Bewertung der Ergebnisse durchzuführen, die die Software ausgibt, insbesondere in Bezug auf qualitative Aspekte. Außerdem wird empfohlen, dass für die Bewertung des Spektrums der Untersuchungsprobe und für die Bewertung des Kalibrierspektrums die gleiche Software verwendet wird.

ANMERKUNG Software zur Analyse von Gammastrahlenspektren ist erhältlich und wird häufig zusammen mit der Detektionsausrüstung geliefert.

7.2.2 Detektorenergie- und Effizienzkalibrierung

7.2.2.1 Energiekalibrierung

Eine oder mehrere Energiekalibrierquellen werden in die Messvorrichtung gesetzt und der Verstärker so konfiguriert, dass der erste Kanal einer Energiestufe zwischen 0 keV und 50 keV entspricht. Zusätzlich wird der Verstärker so eingestellt, dass die Energie weniger als 0,5 keV je Kanal beträgt. Es wird bestimmt, wo die Photopeaks der Kalibrierquelle gezählt werden und welchen Energien diese Photopeaks entsprechen, sowie das Verhältnis zwischen der Kanalnummer und der Energie, die die Kanalnummern verwendet. Der mathematische Ausdruck wird bestimmt, mit dem dieses Verhältnis mit ausreichend hoher Genauigkeit beschrieben werden kann. Individuelle Beobachtungen dürfen nicht um mehr als 1 keV von der mathematischen Relation abweichen.

7.2.2.2 Effizienzkalibrierung

Die radionuklidspezifische Detektoreffizienz ε_i ist für die vier in Tabelle 1 aufgeführten Energien E_i für die bei der Prüfung verwendeten Bedingungen zu bestimmen. Alternative Photopeaks, die verwendet werden können, sind in Anhang D (informativ) aufgeführt. Die Unsicherheit bei der Detektoreffizienz muss bestimmt werden und darf nicht mehr als 10 % betragen.

Tabelle 1 — Gammastrahlen-Energien zur Bestimmung der Aktivität aus Radium-226, Thorium-228, Radium-228 und Kalium-40

Radionuklid	Zerfalls-Radionuklid	Symbol ^a	Gemessenes Radionuklid	E _i [keV]	Emissions-wahrscheinlichkeit [%]	Störnuklide
Radium-226	—	$A_{1;j}^U$	Blei-214	352	37,6	—
Thorium-232	Thorium-228	$A_{2;j}^{Th}$	Thallium-208	583	30,4	—
	Radium-228	$A_{3;j}^{Th}$	Actinium-228	911	26,6	—
Kalium-40	—	$A_{4;j}^K$	Kalium-40	1461	10,7	Actinium-228
ANMERKUNG Im Kanal, der der 1 461 keV Energielinie des Kalium-40 entspricht, wird ein erheblicher relativer Beitrag von der 1 459,2 keV Energielinie des Actinium-228 erwartet, wenn die Aktivität des Kalium-40 im Vergleich zur Aktivität des Radium-228 gering sind.						
^a $A_{1;j}^U, A_{2;j}^{Th}, A_{3;j}^{Th}$ und $A_{4;j}^K$ die Aktivitäten der in Anhang B (normativ) definierten genormten Kalibrierquelle j.						

Die Detektoreffizienz muss nach einer der in EN ISO 20042:2021, 8.2 beschriebenen Verfahren bestimmt werden. Dieses Verfahren sind:

- direkter Vergleich mit einer Kalibrierquelle des gleichen Radionuklids in der gleichen Matrix und Geometrie. Die detaillierte Beschreibung dieses Verfahrens für NORM in Bauprodukten und Baumaterialien in Anhang B (normativ) muss verwendet werden;
- Messung der Gesamtenergie-Photopeak-Detektoreffizienz als eine Funktion der Energie;
- Berechnung der Gesamtenergie-Photopeak-Detektoreffizienz als Funktion der Energie durch Monte-Carlo-Simulation oder eine andere Modellierungsmethode. Solche numerischen Modelle sind empfindlich gegen-

über Eingabeparametern wie den Abmessungen des Detektors und müssen daher mit mindestens einer Kalibrierquelle überprüft werden, die Radionuklide enthält, die Gammastrahlen in dem interessierenden Energiebereich emittiert. Wenn eine Abweichung zwischen der mit dem Modell berechneten Effizienz und der Kalibrierquelle festgestellt wird, muss die Abweichung untersucht und Korrekturen an dem numerischen Modell vorgenommen werden.

Es muss derselbe Algorithmus für die Analyse des Spektrums sowohl für die Kalibrierung als auch für die Messung des Prüfstücks verwendet werden.

Die Detektoreffizienz wird durch folgende Faktoren beeinflusst:

- den Detektor;
- die Geometrie der Probe in Bezug auf den Detektor (Raumwinkel);
- die Dichte der Probe und die Eigenschaften des Probenbehälters;
- die Probenmasse und chemische Zusammensetzung;
- die Heterogenität der Probenmatrix in Bezug auf Aktivität, Dichte und chemische Zusammensetzung.

Wird einer dieser Faktoren geändert, muss die Detektoreffizienz für die neuen Bedingungen erneut ausgewertet werden.

7.2.3 Messungen

7.2.3.1 Messung des Prüfstücks

Jedes vorbereitete Prüfstück wird einzeln gemessen. Dazu wird Prüfstück *k* auf den Detektor gesetzt. Das Prüfstück wird in eine exakt reproduzierbare Position gebracht, die der festgelegten Kalibrierung entspricht.

Die Messung wird gestartet. Es darf niemals ein Prüfstück gemessen werden, wenn die Zählrate oder Totzeit höher ist als die, bei der die Detektoreffizienz bestimmt wird. Totzeitkorrekturen müssen ordnungsgemäß durchgeführt und dürfen nicht vermieden werden, außerdem sollten die Korrekturen ordnungsgemäß validiert werden. Das Spektrum wird aufgezeichnet und diese Aktivitäten werden für alle Prüfstücke durchgeführt.

Geeignete Zählzeiten sollten in Betracht gezogen werden, um ausreichende Unsicherheitsniveaus zu erreichen, unter Berücksichtigung der Anforderung, das Hintergrundspektrum zu subtrahieren.

7.2.3.2 Messung der Blindprobe

In regelmäßigen Abständen muss ein Hintergrundspektrum aufgezeichnet werden, um es vom Probenspektrum zu subtrahieren. Das Hintergrundspektrum wird mit einer Blindprobe aufgenommen. Deshalb wird die Blindprobe auf dem Detektor an einer genau reproduzierbaren Position platziert, die der festgelegten Kalibrierung entspricht.

Das Spektrum der Blindprobe wird mindestens während der gleichen Zählzeit aufgezeichnet wie beim Prüfstück.

7.2.3.3 Bestimmung des Trockenmassegehalts

Wenn eine Prüfmenge wie in 6.3.2.3 beschrieben vorbereitet wird, muss die Prüfmenge getrocknet werden.

- a) Die Prüfmenge zur Bestimmung des Trockenmassegehalts wird in den Trockenofen bei einer Temperatur von $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ gelegt. Wenn die Prüfmenge Material enthält, bei dem eine höhere Temperatur das Kristallisationswasser austreiben kann, wie z. B. Gips, darf die Temperatur nicht höher als 40°C sein, um die hydratisierte Struktur zu erhalten. Wenn die Prüfmenge organische Lösemittel enthält, wie sie zum Bei-

spiel in Farben und Holzbeizen vorkommen, muss die Trocknungstemperatur niedrig genug sein, um eine Entzündung zu verhindern.

- b) Die Prüfmenge muss bis zu einer konstanten Masse getrocknet werden. Eine konstante Masse ist erreicht, wenn die Änderung der Masse zwischen drei aufeinanderfolgenden Wiegevorgängen im Abstand von 24 Stunden kleiner als 0,1 % der zuvor ermittelten Masse der Prüfmenge ist.

ANMERKUNG 1 Wenn der Trocknungsprozess sehr langsam ist, z. B. bei dicken Prüfmengen oder Materialien mit geringer Feuchtigkeitsleitfähigkeit, kann die zum Erreichen einer konstanten Masse benötigte Zeit entsprechend länger sein. Das Intervall zwischen aufeinanderfolgenden Wiegevorgängen kann dann z. B. auf zwei oder drei Tage verlängert werden.

ANMERKUNG 2 Wenn die Prüfmenge in kleinere Stücke geschnitten wird, verringert sich die Zeit, die benötigt wird, um eine konstante Masse zu erreichen.

- c) Die Prüfmenge wird in einem Exsikkator gekühlt und der Testbecher mit der Prüfmenge auf die nächsten 0,1 % der Gesamtmasse gewogen, wenn sie 30 °C bis 40 °C erreicht haben.

ANMERKUNG 3 Die Prüfmenge wird gewogen, bevor sie vollständig abgekühlt ist, um die Wiederaufnahme von Feuchtigkeit zu minimieren.

- d) Die Masse (m_d) der Prüfmenge wird erhalten, indem die Masse des Testbechers von der gemeinsamen Masse des Bechers und der Prüfmenge abgezogen wird.
- e) Der Korrekturfaktor der Trockenmasse (η) wird durch Division der Masse der Prüfmenge vor und nach dem Trocknen mit Gleichung (1) berechnet.

$$\eta = \frac{m_d}{m_w} \quad (1)$$

Dabei ist

η der Korrekturfaktor der Trockenmasse;

m_d die Trockenmasse der Prüfmenge, in kg;

m_w die Frischmasse der Prüfmenge, in kg.

8 Verarbeiten der Prüfdaten

8.1 Allgemeines

Die Verarbeitung der Prüfdaten besteht nacheinander aus:

- a) Verarbeitung des Zählpektrums mittels 8.2;
- b) Berechnung der massebezogenen Aktivität im Prüfstück nach 8.3;
- c) Berechnung der Standardunsicherheit und der verschiedenen charakteristischen Grenzen, einschließlich Erkennungsgrenze und Nachweisgrenze, nach 8.4 bis 8.6. Die Berechnung der Unsicherheit und charakteristischen Grenzen erfolgt nach EN ISO 11929-1 und ISO/IEC Guide 98-3.

8.2 Analyse des Spektrums

8.2.1 Identifikation von Photopeaks

Den Photopeaks im Zählpektrum werden auf der Grundlage der Ergebnisse der Energiekalibrierung (Verbinden der Kanalnummer mit der Energie) spezifischen Radionukliden aus Tabelle 1 zugewiesen. Alternative

Photopeaks, die verwendet werden können, sind in Anhang D (informativ) aufgeführt. Sollte die Prüfung mit alternativen Photopeaks nahelegen, dass es kein Gleichgewicht in der Zerfallskette (Segmente) gibt, sollte eine Wiederholung des Nachweises in Betracht gezogen werden.

8.2.2 Korrigierte Zählrate

Die korrigierte Zählrate für jedes Prüfstück l und jede Energie E_i wird mit Gleichung (2) bestimmt.

$$R_{\text{cor};i;l} = R_{\text{tot};i;l} - R_{\text{cont};i;l} = \frac{N_{\text{tot};i;l} - N_{\text{cont};i;l}}{t_l} \quad (2)$$

Dabei ist

- $R_{\text{cor};i;l}$ die korrigierte Zählrate des Prüfstücks l , das für den Photopeak bestimmt wird, in s^{-1} ;
- $R_{\text{tot};i;l}$ die Gesamt-Zählrate des Prüfstücks l , das aus der Gesamtzahl der Impulse bestimmt wird, die in den Kanälen erfasst werden, die zum Photopeak gehören, in s^{-1} ;
- $R_{\text{cont};i;l}$ die Zählrate des Prüfstücks l , die von der Anzahl der Impulse bestimmt wird, die im Kontinuum unter dem Photopeak erfasst werden, in s^{-1} ;
- $N_{\text{tot};i;l}$ die Gesamtzahl der Impulse, die in den Kanälen erfasst werden, die zum Photopeak gehören, wenn das Prüfstück l gezählt wird;
- $N_{\text{cont};i;l}$ die Anzahl der Impulse, die im Kontinuum unter dem Photopeak erfasst werden, wenn das Prüfstück l gezählt wird;
- t_l die Live-Zeit des Prüfstücks l , in s.

Beim Bestimmen der Zählraten für die Prüfstücke muss das gleiche Verfahren verwendet werden, wie beim Bestimmen der Anzahl der Impulse im Photopeak für die Kalibrierung.

Die zugehörige korrigierte Zählrate $R_{\text{cor};0}$ der Blindprobe wird auf die gleiche Weise bestimmt.

8.3 Berechnung der spezifischen Aktivität

8.3.1 Aktivität des Prüfstücks

Die Masse m_k des Prüfstücks k wird von der gemessenen Masse des Prüfstücks mit dem Behälter für das Prüfstück und der Masse des leeren Behälters für das Prüfstück auf die nächsten 0,1 % der Gesamtmasse bestimmt.

Die Aktivität des im Prüfstück k vorhandenen Radium-226, Thorium-228, Radium-228 und Kalium-40 werden mit Gleichung (3) berechnet.

$$a_{i;l} = (R_{\text{cor};i;l} - R_{\text{cor};i;0}) \times w_{i;l} \quad (3)$$

mit

$$w_{i;l} = \frac{1}{\varepsilon_{i;l}} \cdot \frac{1}{m_l} \cdot \frac{1}{\eta} \cdot \frac{1}{P_i} \cdot f_1 \cdot f_2 \cdot f_3 \cdot f_4 \cdot f_5 \quad (4)$$

Dabei ist

- $a_{i;l}$ die massebezogene Aktivität des Radionuklids i im Prüfstück l in Bq/kg ;
- $R_{\text{cor};i;l}$ die korrigierte Zählrate des Prüfstücks l , das für den Photopeak bestimmt wird, in s^{-1} ;

- $R_{\text{cor};i;0}$ die korrigierte Zählrate der Blindprobe in s^{-1} ;
- $w_{i;l}$ der Kalibrierfaktor für die Energie E_i für die bei der Prüfung des Prüfstücks l verwendeten Bedingungen, in Bq s/kg ;
- $\varepsilon_{i;l}$ die radionuklidspezifische Zähleffizienz für die Energie E_i für die bei der Prüfung des Prüfstücks verwendeten Bedingungen, in $(\text{Bq s})^{-1}$;
- m_l die Masse des Prüfstücks l , in kg ;
- η der Korrekturfaktor für Trockenmasse des Prüfstücks;
- P_i die Gammastrahlen-Emissionswahrscheinlichkeit bei Energie E_i ;
- f_1 der Korrekturfaktor für die Schwächung;
- f_2 der Korrekturfaktor der tatsächlichen Summe;
- f_3 der Korrekturfaktor der Totzeit;
- f_4 der Korrekturfaktor für den Zerfall;
- f_5 die Korrektur der Positionierung/Höhe der Probe gegenüber der Referenzquelle.

Der Korrekturfaktor für die Trockenmasse (η) wird in 7.2.3.3 festgelegt. Dieser Faktor ist 1, wenn das Prüfstück selbst vor der Messung getrocknet wird. Für eine Kalibrierung in Übereinstimmung mit Anhang B (normativ) sind P_i und die Korrekturfaktoren f_1 bis f_5 1.

Wenn es nur ein Prüfstück gibt ist $a_{i;l} = a_i$. Aus Thorium-228 und Radium-228 wird dann das Nuklid mit der höchsten Aktivitätskonzentration gewählt, dieser Wert wird als Aktivitätskonzentration des Thorium-232 eingesetzt. Dieses Verfahren wird in Gleichung (5) mathematisch beschrieben.

$$\text{Wenn } a_{\text{Th-228}} > a_{\text{Ra-228}}, a_{\text{Th-232}} = a_{\text{Th-228}}; \text{sonst } a_{\text{Th-232}} = a_{\text{Ra-228}} \quad (5)$$

Wenn es mehr als ein Prüfstück zur Bestimmung der Aktivität desselben Materials gibt, ist 8.3.2 anzuwenden.

8.3.2 Aktivität mehrerer Prüfstücke

Die durchschnittliche massebezogene Aktivität a_i ist für jedes Radionuklid i mit Gleichung (6) zu berechnen.

$$a_i = \frac{1}{n} \sum_{l=1}^n a_{i;l} \quad (6)$$

Dabei ist

- a_i die massebezogene Aktivität des Radionuklids i , in Bq/kg ;
- n die Anzahl der Prüfstücke;
- $a_{i;l}$ die massebezogene Aktivität des Radionuklids i im Prüfstück l , in Bq/kg .

Zur Berechnung des Mittelwerts sind die Ergebnisse auszuschließen, die unter der Erkennungsgrenze oder Nachweisgrenze liegen, weil ein Ausschluss zu einer Verzerrung der finalen Bestimmung nach oben führen würde.

Aus dem Thorium-228 und Radium-228 wird das Nuklid mit der höchsten spezifischen Aktivität gewählt, dieser Wert wird als spezifische Aktivität des Thorium-232 eingesetzt. Dieses Verfahren wird in Gleichung (7) mathematisch beschrieben.

$$\text{Wenn } a_{\text{Th-228}} > a_{\text{Ra-228}}, a_{\text{Th-232}} = a_{\text{Th-228}}; \text{sonst } a_{\text{Th-232}} = a_{\text{Ra-228}} \quad (7)$$

8.4 Standardunsicherheit

8.4.1 Unsicherheit des Prüfstücks

Für jedes Radionuklid i und jedes Prüfstück l wird die Unsicherheit $u_{i,l}$ durch Zählstatistiken mit Gleichung (8) berechnet.

$$u_{i,l;R}^2 = w_{i,l}^2 \times \left(\frac{R_{\text{tot};i;l}}{t_l} + \frac{R_{\text{cont};i;l}}{t_l} + \frac{R_{\text{tot};i;0}}{t_0} + \frac{R_{\text{cont};i;0}}{t_0} \right) \quad (8)$$

Dabei ist

- $u_{i,l;R}$ die Unsicherheit der massebezogenen Aktivität des Radionuklids i aus der Zählung des Prüfstücks l , in Bq/kg;
- $w_{i,l}$ der Kalibrierfaktor für die Energie E_i für die bei der Prüfung des Prüfstücks l verwendeten Bedingungen, in Bq s/kg;
- $R_{\text{tot};i;l}$ die Gesamt-Zählrate des Prüfstücks l , das aus der Gesamtzahl der Impulse bestimmt wird, die in den Kanälen erfasst werden, die zum Photopeak gehören, in s^{-1} ;
- t_l die Live-Zeit des Prüfstücks l , in s;
- $R_{\text{cont};i;l}$ die Zählrate des Prüfstücks l , die von der Anzahl der Impulse bestimmt wird, die im Kontinuum unter dem Photopeak erfasst werden, in s^{-1} ;
- $R_{\text{tot};i;0}$ die Gesamt-Zählrate der Blindprobe, der aus der Gesamtzahl der Impulse bestimmt wird, die in den Kanälen erfasst werden, die zum Photopeak gehören, in s^{-1} ;
- t_0 die Live-Zeit der Blindprobe, in s;
- $R_{\text{cont};i;0}$ die Zählrate der Blindprobe, die aus der Anzahl der Impulse bestimmt wird, die im Kontinuum unter dem Photopeak erfasst werden, in s^{-1} .

Wenn es nur ein Prüfstück gibt ist $u_{i,l;R} = u_{i;R}$. Wenn es mehr als ein Prüfstück zur Bestimmung der Aktivität desselben Materials gibt, ist 8.4.2 anzuwenden.

8.4.2 Unsicherheit mehrerer Prüfstücke

Die interne Unsicherheit $u_{i,int}$ wird für jedes Radionuklid i mit Gleichung (9) berechnet.

$$u_{i,int} = \frac{1}{n} \sqrt{\sum_{l=1}^n u_{i,l}^2} \quad (9)$$

Dabei ist

- $u_{i,int}$ die interne Unsicherheit der massebezogenen Aktivität des Radionuklids i , in Bq/kg;
- n die Anzahl der Prüfstücke;
- $u_{i,l}$ die Unsicherheit der massebezogenen Aktivität des Radionuklids i des Prüfstücks l , in Bq/kg.

Die externe Unsicherheit $u_{i,\text{ext}}$ wird für jedes Radionuklid i mit Gleichung (10) berechnet.

$$u_{i,\text{ext}} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{l=1}^n (a_{i,l} - a_i)^2} \quad (10)$$

Dabei ist

$u_{i,\text{ext}}$ die externe Unsicherheit der massebezogenen Aktivität des Radionuklids i , in Bq/kg;

n die Anzahl der Prüfstücke;

$a_{i,l}$ die massebezogene Aktivität des Radionuklids i des Prüfstücks l , in Bq/kg;

a_i die massebezogene Aktivität des Radionuklids i , in Bq/kg.

Die interne ($u_{i,\text{int}}$) und externe Unsicherheit ($u_{i,\text{ext}}$) sind abhängige Variablen, deswegen muss der zahlenmäßig niedrigste Wert der beiden für jedes Radionuklid i mit der Gleichung (11) vernachlässigt werden.

$$\text{Wenn } u_{i,\text{int}}^2 > u_{i,\text{ext}}^2, u_{i,\text{R}}^2 = u_{i,\text{int}}^2; \text{ sonst } u_{i,\text{R}}^2 = u_{i,\text{ext}}^2 \quad (11)$$

Dabei ist

$u_{i,\text{int}}$ die interne Unsicherheit der massebezogenen Aktivität des Radionuklids i , in Bq/kg;

$u_{i,\text{ext}}$ die externe Unsicherheit der massebezogenen Aktivität des Radionuklids i , in Bq/kg;

$u_{i,\text{R}}$ die Unsicherheit der massebezogenen Aktivität des Radionuklids i aus der Zählung der Prüfstücke, in Bq/kg.

8.4.3 Andere Unsicherheitsquellen

Unsicherheitsquellen im Zusammenhang mit dem Begriff w , die bei der Bestimmung der Aktivität berücksichtigt werden müssen, sind:

- a) Radon-Verlust aus dem Behälter für das Prüfstück;
- b) Detektoreffizienz, einschließlich aller Unsicherheiten, die mit den angewandten Korrekturfaktoren, wie Dichte oder Geometrie, assoziiert sind.

Zusätzliche Unsicherheitsquellen müssen einbezogen werden, wenn sie als signifikant angesehen werden.

Die Gesamtunsicherheit der Aktivitätskonzentration je Radionuklid wird mit Gleichung (12) berechnet.

$$v_{i,w}^2 = v_L^2 + v_{i,\varepsilon}^2 \quad (12)$$

Dabei ist

$v_{i,w}$ die relative Unsicherheit der Aktivität des Radionuklids i , verbunden mit dem Begriff w ;

v_L die relative Unsicherheit aufgrund von Radon-Verlust aus dem Behälter für das Prüfstück;

$v_{i,\varepsilon}$ die relative Unsicherheit in der Detektoreffizienz.

Für v_L der Radionuklide Thorium-228, Radium-228 und Kalium-40 wird ein Nullwert eingesetzt.