

DIN EN ISO 13160

ICS 13.060.60; 17.240

Einsprüche bis 2015-05-06

Entwurf

**Wasserbeschaffenheit –
Strontium 90 und Strontium 89 –
Verfahren mittels Flüssigszintillationszählung oder Proportionalzählung
(ISO 13160:2012);
Deutsche Fassung FprEN ISO 13160:2015**

Water quality –
Strontium 90 and strontium 89 –
Test methods using liquid scintillation counting or proportional counting (ISO 13160:2012);
German version FprEN ISO 13160:2015

Qualité de l'eau –
Strontium 90 et strontium 89 –
Méthodes d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide ou par comptage
proportionne (ISO 13160:2012);
Version allemande FprEN ISO 13160:2015

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-03-06 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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 naw@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW), 10772 Berlin (Hausanschrift: 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 48 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 13160:2012 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als FprEN ISO 13160:2015 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

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

Bezeichnung des Verfahrens:

Strontium 90 und Strontium 89 – Verfahren mittels Flüssigszintillationszählung oder Proportionalzählung

Verfahren DIN EN ISO 13160

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

ISO 3639	siehe	DIN ISO 3696
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 11929	siehe	DIN ISO 11929
ISO 18589-5	siehe	DIN ISO 18589-5
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 Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN und von der Wasserchemischen Gesellschaft – eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker – gemeinsam erarbeitete Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung:

Strontium 90 und Strontium 89 – Verfahren mittels Flüssigszintillationszählung oder Proportionalzählung.

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 Stoffkenngößen (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.

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 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

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

DIN ISO 11929, *Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Vertrauensbereichs) bei Messungen ionisierender Strahlung — Grundlagen und Anwendungen*

DIN ISO 18589-5, *Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt — Erdboden — Teil 5: Messung von Strontium-90*

Wasserbeschaffenheit — Strontium 90 und Strontium 89 — Verfahren mittels Flüssigszintillationszählung oder Proportionalzählung (ISO 13160:2012)

Qualité de l'eau — Strontium 90 et strontium 89 — Méthodes d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide ou par comptage proportionne (ISO 13160:2012)

Water quality — Strontium 90 and strontium 89 — Test methods using liquid scintillation counting or proportional counting (ISO 13160:2012)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: einstufiges Annahmeverfahren
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.5a

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Symbole, Definitionen und Einheiten	6
4 Grundlage des Verfahrens	7
4.1 Allgemeines	7
4.2 Chemische Trennung	7
4.3 Erfassung	7
5 Reagenzien und Geräte	8
6 Durchführung	8
6.1 Prüfprobenvorbereitung	8
6.2 Chemische Trennung	8
6.3 Vorbereitung der Quelle für die Prüfung	10
6.4 Messung	11
7 Angabe der Ergebnisse	13
7.1 Bestimmung von ^{90}Sr im Gleichgewicht mit ^{90}Y	13
7.2 Bestimmung von ^{90}Sr durch Einwuchs von ^{90}Y	15
7.3 Bestimmung von ^{90}Sr bei Vorhandensein von ^{89}Sr , wenn ^{90}Sr mit ^{90}Y im Gleichgewicht ist	17
7.4 Grenzen des Vertrauensintervalls	20
8 Qualitätskontrolle	21
9 Analysenbericht	21
Anhang A (informativ) Bestimmung von ^{89}Sr und ^{90}Sr durch Fällung und Proportionalzählung	22
A.1 Grundlage des Verfahrens	22
A.2 Reagenzien und Geräte	22
A.3 Durchführung	23
Anhang B (informativ) Bestimmung von ^{89}Sr und ^{90}Sr durch Fällung und Flüssigszintillationszählung	26
B.1 Grundlage des Verfahrens	26
B.2 Reagenzien und Geräte	26
B.3 Durchführung	27
Anhang C (informativ) Bestimmung von ^{90}Sr aus seinem Tochterprodukt ^{90}Y im Gleichgewicht durch organische Extraktion und Flüssigszintillationszählung	30
C.1 Grundlage des Verfahrens	30
C.2 Reagenzien und Geräte	30
C.3 Durchführung	31
Anhang D (informativ) Bestimmung von ^{90}Sr nach der Ionenaustauschtrennung mittels Proportionalzählung	32
D.1 Grundlage des Verfahrens	32
D.2 Reagenzien und Geräte	32
D.3 Durchführung	34

Anhang E (informativ) Bestimmung von ^{90}Sr nach Trennung auf einem spezifischen Kronenetherharz und Flüssigszintillationszählung	35
E.1 Grundlage des Verfahrens	35
E.2 Reagenzien und Geräte	35
E.3 Durchführung	36
Anhang F (informativ) Bestimmung von ^{90}Sr aus seinem Tochterprodukt ^{90}Y im Gleichgewicht durch organische Extraktion mittels Proportionalzählung	37
F.1 Grundlage des Verfahrens	37
F.2 Reagenzien und Geräte	37
F.3 Durchführung	38
F.4 Zählung	40
F.5 Störungen	40
Anhang G (informativ) Korrekturfaktor zur Reinheitsprüfung mittels Proportionalzählung	41
Literaturhinweise	44

Vorwort

Der Text von ISO 13160:2012 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als FprEN ISO 13160:2015 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasserbeschaffenheit“ übernommen, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zum einstufigen Annahmeverfahren vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 13160:2012 wurde vom CEN als FprEN ISO 13160:2015 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

WARNUNG — Anwender dieser Internationalen Norm sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese 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 einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt die Verfahren und ihre dazugehörigen Grundlagen für die Messung der Aktivität von Strontium-90 (^{90}Sr) im Gleichgewicht mit Yttrium-90 (^{90}Y) und Strontium-89 (^{89}Sr), reinen Beta-Strahlen emittierenden Radionukliden, in Wasserproben fest. Es werden verschiedene Trennverfahren zur Erzeugung von Strontium- und Yttrium-Quellen erläutert, deren Aktivität mittels eines Proportionalzählrohrs (PC, en: proportional counter) oder Flüssigszintillationszählers (LSC, en: liquid scintillation counter) bestimmt wird. Die Auswahl des Verfahrens ist abhängig vom Ursprung der Kontamination, von den Eigenschaften des zu analysierenden Wassers, der erforderlichen Genauigkeit der Prüfergebnisse und der verfügbaren Ressourcen der Labore.

Diese Verfahren werden zum Wasser-Monitoring nach vergangenen oder gegenwärtigen, unbeabsichtigten oder routinemäßigen, flüssigen oder gasförmigen Entladungen eingesetzt. Es betrifft auch das Monitoring von Verunreinigung durch globalen Fallout.

Wenn ein Fallout unmittelbar nach einem nuklearen Unfall eintritt, ist die Einwirkung von Strontium-89 (^{89}Sr) auf die Gesamtmenge an Strontium-Aktivität nicht unerheblich. Diese Internationale Norm umfasst die Verfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Strontium-90 (^{90}Sr) bei Vorhandensein von Strontium-89 (^{89}Sr).

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 11929, *Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the confidence interval) for measurements of ionizing radiation — Fundamentals and application*

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

3 Symbole, Definitionen und Einheiten

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe, Symbole und Abkürzungen nach ISO 11929 und ISO 80000-10 und die folgenden.

A_i	Aktivität der Kalibrierprobe von Radionuklid i zum Zeitpunkt der Kalibrierung	Bq
$c_{A,i}$	Aktivitätskonzentration von Radionuklid i	Bq l ⁻¹
$c_{A,i}^*$	Erkennungsgrenze von Radionuklid i	Bq l ⁻¹
$c_{A,i}^\#$	Nachweisgrenze von Radionuklid i	Bq l ⁻¹
$c_{A,i}^<, c_{A,i}^>$	Untere und obere Grenze des Vertrauensbereichs von Radionuklid i	Bq l ⁻¹
$R_{C,i}$	chemische Ausbeute der Extraktion von Radionuklid i	1
r_0	Zählrate des Nulleffekts	s ⁻¹
$r_{0,j}$	Zählrate des Nulleffekts für Messung j	s ⁻¹
r_g	Bruttozählrate	s ⁻¹
$r_{g,j}$	Bruttozählrate für Messung j	s ⁻¹
r_j	Nettozählrate für Messung j	s ⁻¹
r_s	Zählrate der Kalibrierprobe	s ⁻¹
t	verstrichene Zeit zwischen Trennung von ⁹⁰ Sr/ ⁹⁰ Y ($t = 0$) und Zählung	s
t_0	Messzeit des Nulleffekts	s
t_d, t_f	Start- bzw. Endzeit der Messung, bezogen auf $t = 0$	s
t_g	Messzeit der Probe	s
t_j	Startzeit der Messung j , bezogen auf $t = 0$	s
t_s	Messzeit der Kalibrierprobe	s
U	erweiterte Messunsicherheit nach folgender Berechnung: $U = k \cdot u(c_A)$, mit $k = 1, 2, \dots$	Bq l ⁻¹
$u(c_A)$	Standardunsicherheit im Zusammenhang mit dem Messergebnis	Bq l ⁻¹
V	Volumen der Messprobe	l
ε_i	Zählausbeute für Radionuklid i	1
λ_i	Zerfallskonstante von Radionuklid i	1

4 Grundlage des Verfahrens

4.1 Allgemeines

^{90}Sr , ^{90}Y und ^{89}Sr sind reine Beta-Strahlen emittierende Radionuklide. Ihre Beta-Emissionsenergien und Halbwertszeiten sind Tabelle 1 zu entnehmen.

Tabelle 1 – Halbwertszeiten, maximale Energien und durchschnittliche Energien von ^{90}Sr , ^{90}Y und ^{89}Sr

Parameter	^{90}Sr	^{90}Y	^{89}Sr
Maximale Energie	546,0 keV	2.283,9 keV	1.491,0 keV
Durchschnittliche Energie	196,4 keV	935,3 keV	586,3 keV
Halbwertszeit	28,79 a	2,67 d	50,5 d

^{90}Sr kann direkt gemessen oder durch die Messung seines Tochterprodukts ^{90}Y geschätzt werden. Alle Verfahren beruhen auf einem chemischen Trennungsschritt, gefolgt von einer Beta-Zählung des Elements mittels PC oder LSC. Siehe Tabelle 2.

4.2 Chemische Trennung

Strontium wird mittels Fällung, Ionenchromatographie oder spezifischer chromatographischer Trennung mithilfe von Kronenetherharz vom Wasser abgetrennt. Yttrium kann durch Fällung oder Flüssig-Flüssig-Extraktion abgetrennt werden.

Der Trennungsschritt sollte die Extraktion des reinen Elements maximieren. Die gewählte Methode muss selektiv sein und eine hohe chemische Ausbeute bieten. Wenn bei hohen Aktivitätsniveaus Thorium-, Blei- oder Bismut-Radioisotope vorhanden sind, können diese die ^{90}Sr -, ^{90}Y - oder ^{89}Sr -Emission während der Nachweisphase stören. Andere Matrixbestandteile wie Erdalkalimetalle und insbesondere Calcium für Strontium oder transuranische Elemente und Lanthanoide für Yttrium, verringern die chemische Ausbeute der Extraktion.

Die Ausbeute der radiochemischen Trennung wird mithilfe eines Trägers wie stabilem Strontium oder Yttrium oder einem radioaktiven Tracer wie ^{85}Sr berechnet. Verfahren wie Atomabsorptionsspektroskopie (AAS), Atomemissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES) oder Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) zur Messung des Trägers und Gammaspektrometrie zur Messung von ^{85}Sr werden empfohlen. Ein Träger kann auch mittels gravimetrischer Verfahren gemessen werden, doch das Vorhandensein von inaktiven Elementen, im Wesentlichen Erdalkalielelementen, in der Laugungslösung kann zur Überschätzung der Ausbeute der radiochemischen Trennung führen, insbesondere bei der Messung von Strontium.

Wird stabiles Strontium als Träger hinzugefügt, muss die ursprüngliche Strontium-Konzentration in der Messprobe bekannt sein, um die Überschätzung der Ausbeute der radiochemischen Trennung zu vermeiden.

4.3 Erfassung

Der Einsatz eines LSC, der Spektren liefert und die Erfassung von Störungen durch ungewollte Radionuklide ermöglicht, ist der Verwendung eines PC vorzuziehen, da dieser nicht zwischen Emissionen von verschiedenen Beta-Strahlern unterscheidet. Wird ein PC verwendet, wird empfohlen, die Reinheit der Ausfällung durch Nachverfolgung der Änderung der ^{90}Y - oder ^{89}Sr -Aktivität über einen angemessenen Zeitraum zu prüfen, auch wenn dieses Verfahren zeitaufwendig ist.

In den Anhängen A, B, C, D, E und F werden sechs Verfahren dargestellt.

5 Reagenzien und Geräte

Die erforderlichen Reagenzien und Geräte für jedes der Strontium-Messverfahren sind in den Anhängen A, B, C, D, E und F aufgeführt.

Für die Analyse dürfen, sofern nicht anders angegeben, nur Reagenzien mit einer anerkannten Reinheit verwendet werden sowie Laborwasser, wie destilliertes oder entmineralisiertes Wasser oder Wasser gleichwertiger Reinheit, nach ISO 3696 [1].

6 Durchführung

6.1 Prüfprobenvorbereitung

Strontium wird aus der Wasserprobe bestimmt.

Ist eine Filtration erforderlich, den Tracer oder Träger nach diesem Schritt der Durchführung hinzufügen und ausreichend Zeit lassen, um ein chemisches Gleichgewicht zu erhalten, bevor mit der Prüfprobenvorbereitung begonnen wird.

Wird stabiles Strontium als Träger hinzugefügt, muss bei diesem Schritt der Durchführung die ursprüngliche Konzentration in der Messprobe bestimmt werden, bevor der Träger hinzugefügt wird.

6.2 Chemische Trennung

6.2.1 Allgemeines

Es gibt mehrere Routineanalysen für ^{89}Sr und ^{90}Sr , die an der Trennung und Reinigung von Strontium beteiligt sind: Fällung, Flüssig-Flüssig-Extraktion oder chromatographische Verfahren (Ionenaustausch oder chromatographische Extraktion). In den Anhängen A, B, C, D, E und F wird ein Verfahren für jedes dieser Verfahren beschrieben.

Tabelle 2 — Bestimmungsverfahren für Strontium in Abhängigkeit von seiner Herkunft

Herkunft		Alte Kontamination				Neue Kontamination	
Radionuklid		⁹⁰ Sr+ ⁹⁰ Y				⁹⁰ Sr+ ⁹⁰ Y ⁸⁹ Sr	
Trennung	Element	Sr		→ Y ^a		Sr	
	Verfahren	Chromatographie ^b	Fällung	Extraktion	Fällung	Chromatographie ^b	Fällung
	Produkt	⁹⁰ Sr		⁹⁰ Y		⁹⁰ Sr+ ⁸⁹ Sr	
	Träger oder Tracer ^c	⁸⁵ Sr oder stabiles Sr		Stabiles Y		⁸⁵ Sr oder stabiles Sr	
Messung(en)	Gleichgewicht	Ja Nein		Nein		Ja	Nein
	⁹⁰ Sr+ ⁹⁰ Y 20 d	(empfohlen)					
	Anzahl	Einmal		Einmal		Zwei- oder mehrmals	
	Emissionen	⁹⁰ Sr ⁹⁰ Y		⁹⁰ Y		⁹⁰ Sr ⁹⁰ Y ⁸⁹ Sr	
	Geräte	PC oder LSC (gesamt)		PC oder LSC (gesamt oder Cherenkov)		PC oder LSC (gesamt)	
	Kalibrierproben	⁹⁰ Sr+ ⁹⁰ Y	⁹⁰ Sr ⁹⁰ Y	⁹⁰ Y		⁹⁰ Sr+ ⁹⁰ Y ⁸⁹ Sr	⁹⁰ Sr ⁹⁰ Y ⁸⁹ Sr
a Y-Trennung wird nach dem⁹⁰Sr –⁹⁰Y-Gleichgewicht in der Messprobe durchgeführt. b Flüssigchromatographie oder spezifische Chromatographie mit Kronenetherharz. c Messungen von Träger- oder Tracer-Elementen können mittels Gamaspektrometrie für ⁸⁵Sr (Tracer) durchgeführt werden, durch Gravimetrie, Atomabsorptionsspektrometrie (AAS), induktiv gekoppeltes Plasma (ICP) oder Massenspektrometrie (MS) für Sr und Y (Tracer und/oder Träger).							

6.2.2 Fällungsverfahren

Das Fällungsverfahren ist geeignet für die Abtrennung aller Mineralelemente, einschließlich Strontium, in Wasserproben mit hohen Mineralsalzgehalten. Dieses Verfahren ist sehr effizient, aber für Strontium nicht selektiv. Die Einsatzmöglichkeiten sind jedoch durch die Verwendung großer Mengen an Salpetersäure und die erforderliche Wartezeit, damit Yttrium ein Gleichgewicht erreicht, begrenzt.

Die Zugabe von Salpetersäure führt zu einer Strontium-Ausfällung mit anderen störenden Elementen. Sukzessive Auflösungs- und Fällungszyklen konzentrieren Strontium in der Ausfällung, während Yttrium und andere Elemente im überstehenden Anteil verbleiben. Die gebräuchlichsten Verfahren führen zu einer SrCO_3 -Ausfällung.

Für das Verfahren mit ^{90}Sr und ^{90}Y im Gleichgewicht wird entweder die globale Einwirkung von Yttrium und Strontium direkt in der Ausfällung gemessen, oder die Yttrium-Aktivität wird nach einer letzten Trennung vom Strontium gemessen. Im letzteren Fall wird die chemische Ausbeute durch Zugabe eines Yttrium-Trägers vor der Yttrium-Trennung zur Quelle geschätzt. Das Endprodukt ist eine Yttrium-Ausfällung, üblicherweise in Form eines Oxalats.

Ist ^{89}Sr nicht vorhanden, wird ^{90}Sr durch Zählung der Beta-Emission von ^{90}Y oder von ^{90}Y und ^{90}Sr im Gleichgewicht gemessen.

Wenn ^{89}Sr in der Wasserprobe nicht vernachlässigbar ist, ist das Direktmessverfahren von Strontium zu zwei verschiedenen Zeitpunkten zu wählen.

Es werden zwei Ausfällungsverfahren beschrieben: Anhang A nutzt ein PC für ^{89}Sr und ^{90}Sr ; Anhang B nutzt einen LSC für ^{89}Sr und ^{90}Sr .

6.2.3 Flüssig-Flüssig-Extraktionsverfahren

Dieses Verfahren beruht auf der Extraktion mithilfe eines organischen Lösemittels von ^{90}Y im Gleichgewicht mit seinem radioaktiven Ausgangsisotop ^{90}Sr . Die chemische Trennung ist schnell und erfordert wenige technische Ressourcen. Nach 3 d (etwa einer Zerfallsdauer von Yttrium) kann ein Zwischenergebnis erhalten werden. Die vollständige Selektivität der Extraktion ist jedoch nicht immer möglich. Bei Vorhandensein hoher Niveaus an natürlicher Radioaktivität kann es zu einer Störung kommen, die die Bestimmung sehr geringer Niveaus der Strontium-Aktivität erschwert.

Dieses Verfahren ist geeignet für alle Proben mit geringer Aktivität des Beta-Strahlen emittierenden Radionuklids.

^{90}Y wird mithilfe eines organischen Lösemittels aus dem Teil der Wasserprüfprobe extrahiert, und nach erneuter Extraktion in Form einer Yttrium-Ausfällung wiederhergestellt. Die Verfahren sind in den Anhängen C und F dargestellt.

Nach der Probenvorbereitung wird das ^{90}Y mittels PC (Anhang F) oder durch Messung der Cherenkov-Strahlung des ^{90}Y mittels LSC (Anhang C) gemessen.

Die Abwesenheit anderer störender Beta-Strahler wird während des Zerfalls von ^{90}Y durch Messung der Abnahme in der Zählrate des ^{90}Y geprüft, und sobald der Zerfall abgeschlossen ist, durch Vergleich mit der Aktivität des Untergrundniveaus.

6.2.4 Chromatographisches Verfahren

6.2.4.1 Ionenaustauschharz

Dieses Verfahren basiert auf Sr(II) -Austausch auf einem Kationenharz und wird für die Trennung und Reinigung von Strontium in großvolumigen Proben verwendet. In Anhang D wird ein Verfahren dargestellt, bei dem die Messung mit einem PC durchgeführt wird.

6.2.4.2 Kronenetherharz

Dieses Verfahren beruht auf der selektiven chromatographischen Trennung von Strontium mittels eines spezifischen Kronenetherharzes. Die chemische Trennung ist schnell und geeignet für die Untersuchung und Überwachung der Umgebung. In Anhang E wird ein Verfahren dargestellt, bei dem die Messung mittels LSC durchgeführt wird.

6.3 Vorbereitung der Quelle für die Prüfung

6.3.1 Quellenvorbereitung für den Flüssigszintillationszähler

Mit dem LSC werden die Photonen, die durch die Szintillationen in der Flüssigkeit in Folge der durch die Beta-Emissionen der Quelle verursachten Anregung erzeugt werden, direkt gemessen.

Eine Strontium- oder Yttrium-Ausfällung wird aufgelöst und mit dem Flüssigszintillator vermischt. Wenn das Strontium oder Yttrium in einer Lösung vorliegt, wird es direkt mit dem Flüssigszintillator vermischt. Das Volumen ist abhängig vom Gerät (Größe des Fläschchens) und dem spezifischen verwendeten Szintillator.

Die Kalibrierprobe muss aus einem Tracer (^{90}Sr , ^{89}Sr , $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ oder ^{90}Y) mit bekannter Aktivität und der gleichen Geometrie und chemischen Zusammensetzung wie der zu messenden Probe hergestellt werden.

Die Blindprobe sollte nach dem gewählten Verfahren vorbereitet werden, beginnend mit einer reinen Messprobe (oder Wasser).

6.3.2 Quellenvorbereitung für Proportionalzählrohr

Mit dem PC wird die Beta-Emission der aus einer dünnen Schichtablagerung hergestellten Quelle (zur Minimierung der Selbstabsorptionswirkungen) direkt gemessen.

Die Strontium- oder Yttrium-Ausfällung lagert sich durch Filtration auf einen Filter ab, oder durch direktes Eindampfen auf einem Messschälchen aus Edelstahl.

Der Durchmesser des Filters oder Messschälchens sollte der Detektorgröße entsprechen (siehe Anhang A oder D).

Die Kalibrierprobe muss aus einem Tracer (^{90}Sr , ^{89}Sr , $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ oder ^{90}Y) mit bekannter Menge und der gleichen Geometrie und chemischen Zusammensetzung wie der zu messenden Probe hergestellt werden.

6.4 Messung

6.4.1 Allgemeines

Für die Messungen der Probe, des Nulleffekts und der Kalibrierprobe sollten dieselben Gerätebedingungen verwendet werden.

Die Blindprobe sollte nach dem gewählten Verfahren vorbereitet werden, beginnend mit Laborwasser. Der Nulleffekt wird mittels einer für das gewählte Verfahren vorbereiteten Blindprobe gemessen.

Die verwendete Messzeit richtet sich nach den Zählraten Proben und des Nulleffekts sowie nach der erforderlichen Nachweis- und Erkennungsgrenze.

6.4.2 Flüssigszintillationszähler

Die Szintillationserscheinung resultiert aus Wechselwirkungen von ionisierenden Strahlungen mit Lösemitteln und Verbindungen mit Fluoreszenzeigenschaften (Szintillatoren). Lösemittel und Szintillatoren bilden den Szintillationscocktail. Die Szintillationsmischung wird erzielt durch Zugabe des Szintillationscocktails zur Messprobe, um eine homogene Mischung zu erhalten.

Der Szintillationscocktail wird nach den Eigenschaften der zu analysierenden Probe und den Merkmalen der Messgeräte ausgewählt (siehe ISO 18589-5 [6]). Es wird empfohlen, einen hydrophilen Szintillationscocktail zu verwenden, insbesondere dann, wenn natürliches Wasser gemessen werden soll.

Die Eigenschaften des Szintillationscocktails müssen eine homogene und stabile Mischung ermöglichen.

Es wird empfohlen, den Szintillationscocktail dunkel zu lagern und, insbesondere kurz vor der Verwendung, nicht dem direkten Sonnenlicht oder fluoreszierendem Licht auszusetzen, um störende Lumineszenz zu verhindern und die Lagerungsbedingungen einzuhalten, die vom Zulieferer des Szintillationscocktails festgelegt wurden.

Die Mischungen (Szintillationscocktail und Messprobe) sollten als Chemieabfälle entsorgt werden. Je nach Radioaktivität ist sogar eine Entsorgung nach den Vorschriften für radioaktives Material erforderlich.

Die Messung kann beeinflusst werden durch chemische Lumineszenzerscheinungen oder Quench aufgrund chemischer Einheiten und des Vorhandenseins anderer Radionuklide als Yttrium. Dann ist es erforderlich, die Eigenschaften der Wasserprobe zu berücksichtigen.