

DIN EN ISO 13160



ICS 13.060.60; 17.240

Entwurf

Einsprüche bis 2020-05-20
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 13160:2016-03

**Wasserbeschaffenheit –
Strontium-90 und Strontium-89 –
Verfahren mittels Flüssigszintillationszählung oder Proportionalzählung
(ISO/DIS 13160:2020);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 13160:2020**

Water quality –
Strontium 90 and strontium 89 –
Test methods using liquid scintillation counting or proportional counting
(ISO/DIS 13160:2020);
German and English version prEN ISO 13160:2020

Qualité de l'eau –
Strontium 90 et strontium 89 –
Méthodes d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide ou par comptage
proportionnel (ISO/DIS 13160:2020);
Version allemande et anglaise prEN ISO 13160:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-03-20 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 naw@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 Wasserwesen (NAW), 10772 Berlin, Saatwinkler
Damm 42/43, 13627 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 101 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 13160:2020) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Unterausschuss NA-119-01-03-08 UA „Radioaktivitätsmessung im Wasser“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

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.

Bezeichnung des Verfahrens:

Strontium-90 und Strontium-89 — Verfahren mittels Flüssigszintillationszählung oder Proportionalzählung (C 28)

Verfahren DIN EN ISO 13160 — C 28

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

ISO 3696	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 EN ISO 5667-14
ISO 11929	siehe	DIN ISO 11929
ISO 18589-5	siehe	DIN ISO 18589-5
ISO 19361	siehe	DIN EN ISO 19361
ISO 80000-10	siehe	DIN EN ISO 80000-10
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 13160:2016-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Einleitung erweitert;
- b) Überarbeitung der Vertrauensintervallgrenzen;
- c) Einführung einer unteren und oberen Grenze des probabilistisch symmetrischen Überdeckungsintervalls;
- d) Einführung einer unteren und oberen Grenze des kürzesten Überdeckungsintervalls;
- e) Änderung der Angaben zum Analysenbericht;
- f) Norm wurde redaktionell überarbeitet.

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 — Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh) — gemeinsam erarbeitete Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung:

Strontium-90 und Strontium-89 — Verfahren mittels Flüssigszintillationszählung oder Proportionalzählung (C 28).

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, 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 19361, *Nachweis der Radioaktivität — Bestimmung der Aktivität von Betastrahlern — Verfahren mit Flüssigszintillationszählung*

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 EN ISO 5667-14, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 14: Anleitung zur Qualitätssicherung und Qualitätskontrolle 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/DIS 13160:2020)

Qualité de l'eau — Strontium 90 et strontium 89 — Méthodes d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide ou par comptage proportionnel (ISO/DIS 13160:2020)

Water quality — Strontium 90 and strontium 89 — Test methods using liquid scintillation counting or proportional counting (ISO/DIS 13160:2020)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	9
4 Grundlage des Verfahrens	10
4.1 Allgemeines	10
4.2 Chemische Trennung	10
4.3 Detektion	10
5 Chemische Reagenzien und Geräte	11
6 Durchführung	11
6.1 Probenvorbereitung	11
6.2 Chemische Trennung	11
6.2.1 Allgemeines	11
6.2.2 Trennverfahren	12
6.2.3 Flüssig-Flüssig-Extraktionsverfahren	13
6.2.4 Chromatographisches Verfahren	13
6.3 Vorbereitung der Prüfprobe	13
6.3.1 Vorbereitung der Prüfprobe für den Flüssigszintillationszähler	13
6.3.2 Vorbereitung der Prüfprobe für den Proportionalzähler	14
6.4 Messung	14
6.4.1 Allgemeines	14
6.4.2 Flüssigszintillationszähler	14
6.4.3 Proportionalzähler	15
6.4.4 Berechnung der Zählausbeute	15
6.4.5 Bestimmung der chemischen Ausbeute	15
7 Angabe der Ergebnisse	16
7.1 Bestimmung von ^{90}Sr im radioaktiven Gleichgewicht mit ^{90}Y	16
7.1.1 Berechnung der Aktivitätskonzentration	16
7.1.2 Standardunsicherheit	17
7.1.3 Erkennungsgrenze	17
7.1.4 Nachweisgrenze	17
7.2 Bestimmung von ^{90}Sr durch Trennung von ^{90}Y	18
7.2.1 Berechnung der Aktivitätskonzentration	18
7.2.2 Standardunsicherheit	18
7.2.3 Erkennungsgrenze	19
7.2.4 Nachweisgrenze	19
7.3 Bestimmung von ^{90}Sr bei Vorhandensein von ^{89}Sr , wenn ^{90}Sr mit ^{90}Y im Gleichgewicht ist	20
7.3.1 Berechnung der Aktivitätskonzentration	20
7.3.2 Standardunsicherheit	21
7.3.3 Erkennungsgrenze	22

7.3.4	Nachweisgrenze	22
8	Grenzen des Überdeckungsintervalls.....	23
8.1	Grenzen des probabilistisch symmetrischen Überdeckungsintervalls.....	23
8.2	Kürzestes Überdeckungsintervall.....	23
9	Qualitätskontrolle	23
10	Analysenbericht.....	24
Anhang A (informativ) Bestimmung von ^{89}Sr und ^{90}Sr durch Fällung und Proportionalzählung.....		25
Anhang B (informativ) Bestimmung von ^{89}Sr und ^{90}Sr durch Fällung und Flüssigszintillationszählung.....		29
Anhang C (informativ) Bestimmung von ^{90}Sr aus seinem Zerfallsprodukt ^{90}Y im Gleichgewicht durch organische Extraktion und Flüssigszintillationszählung.....		33
Anhang D (informativ) Bestimmung von ^{90}Sr nach der Ionenaustauschtrennung mittels Proportionalzählung.....		36
Anhang E (informativ) Bestimmung von ^{90}Sr nach Trennung auf einem spezifischen Kronenetherharz und Flüssigszintillationszählung.....		39
Anhang F (informativ) Bestimmung von ^{90}Sr aus seinem Zerfallsprodukt ^{90}Y im Gleichgewicht durch organische Extraktion mittels Proportionalzählung		41
Anhang G (informativ) Korrekturfaktor ^{90}Sr zur Reinheitsprüfung mittels Proportionalzählung		45
Literaturhinweise.....		48

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 13160:2020) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 13160:2015 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 13160:2020 wurde von CEN als prEN ISO 13160:2020 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147, *Water quality*, Unterkomitee SC 3, *Radioactivity measurements* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 13160:2012), die technisch überarbeitet wurde.

Einleitung

Radioaktivität aus natürlich vorkommenden und anthropogenen Quellen ist in der gesamten Umwelt vorhanden. Daher können Wasserkörper (z. B. Oberflächengewässer, Grundwässer, Meerwasser) Radionuklide aus natürlichen oder anthropogenen Quellen enthalten:

- natürliche Radionuklide, einschließlich ^{40}K , ^3H , ^{14}C , und solche aus der Thorium- und Uran-Zerfallsreihe, insbesondere ^{226}Ra , ^{228}Ra , ^{234}U , ^{238}U , ^{210}Po und ^{210}Pb , können in Wässern auf Grund natürlicher Ursachen auftreten (z. B. Desorption aus Böden und Auswaschung durch Regenwasser) oder können durch technologische Prozesse unter Verwendung von natürlich auftretenden radioaktiven Materialien freigesetzt werden (z. B. Abbau und Aufbereitung von Mineralsanden oder Produktion und Anwendung von Phosphat-Düngern);
- anthropogene Radionuklide, wie Elemente der Transurane (Americium, Plutonium, Neptunium, Curium), ^3H , ^{14}C , ^{90}Sr und gamma-strahlende Radionuklide, können ebenfalls in natürlichen Wässern als Ergebnis genehmigter betrieblicher Freisetzungen geringen Umfangs in die Umwelt über Einleitungen aus Einrichtungen zur Gewinnung nuklearer Energie vorkommen. Radionuklide werden ebenfalls über die medizinische und industrielle Anwendung in ungekapselter Form in die Umwelt freigesetzt. Sie werden im Wasser auch als Ergebnis von Kontaminationen durch Fallouts aus der Explosion von Nuklearwaffen in der Atmosphäre und Störfällen, wie solchen, die in Tschernobyl und Fukushima erfolgt waren, gefunden.

Radionuklidaktivitätskonzentrationen in Wasserkörpern können auf Grund lokaler geologischer und klimatischer Bedingungen variieren und können lokal und zeitweise durch Freisetzungen aus Nuklear-einrichtungen während geplanter, tatsächlicher und notfallbedingter Expositionssituationen [1] erhöht sein. Trinkwasser kann daher Radionuklide in Aktivitätskonzentrationen enthalten, die ein Risiko für die menschliche Gesundheit darstellen könnten.

Radionuklide in flüssigen Einleitungen werden üblicherweise vor der Einleitung in die Umwelt und in Wasserkörper kontrolliert [2]. Die Radioaktivität von Trinkwasser wird nach den Empfehlungen der World Health Organization (WHO) [3] überwacht, sodass geeignete Maßnahmen getroffen werden können, um negative Auswirkungen auf die Gesundheit der Bevölkerung abzuwenden. Unter Befolgung dieser internationalen Empfehlungen werden durch nationale Rechtsvorschriften üblicherweise zulässige Grenzwerte für Radionuklidkonzentrationen in flüssigen Einleitungen in die Umwelt und Radionuklid-Richtwerte für Wasserkörper und Trinkwasser für geplante, tatsächliche und notfallbedingte Expositionssituationen festgelegt. Die Übereinstimmung mit solchen Grenzwerten kann mittels Messergebnissen und den dazu gehörenden Messunsicherheiten, entsprechend ISO/IEC Guide 98-3 und ISO 5667-20 [4] geprüft werden.

In Abhängigkeit von der Expositionssituation bestehen unterschiedliche Grenzwerte und Richtwerte, die für Maßnahmen zur Verminderung von Gesundheitsrisiken gelten. Zum Beispiel beträgt der Richtwert der WHO-Leitlinien in einer geplanten oder tatsächlichen Situation für Trinkwasser $100 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ ^{89}Sr -Aktivitätskonzentration und $10 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ ^{90}Sr -Aktivitätskonzentration.

ANMERKUNG 1 Der Richtwert ist die Aktivitätskonzentration, die mit der Aufnahme von 2 l/d Trinkwasser über den Zeitraum von einem Jahr auftritt und zu einer effektiven Dosis von 0,1 mSv/a bei Erwachsenen führt. Dies ist eine effektive Dosis, die nicht Anlass zu nachweisbaren negativen gesundheitlichen Wirkungen gibt [3].

Im Falle eines nuklearen Notfalls wurde in den Codex-Leitlinien der WHO [5] darauf hingewiesen, dass die Aktivitätskonzentration für Säuglingsnahrung höchstens $1\,000 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ für ^{89}Sr oder $100 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ für ^{90}Sr und für andere Lebensmittel als Säuglingsnahrung, $1\,000 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ für ^{89}Sr oder $100 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ für ^{90}Sr betragen darf.

ANMERKUNG 2 Die Codex-Richtwerte (GL en: guidance level) gelten für Radionuklide in Lebensmitteln, die für den menschlichen Verzehr bestimmt sind und international gehandelt werden und nach einem nuklearen oder radiologischen Notfall kontaminiert wurden. Diese GLs gelten für Lebensmittel nach Rekonstitution oder nach Zubereitung zum Verzehr, d. h. nicht für getrocknete oder konzentrierte Lebensmittel, und basieren auf einem Eingreifwert von 1 mSv je Jahr für die Bevölkerung (Säuglinge und Erwachsene) [5].

Daher kann das Prüfverfahren so angepasst werden, dass die charakteristischen Werte, Entscheidungsschwellenwert, Bestimmungsgrenze und Messunsicherheiten sicherstellen, dass die Radionuklidkonzentrationen verifizierbar unterhalb der Richtwerte liegen, die von einer nationalen Behörde zur Einhaltung in geplanten Routine-Situationen oder in Notfallsituationen festgelegt sind [6][7].

Üblicherweise können die Prüfverfahren für die Messung der Aktivitätskonzentration der Radionuklide entweder in Abwasser vor der Endlagerung und Einleitungen vor deren Freisetzung in die Umwelt angepasst werden. Die Untersuchungsergebnisse setzen den Betreiber der Anlage/Einrichtung in die Lage, vor der Freisetzung von Abwasser/Einleitungen zu verifizieren, dass Radioaktivitätskonzentrationen nicht die behördlichen Grenzen überschreiten.

Das in diesem Dokument beschriebene Prüfverfahren darf sowohl in geplanten, tatsächlichen und notfallbedingten Expositionssituationen als auch für Abwasser und Einleitungen mit besonderen Modifikationen, die die Gesamtmessunsicherheit, die Bestimmungsgrenze und den Schwellenwert erhöhen könnten, angewendet werden.

Das Prüfverfahren darf für Wasserproben nach geeigneter Probenahme, Probenbehandlung und Aufbereitung der Untersuchungsprobe verwendet werden (siehe betreffenden Teil der Normenreihe ISO 5667).

Dieses Dokument wurde für Prüflabore ausgearbeitet, die diese Messungen durchführen, die manchmal von nationalen autorisierten Stellen gefordert werden, und Labore möglicherweise eine besondere Akkreditierung für die Messung von Radionukliden in Trinkwasserproben erlangen müssen.

Dieses Dokument gehört zu einer Reihe von Internationalen Normen über Prüfverfahren für die Messung von Aktivitätskonzentrationen von Radionukliden in Wasserproben.

WARNUNG — Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument 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 die Anwendbarkeit anderer Beschränkungen sicherzustellen.

WICHTIG — Es ist unbedingt erforderlich, bei den Untersuchungen nach diesem Dokument Fachleute einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument bietet eine Auswahl an Prüfverfahren und ihre dazugehörigen Grundlagen für die Messung der Aktivität von ^{90}Sr im Gleichgewicht mit ^{90}Y und ^{89}Sr , reinen Beta-Strahlen emittierenden Radionukliden, in Wasserproben. Es werden verschiedene chemische Trennverfahren zur Herstellung von Strontium- und Yttrium-Messproben erläutert, deren Aktivität mittels eines Proportionalzählers (PC, en: proportional counter) oder Flüssigszintillationszählers (LSC, en: liquid scintillation counter) bestimmt wird.

Die Auswahl eines speziellen Prüfverfahrens ist abhängig vom Ursprung der Kontamination, von den Eigenschaften des zu analysierenden Wassers, der erforderlichen Genauigkeit der Prüfergebnisse und von den verfügbaren Ressourcen der Labore.

Diese Prüfverfahren werden zur Wasserüberwachung eingesetzt. Sie erfassen vergangene oder gegenwärtige Störfälle bedingte oder routinemäßige, flüssige oder gasförmige Ableitungen. Dies beinhaltet auch die Überwachung der vom weltweiten Fallout verursachten Kontamination.

Bei einem Fallout unmittelbar nach einem nuklearen Unfall, ist der Beitrag von ^{89}Sr bezogen auf die Gesamtmenge an Strontium-Aktivität nicht unerheblich. Dieses Dokument umfasst die Prüfverfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von ^{90}Sr bei Vorhandensein von ^{89}Sr .

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).

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*

ISO 19361, *Measurement of radioactivity — Determination of beta emitters activities — Test method using liquid scintillation counting*

3 Begriffe

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

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
$c^{\triangleleft}_{A,i}, c^{\triangleleft}_{A,i}$	Untere und obere Grenze des probabilistisch symmetrischen Überdeckungsintervalls von Radionuklid i	Bq l ⁻¹
$c^<_{A,i}, c^>_{A,i}$	Untere und obere Grenze des kürzesten Überdeckungsintervalls 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_{0j}	Zählrate des Nulleffekts für Messung j	s ⁻¹
r_g	Bruttozählrate	s ⁻¹
r_{gj}	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 der Mitte der Zählung	s
t_0	Messdauer des Nulleffekts	s
t_d, t_f	Start- bzw. Endzeit der Messung, bezogen auf $t = 0$	s
t_g	Messdauer der Probe	s
t_j	Startzeit der Messung j , bezogen auf $t = 0$	s
t_s	Messdauer der Kalibrierprobe	s
U	erweiterte Messunsicherheit nach folgender Berechnung: $U = k u(c_A)$, 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

Strontium-90, ^{90}Y und ^{89}Sr sind alles reine Beta-Strahlen-Partikel 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 [8]

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	28,80 (7) a	2,6684 (13) d	50,57 (3) d

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

4.2 Chemische Trennung

Strontium wird mittels Fällung, Ionenaustausch oder spezifischer chromatographischer Trennung mithilfe von Kronenetherharz vom Wasser abgetrennt (siehe [9]). Yttrium kann dann durch Fällung oder Flüssig-Flüssig-Extraktion abgetrennt werden.

Das gewählte Verfahren 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 -Nachweise 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 den Laugungslösungen kann insbesondere bei der Messung von Strontium zur Überschätzung der Ausbeute der radiochemischen Trennung führen.

Die ursprüngliche Strontium-Konzentration in der Messprobe muss bekannt sein, wenn stabiles Strontium als Träger hinzugefügt wird, um die chemische Ausbeute zu bestimmen.

4.3 Detektion

Die Anwendung eines LSC, der Spektren liefert und dadurch die Erfassung von störenden Radionukliden ermöglicht, ist dem PC vorzuziehen, der nicht zwischen den Energiespektren verschiedener Beta-Strahler unterscheidet. Bei Verwendung eines PC wird empfohlen, die Reinheit des Niederschlags bzw. Fällungsprodukts durch Nachverfolgung der Änderung der ^{90}Y - bzw. ^{89}Sr -Aktivität über einen angemessenen Zeitraum zu prüfen, auch wenn dieses Verfahren zeitaufwendig ist.

Im Anhang A, Anhang B, Anhang C, Anhang D, Anhang E und Anhang F werden sechs Verfahren dargestellt.

5 Chemische Reagenzien und Geräte

Die erforderlichen chemischen Reagenzien und Geräte für jedes der Strontium-Messverfahren sind im Anhang A, Anhang B, Anhang C, Anhang D, Anhang E und Anhang 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 [10].

6 Durchführung

6.1 Probenvorbereitung

Strontium wird nach einer geeigneten Probenahme [18][19][20] aus der Wasserprobe bestimmt.

Ist eine Filtration erforderlich, sollte diese vor der Zugabe des Tracers oder Trägers erfolgen, und ausreichend Zeit für die Einstellung eines chemischen Gleichgewichts sollte gelassen werden, bevor mit der Probenvorbereitung begonnen wird.

Wenn stabiles Strontium als Träger zugesetzt wird, muss die ursprüngliche Strontiumkonzentration in der Testprobe bekannt sein, um die chemische Ausbeute zu bestimmen. Bei der Trennung durch Extraktionschromatographie muss der Gesamtgehalt an Strontium unter dem Sorptionsvermögen des Harzes liegen, um eine Sättigung des Harzes zu vermeiden.

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). Im Anhang A, Anhang B, Anhang C, Anhang D, Anhang E und Anhang F wird ein Verfahren für jedes dieser Prüfverfahren 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+ ⁹⁰ Y	
	Träger oder Tracer ^c	⁸⁵ Sr oder stabiles Sr		Stabiles Y		⁸⁵ Sr oder stabiles Sr	
Messung(en)	Gleichgewicht ⁹⁰ Sr+ ⁹⁰ Y 20 d	Ja (empfohlen)	Nein	Nein		Ja	Nein
	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 dem ⁹⁰ Sr- ⁹⁰ Y-Gleichgewicht in der Messprobe durchgeführt.							
^b Flüssigchromatographie oder spezifische Chromatographie mit Kronenetherharz.							
^c Messungen von Träger- oder Tracer-Elementen können mittels Gamaspektrometrie für ⁸⁵ Sr (Tracer) durchgeführt werden, durch Gravimetrie, Atomabsorptionsspektrometrie (AAS), induktiv gekoppeltes Plasma Massenspektrometrie (ICP-MS) für Sr und Y (Tracer und/oder Träger).							

6.2.2 Trennverfahren

Das Fällungsverfahren ist für die Abtrennung aller Mineralelemente in Wasserproben mit hohen Mineralsalzgehalten, einschließlich Strontium, geeignet. 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 ^{90}Y ein Gleichgewicht erreicht, begrenzt.

Die Zugabe von rauchender Salpetersäure führt zu einem Strontium-Niederschlag mit anderen störenden Elementen. Sukzessive Auflösungs- und Fällungszyklen konzentrieren Strontium im Fällungsprodukt, während Yttrium und andere Elemente im Überstand verbleiben. Die gebräuchlichsten Verfahren führen zu einem SrCO_3 -Niederschlag.

Beim Prüfverfahren mit ^{90}Sr und ^{90}Y im Gleichgewicht wird entweder der Gesamtbeitrag von Yttrium und Strontium direkt im Niederschlag gemessen, oder die Yttrium-Aktivität wird nach einer letzten Trennung vom Strontium durch Messung bestimmt. Im letzteren Fall wird die chemische Ausbeute mittels Zugabe eines Yttrium-Trägers vor der Yttrium-Trennung zur Quelle ermittelt. Das Endprodukt ist ein Yttrium-Niederschlag, 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 radioaktiven Gleichgewicht gemessen.

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

Es werden zwei Trennverfahren beschrieben: Anhang A verwendet einen PC für ^{89}Sr und ^{90}Sr ; Anhang B verwendet 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 eine Halbwertszeit von Yttrium) kann ein Zwischenergebnis erhalten werden. Die vollständige Trennung durch Extraktion ist jedoch nicht immer möglich. Bei Vorhandensein an einem hohen Anteil an natürlichen Radionukliden kann es jedoch zu einer Störung führen, die die Bestimmung sehr geringer Aktivität an Radiostrontium erschwert.

^{90}Y wird mithilfe eines organischen Lösemittels aus dem Teil der Wasserprüfprobe extrahiert und nach erneuter Extraktion als ein Yttrium-Niederschlag erhalten. Die Verfahren sind in den Anhängen C und F dargestellt.

Nach der Probenvorbereitung wird das ^{90}Y mit einem PC (Anhang F) oder durch Messung der Cerenkov-Strahlung des ^{90}Y mit einem 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, mit der Zählrate des Untergrunds verglichen.

6.2.4 Chromatographisches Verfahren

6.2.4.1 Ionenaustauschharz

Dieses Verfahren beruht 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. In Anhang E wird ein Verfahren dargestellt, bei dem die Messung mittels LSC durchgeführt wird.

6.3 Vorbereitung der Prüfprobe

6.3.1 Vorbereitung der Prüfprobe für den Flüssigszintillationszähler

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

Die Kalibrierprobe ist aus einem Tracer (^{90}Sr , ^{89}Sr , $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ oder ^{90}Y) mit bekannter Aktivität und der gleichen Probengeometrie und chemischen Zusammensetzung wie die zu messende Probe herzustellen.

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

6.3.2 Vorbereitung der Prüfprobe für den Proportionalzähler

Ein Strontium- oder Yttrium-Niederschlag lagert sich durch Filtration auf einem 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 Anhang D).

Eine Kalibrierprobe ist aus einem Tracer (^{90}Sr , ^{89}Sr , ^{90}Sr +

^{90}Y oder ^{90}Y) mit bekannter Menge und der gleichen Probengeometrie und chemischen Zusammensetzung wie die zu messende Probe herzustellen.

Eine Blindwertprobe ist mit der gleichen Probengeometrie und chemischen Zusammensetzung wie die zu messende Probe herzustellen.

6.4 Messung

6.4.1 Allgemeines

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

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

6.4.2 Flüssigszintillationszähler

Die Szintillationserscheinung resultiert aus Wechselwirkungen von ionisierender Strahlung mit Lösemitteln und chemischen 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 19361 [21]). 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, sowie die Lagerungsbedingungen einzuhalten, die vom Lieferanten des Szintillationscocktails festgelegt wurden.

Die Mischungen (Szintillationscocktail und Messprobe) sollten als Chemieabfälle entsorgt werden. Je nach Radioaktivität kann sogar eine Entsorgung als radioaktives Material erforderlich sein.

Die Messung kann beeinflusst werden durch chemische Lumineszenzerscheinungen oder Quench aufgrund chemischer Verbindungen mit Quench-Eigenschaften und des Vorhandenseins anderer Radionuklide als ^{90}Y . Dann ist es erforderlich, die Eigenschaften der Wasserprobe zu berücksichtigen.

Wenn die ^{90}Sr -Aktivität durch Messung im Gleichgewicht mit ^{90}Y gemessen werden soll, können zwei Fälle unterschieden werden:

- das Vorhandensein von ^{89}Sr ist vernachlässigbar, die relevante Einwirkung von ^{90}Y im radioaktiven Gleichgewicht mit ^{90}Sr kann mittels Flüssigszintillationszähler ausgewertet werden;
- das Vorhandensein von ^{89}Sr ist nicht vernachlässigbar, es ist erforderlich, das Strontium zu zwei verschiedenen Zeitpunkten zu messen und die ^{89}Sr -Aktivität durch seinen Zerfall zu schätzen.

Abschätzung der ^{90}Sr -Aktivität durch Messung von ^{90}Y : Falls das Vorhandensein kleiner Mengen von ^{90}Sr bei der Abschätzung der ^{90}Sr -Aktivität nicht ausgeschlossen werden kann, ist die Messung der Cerenkov-Strahlung vom ^{90}Y vorzuziehen, da der Cerenkov-Strahlungsbeitrag für ^{90}Sr vernachlässigbar ist.

6.4.3 Proportionalzähler

Mit einem Proportionalzähler wird die Beta-Strahlung, ohne Energiediskriminierung, der Messprobe direkt gemessen. Sie wird üblicherweise aus einer dünnen Niederschlagsschicht hergestellt.

Die Verwendung eines doppelten Fensters (Alpha und Beta) zur Diskriminierung ermöglicht die Prüfung des Vorhandenseins von kontaminierenden Alpha-Strahlern in der zu überwachenden Quelle. Sind andere Beta-Strahler mit kurzer radioaktiver Halbwertszeit vorhanden, können diese durch sukzessive Messungen der Quelle über die Zeit erfasst werden.

6.4.4 Berechnung der Zählusbeute

Das Verfahren zur Kalibrierung der Zähler ist wie folgt:

- t_s so auswählen, dass mindestens 10^4 Zählungen erfasst werden;
- die Beta-Zählrate der Kalibrierquelle (in der gleichen chemischen und physikalischen Form wie die Proben) bestimmen;
- die Zählusbeute des Zählers durch Division der gemessenen Zählrate durch die Aktivität der Kalibrierprobe berechnen:

$$\varepsilon_i = \frac{r_s - r_0}{A_i}$$

6.4.5 Bestimmung der chemischen Ausbeute

Die chemische Ausbeute des Strontiums $R_{\text{c,Sr}}$ wird aus dem Strontium-Träger oder -Tracer mittels eines der folgenden Verfahren berechnet:

- a) chemische Ausbeute berechnet als Verhältnis der Masse des erfassten Strontiums zur Masse des Strontiums zu Beginn des Verfahrens, d. h. die Masse an Strontium in der Messprobe plus die Masse an Strontium im zugesetzten Träger:

$$R_{\text{c,Sr}} = \frac{m_{\text{c,p}}}{m_{\text{c,Sr}}} \quad (1)$$

Dabei ist

$m_{\text{c,p}}$ die Masse des erfassten Strontiums, bestimmt durch eine entsprechende Methode (gravimetrisch, AA, ICP-AES oder ICP-MS);

$m_{\text{c,Sr}}$ die Masse an Strontium im behandelten Aliquot, d. h. die Masse an Sr in der Messprobe plus der Masse an Sr im zugesetzten Träger;

- b) chemische Ausbeute berechnet als das Verhältnis der Aktivität des erfassten ^{85}Sr , gemessen durch Gammaspektrometrie, und der theoretischen Aktivität des äquivalenten, als Tracer zu Beginn des Verfahrens hinzugefügten ^{85}Sr .

$$R_{c,\text{Sr}} = \frac{A_{85\text{Sr},\text{M}}}{A_{85\text{Sr},\text{T}}} \quad (2)$$

Dabei ist

$A_{85\text{Sr},\text{M}}$ die Aktivität des durch Gammaspektrometrie gemessenen ^{85}Sr unter Berücksichtigung des ^{85}Sr -Zerfalls vom Beginn des Verfahrens;

$A_{85\text{Sr},\text{T}}$ die theoretische Aktivität von zu Beginn des Verfahrens hinzugefügtem ^{85}Sr .

Die chemische Ausbeute des Yttriums $R_{c,\text{Y}}$ wird berechnet aus dem Yttrium-Träger mittels eines Verfahrens, das dem für die chemische Ausbeute des Strontiums dargestellten ähnlich ist.

7 Angabe der Ergebnisse

7.1 Bestimmung von ^{90}Sr im radioaktiven Gleichgewicht mit ^{90}Y

7.1.1 Berechnung der Aktivitätskonzentration

Die Aktivität je Masseneinheit in Messproben, bei denen ^{90}Y vollständig vom Ausgangsradiounuklid ^{90}Sr getrennt wurde, kann nicht neu ausgewertet werden, bis das Zerfallsprodukt ^{90}Y nachgewachsen und im Gleichgewicht mit dem Mutternuklid ^{90}Sr ist. Dies geschieht 20 d nach $t = 0$. Dabei ist $t = 0$ der Zeitpunkt, an dem das gesamte ^{90}Y aus der Probe entfernt worden ist.

Das Ergebnis der Messung ergibt die Bruttoanzahl Zählungen von ^{90}Sr plus ^{90}Y . Eine Division der Bruttozählungen durch die Messdauer ergibt die Bruttozählrate r_g .

Dieses Verfahren ist nur bei Messproben mit vernachlässigbaren ^{89}Sr -Gehalten anwendbar.

Die Bruttozählrate sollte um die Zählrate des Nulleffekts r_0 korrigiert werden, die aus der Messung einer Blindprobe erhalten wird.

Die Aktivitätskonzentration von ^{90}Sr plus ^{90}Y , $c_{\text{A},\text{Sr} + \text{Y}}$, wird mithilfe der Gleichung (3) berechnet:

$$c_{\text{A},\text{Sr} + \text{Y}} = \frac{r_g - r_0}{V R_{c,\text{Sr}} \epsilon_{\text{Sr} + \text{Y}}} \quad (3)$$

und die Aktivitätskonzentration von ^{90}Sr ist

$$c_{\text{A},^{90}\text{Sr}} = \frac{c_{\text{A},\text{Sr} + \text{Y}}}{2} = \frac{r_g - r_0}{2 \times V R_{c,\text{Sr}} \epsilon_{\text{Sr} + \text{Y}}} = (r_g - r_0) w_{90\text{Sr}} \quad (4)$$

mit

$$w_{90\text{Sr}} = \frac{1}{2 \times V R_{c,\text{Sr}} \epsilon_{\text{Sr} + \text{Y}}}$$

7.1.2 Standardunsicherheit

Nach ISO/IEC Guide 98-3 [16] wird die Standardunsicherheit von $c_{A,90Sr}$ berechnet durch:

$$\begin{aligned} u(c_{A,90Sr}) &= \sqrt{w_{90Sr}^2 [u^2(r_g) + u^2(r_0)] + c_{A,90Sr}^2 u_{rel}^2(w_{90Sr})} \\ &= \sqrt{w_{90Sr}^2 \left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} \right) + c_{A,90Sr}^2 u_{rel}^2(w_{90})} \end{aligned} \quad (5)$$

Standardunsicherheit von w wird mithilfe der Gleichung (6) berechnet:

$$u_{rel}^2(w_{90Sr}) = u_{rel}^2(R_{c,Sr}) + u_{rel}^2(V) + u_{rel}^2(\varepsilon_{Sr+Y}) \quad (6)$$

Dabei wird die relative Standardunsicherheit von ε_{Sr+Y} mithilfe der Gleichung (7) berechnet:

$$u_{rel}^2(\varepsilon_{Sr+Y}) = u_{rel}^2(r_s - r_0) + u_{rel}^2(A_{Sr+Y}) = \left(\frac{r_s}{t_s} + \frac{r_0}{t_0} \right) / (r_s - t_0)^2 + u_{rel}^2(A_{Sr+Y}) \quad (7)$$

Dabei gilt

$u_{rel}(A_{Sr+Y})$ umfasst alle Unsicherheiten in Verbindung mit der Kalibrierquelle, das heißt bei der Standardlösung und bei der Vorbereitung der Kalibrierquelle;

$u_{rel}(R_{c,Sr})$ ist die Unsicherheit in Verbindung mit der chemischen Ausbeute und ist abhängig von ihrem Bewertungsverfahren.

Zur Berechnung der charakteristischen Grenzen nach ISO 11929 ist $\tilde{u}(\tilde{c}_{A,90Sr})$, d. h., die Standardunsicherheit von $c_{A,90Sr}$ in Abhängigkeit ihres tatsächlichen Werts, erforderlich und wird nach Gleichung (8) berechnet:

$$\tilde{u}(\tilde{c}_{A,90Sr}) = \sqrt{w_{90Sr}^2 \left[\left(\frac{\tilde{c}_{A,90Sr}}{w_{90Sr}} + r_0 \right) / t_g + \frac{r_0}{t_0} \right] + \tilde{c}_{A,90Sr}^2 u_{rel}^2(w_{90Sr})} \quad (8)$$

7.1.3 Erkennungsgrenze

Nach ISO 11929 wird die Erkennungsgrenze $\tilde{c}_{A,90Sr} = 0$ für $c_{A,90Sr}^*$ erhalten aus Gleichung (8).

Daraus ergibt sich:

$$c_{A,90Sr}^* = k_{1-\alpha} \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} w_{90Sr} \sqrt{\frac{r_0}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}} \quad (9)$$

$\alpha = 0,05$ mit $k_{1-\alpha} = 1,65$ wird häufig als Standardwert verwendet.

7.1.4 Nachweisgrenze

Nach ISO 11929 wird die Nachweisgrenze $c_{A,90Sr}^\#$ berechnet durch Gleichung (10):

$$\begin{aligned} c_{A,90Sr}^\# &= c_{A,90Sr}^* + k_{1-\beta} \tilde{u}(c_{A,90Sr}^\#) \\ &= c_{A,90Sr}^* + k_{1-\beta} \sqrt{w_{90Sr}^2 \left[\left(\frac{c_{A,90Sr}^\#}{w_{90Sr}} + r_0 \right) / t_g + \frac{r_0}{t_0} \right] + c_{A,90Sr}^{\#2} u_{rel}^2(w_{90Sr})} \end{aligned} \quad (10)$$

$\beta = 0,05$ mit $k_{1-\beta} = 1,65$ wird häufig als Standardwert verwendet.

Die Nachweisgrenze kann durch Auflösung der Gleichung (10) nach $c_{A,90Sr}^\#$ oder, einfacher, durch Iteration mit einer Startnäherung $c_{A,90Sr}^\# = 2c_{A,90Sr}^*$ berechnet werden.

Wenn $\alpha = \beta$, dann ist $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ und die Lösung von Gleichung (10) wird durch Gleichung (11) dargestellt:

$$c_{A,^{90}\text{Sr}}^{\#} = \frac{2c_{A,^{90}\text{Sr}}^{\#} + (k^2 w_{^{90}\text{Sr}})/t_g}{1 - k^2 u_{\text{rel}}^2(w_{^{90}\text{Sr}})} \quad (11)$$

7.2 Bestimmung von ^{90}Sr durch Trennung von ^{90}Y

7.2.1 Berechnung der Aktivitätskonzentration

Das ^{90}Y wird unmittelbar nach seiner Trennung in der Messprobe gemessen, wenn sich Strontium und Yttrium im Gleichgewicht befinden. Der Zeitpunkt, zu dem ^{90}Y vom ^{90}Sr getrennt wird und mit einer Halbwertszeit von 2,7 d zu zerfallen beginnt, wird als $t = 0$ genommen.

Das Ergebnis der Messung ist die Bruttoanzahl Zählungen vom ^{90}Y , dividiert durch die Messdauer ergibt dies die Bruttozählrate r_g .

Die Bruttozählrate sollte um die Zählrate des Nulleffekts r_0 korrigiert werden, die aus der Messung einer Blindprobe erhalten wird.

Die Aktivitätskonzentration von ^{90}Y $c_{A,Y}$ wird zum Zeitpunkt $t = 0$ nach Gleichung (12) berechnet:

$$c_{A,Y} = \frac{r_g t_g - r_0 t_g}{\varepsilon_Y V R_c \int_{t_d}^{t_f} \exp(-\lambda_Y t) \cdot dt} = (r_g - r_0) w_Y \quad (12)$$

Dabei ist

$$w_Y = \frac{\lambda_Y t_g}{[\exp(-\lambda_Y t_d) - \exp(-\lambda_Y t_f)]} \times \frac{1}{\varepsilon_Y V R_c}$$

$$R_c = R_{c,\text{Sr}} R_{c,Y}$$

Das Integral ermöglicht die Korrektur der Aktivität des Zerfalls von ^{90}Y während der Messdauer, $t_g = t_f - t_d$, und die Aktivität je Masseneinheit von ^{90}Sr ist berechnet durch Gleichung (13):

$$c_{A,^{90}\text{Sr}} = c_{A,Y} = (r_g - r_0) w_Y \quad (13)$$

7.2.2 Standardunsicherheit

Nach ISO/IEC Guide 98-3 [16] wird die Standardunsicherheit von $c_{A,^{90}\text{Sr}}$ berechnet durch Gleichung (14):

$$u(c_{A,^{90}\text{Sr}}) = \sqrt{w_Y^2 \cdot [u^2(r_g) + u^2(r_0)] + c_{A,^{90}\text{Sr}}^2 u_{\text{rel}}^2(w_Y)} = \sqrt{w_Y^2 \cdot \left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}\right) + c_{A,^{90}\text{Sr}}^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w_Y)} \quad (14)$$

Dabei werden die Unsicherheiten der Messzeiten von Probe und Nulleffekt vernachlässigt und die relative Standardunsicherheit von w_Y wird nach Gleichung (15) berechnet:

$$u_{\text{rel}}^2(w_Y) = u_{\text{rel}}^2(R_c) + u_{\text{rel}}^2(V) + u_{\text{rel}}^2(\varepsilon_Y) \quad (15)$$

Die relative Standardunsicherheit von ε_Y wird berechnet durch Gleichung (16):

$$u_{\text{rel}}^2(\varepsilon_Y) = u_{\text{rel}}^2(r_s - r_0) + u_{\text{rel}}^2(A_Y) = \left(\frac{r_s}{t_s} + \frac{r_0}{t_0} \right) / (r_s - r_0)^2 + u_{\text{rel}}^2(A_Y) \quad (16)$$

Dabei umfasst $u_{\text{rel}}(A_Y)$ alle Unsicherheiten in Verbindung mit der Kalibrierquelle, d.h. bei der Standardlösung und bei der Vorbereitung der Kalibrierquelle; und $u_{\text{rel}}(R_c)$ ist die Unsicherheit in Verbindung mit der chemischen Ausbeute. Sie kann berechnet werden aus Gleichung (17):

$$u_{\text{rel}}^2(R_c) = u_{\text{rel}}^2(R_{c,\text{Sr}}) + u_{\text{rel}}^2(R_{c,Y}) \quad (17)$$

Dabei sind $u_{\text{rel}}^2(R_{c,\text{Sr}})$ und $u_{\text{rel}}^2(R_{c,Y})$ die relativen Unsicherheiten der chemischen Ausbeute von Strontium bzw. Yttrium im Quadrat, abhängig von ihrem Bewertungsverfahren.

Zur Berechnung der charakteristischen Grenzen nach ISO 11929 ist $\tilde{u}(\tilde{c}_{A,90\text{Sr}})$, das heißt, die Standardunsicherheit von $c_{A,90\text{Sr}}$ in Abhängigkeit ihres tatsächlichen Werts, erforderlich und wird berechnet durch Gleichung (18):

$$\tilde{u}(\tilde{c}_{A,90\text{Sr}}) = \sqrt{w_Y^2 \left[\left(\frac{\tilde{c}_{A,90\text{Sr}}}{w_Y} + r_0 \right) / t_g + \frac{r_0}{t_0} \right] + \tilde{c}_{A,90\text{Sr}}^2 u_{\text{rel}}^2(w_Y)} \quad (18)$$

7.2.3 Erkennungsgrenze

Nach ISO 11929 wird die Erkennungsgrenze $\tilde{c}_{A,90\text{Sr}} = 0$ für $c_{A,90\text{Sr}}^*$ aus Gleichung (18) ermittelt. Dies ergibt:

$$c_{A,90\text{Sr}}^* = k_{1-\alpha} \cdot \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} \cdot w_Y \cdot \sqrt{\frac{r_0}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}} \quad (19)$$

$\alpha = 0,05$ mit $k_{1-\alpha} = 1,65$ wird häufig als Standardwert verwendet.

7.2.4 Nachweisgrenze

Nach ISO 11929 wird die Nachweisgrenze $c_{A,90\text{Sr}}^\#$ berechnet durch Gleichung (20):

$$\begin{aligned} c_{A,90\text{Sr}}^\# &= c_{A,90\text{Sr}}^* + k_{1-\beta} \tilde{u}(c_{A,90\text{Sr}}^\#) \\ &= c_{A,90\text{Sr}}^* + k_{1-\beta} \sqrt{w_Y^2 \left[\left(\frac{c_{A,90\text{Sr}}^\#}{w_Y} + r_0 \right) / t_g + \frac{r_0}{t_0} \right] + c_{A,90\text{Sr}}^{\#2} u_{\text{rel}}^2(w_Y)} \end{aligned} \quad (20)$$

$\beta = 0,05$ mit $k_{1-\beta} = 1,65$ wird häufig als Standardwert verwendet.

Die Nachweisgrenze kann durch Auflösung der Gleichung (20) nach $c_{A,90\text{Sr}}^\#$ oder, einfacher, durch Iteration mit einer Startnäherung $c_{A,90\text{Sr}}^\# = 2 \cdot c_{A,90\text{Sr}}^*$ berechnet werden.

Wenn $\alpha = \beta$, dann ist $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ und die Lösung von Gleichung (20) wird durch Gleichung (21) dargestellt:

$$c_{A,90\text{Sr}}^\# = \frac{2 \cdot c_{A,90\text{Sr}}^* + (k^2 \cdot w_Y) / t_g}{1 - k^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(w_Y)} \quad (21)$$

7.3 Bestimmung von ^{90}Sr bei Vorhandensein von ^{89}Sr , wenn ^{90}Sr mit ^{90}Y im Gleichgewicht ist

7.3.1 Berechnung der Aktivitätskonzentration

Dieses Verfahren beruht auf der Durchführung von zwei Messungen derselben Quelle zu zwei verschiedenen Zeitpunkten t_1 und t_2 nach dem Zeitpunkt der Trennung des in der Messprobe vorhandenen Yttriums. Es wird vorgeschlagen, für beide Messungen die gleiche Messdauer t_g zu verwenden. Die Nettozählraten r_j dieser Messungen können aus den Bruttozählraten r_{gj} und den Nulleffektzählraten r_{0j} als $r_j = r_{gj} - r_{0j}$ berechnet werden.

Wurden die Messungen bei Erreichen des Gleichgewichts zwischen dem ^{90}Sr und ^{90}Y durchgeführt, können die Nettozählraten mithilfe der Gleichungen unten berechnet werden, und zwar ausgehend davon, dass die Aktivitäten von ^{90}Sr und ^{89}Sr während der Messdauer konstant sind und unter Berücksichtigung der entsprechenden Zerfallskonstanten:

$$\begin{aligned} r_1 &= 2A_{^{90}\text{Sr}} \varepsilon_{^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}} + \varepsilon_{^{89}\text{Sr}} A_{^{89}\text{Sr}} \exp(-\lambda_{^{89}\text{Sr}} t_1) \\ r_2 &= 2A_{^{90}\text{Sr}} \varepsilon_{^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}} + \varepsilon_{^{89}\text{Sr}} A_{^{89}\text{Sr}} \exp(-\lambda_{^{89}\text{Sr}} t_2) \end{aligned} \quad (22)$$

Aus diesen Gleichungen ergibt sich

$$\begin{aligned} A_{^{90}\text{Sr}} &= \frac{r_2 - r_1 \exp[-\lambda_{^{89}\text{Sr}}(t_2 - t_1)]}{2\varepsilon_{^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}} \{1 - \exp[-\lambda_{^{89}\text{Sr}}(t_2 - t_1)]\}} \\ A_{^{89}\text{Sr}} &= \frac{(r_1 - r_2) \exp(+\lambda_{^{89}\text{Sr}} t_1)}{\varepsilon_{^{89}\text{Sr}} \{1 - \exp[-\lambda_{^{89}\text{Sr}}(t_2 - t_1)]\}} \end{aligned} \quad (23)$$

Die Aktivitätskonzentration $c_{A,i}$ des Radionuklids i wird nach der Gleichung (24) berechnet:

$$c_{A,i} = \frac{A_i}{VR_{c,\text{Sr}}} \quad (24)$$

und

$$c_{A,^{90}\text{Sr}} = w_{90}(r_2 - cr_1) \quad (25)$$

Dabei ist

$$\begin{aligned} w_{90} &= \frac{1}{VR_{c,\text{Sr}} \times 2 \times \varepsilon_{^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}} (1 - c)} \\ c &= \exp[-\lambda_{^{89}\text{Sr}}(t_2 - t_1)] \end{aligned}$$

und

$$c_{A,^{89}\text{Sr}} = w_{89} \cdot (r_2 - r_1) \quad (26)$$

Dabei ist

$$\begin{aligned} w_{89} &= \frac{\exp(+\lambda_{^{89}\text{Sr}} t_1)}{VR_{c,\text{Sr}} \varepsilon_{^{89}\text{Sr}} (c - 1)} \\ c &= \exp[-\lambda_{^{89}\text{Sr}}(t_2 - t_1)] \end{aligned}$$

7.3.2 Standardunsicherheit

Werden die Messungen unter Gleichgewichtsbedingungen und nach ISO/IEC Guide 98-3:2008 [16] durchgeführt, wird die Standardunsicherheit von $c_{A,i}$ berechnet durch Gleichung (27):

$$\begin{aligned} u(c_{A,^{90}\text{Sr}}) &= \sqrt{w_{90}^2 [u^2(r_2) + c^2 u^2(r_1)] + c_{A,^{90}\text{Sr}}^2 u_{\text{rel}}^2(w_{90})} \\ u(c_{A,^{89}\text{Sr}}) &= \sqrt{w_{89}^2 [u^2(r_1) + u^2(r_2)] + c_{A,^{89}\text{Sr}}^2 u_{\text{rel}}^2(w_{89})} \end{aligned} \quad (27)$$

unter der Annahme, dass $u^2(c) = 0$.

Die relative Standardunsicherheit von r_j wird berechnet durch

$$u^2(r_j) = \frac{r_{gj}}{t_g} + \frac{r_{0j}}{t_0} \quad (28)$$

Die relativen Standardunsicherheiten von w_{90} und w_{89} werden berechnet durch

$$\begin{aligned} u_{\text{rel}}^2(w_{90}) &= u_{\text{rel}}^2(R_{c,\text{Sr}}) + u_{\text{rel}}^2(V) + u_{\text{rel}}^2(\varepsilon_{90\text{Sr}+Y}) \\ u_{\text{rel}}^2(w_{89}) &= u_{\text{rel}}^2(R_{c,\text{Sr}}) + u_{\text{rel}}^2(V) + u_{\text{rel}}^2(\varepsilon_{89\text{Sr}}) \end{aligned} \quad (29)$$

Die relative Standardunsicherheit von ε_i wird berechnet durch

$$u_{\text{rel}}^2(\varepsilon_i) = u_{\text{rel}}^2(r_s - r_0) + u_{\text{rel}}^2(A_i) = \left(\frac{r_s}{t_s} + \frac{r_0}{t_0} \right) / (r_s - r_0)^2 + u_{\text{rel}}^2(A_i) \quad (30)$$

Dabei ist

- $u_{\text{rel}}(A_i)$ umfasst alle Unsicherheiten in Verbindung mit der Kalibrierprobe, d. h. bei der Standardlösung und bei der Vorbereitung der Kalibrierprobe;
- $u_{\text{rel}}(R_{c,\text{Sr}})$ die Unsicherheit in Verbindung mit der chemischen Ausbeute und abhängig von ihrem Bewertungsverfahren.

Zur Berechnung der charakteristischen Grenzen nach ISO 11929 ist $\tilde{u}(\tilde{c}_{A,i})$, das heißt, die Standardunsicherheit von A_i in Abhängigkeit ihres tatsächlichen Werts, erforderlich und wird berechnet durch

$$\begin{aligned} &\tilde{u}(\tilde{c}_{A,^{90}\text{Sr}}) \\ &= \sqrt{w_{90}^2 \left[(r_{02} + c^2 r_{01}) \left(\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_g} \right) + \frac{1 + c^2}{t_g(1 - c)} \left(\frac{\tilde{c}_{A,^{90}\text{Sr}}}{w_{90}} - \frac{c_{A,^{89}\text{Sr}}}{w_{89}} \right) + \frac{c_{A,^{89}\text{Sr}}}{w_{89} t_g} \right] + \tilde{c}_{A,^{90}\text{Sr}}^2 u_{\text{rel}}^2(w_{90})} \end{aligned} \quad (31)$$

$$\begin{aligned} &\tilde{u}(\tilde{c}_{A,^{89}\text{Sr}}) \\ &= \sqrt{w_{89}^2 \left[(r_{01} + r_{02}) \left(\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_g} \right) + \frac{2}{t_g(1 - c)} \left(\frac{c_{A,^{90}\text{Sr}}}{w_{90}} - \frac{\tilde{c}_{A,^{89}\text{Sr}}}{w_{89}} \right) + \frac{\tilde{c}_{A,^{89}\text{Sr}}}{t_g w_{89}} \right] + \tilde{c}_{A,^{89}\text{Sr}}^2 u_{\text{rel}}^2(w_{89})} \end{aligned} \quad (32)$$

7.3.3 Erkennungsgrenze

Nach ISO 11929 werden die Erkennungsgrenzen $c_{A,i*}$ für $\tilde{c}_{A,i} = 0$ aus Gleichung (32) ermittelt. Dies ergibt:

$$\begin{aligned} c_{A,90Sr}^* &= k_{1-\alpha} \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} w_{90} \sqrt{(r_{02} + c^2 r_{01}) \left(\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_g} \right) + \frac{c(c+1)}{(c-1)} \frac{c_{A,89Sr}}{t_g w_{89}}} \\ c_{A,89Sr}^* &= k_{1-\alpha} \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} w_{89} \sqrt{(r_{01} + r_{02}) \left(\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_g} \right) + \frac{2}{t_g(1-c)} \frac{c_{A,90Sr}}{w_{90}}} \end{aligned} \quad (33)$$

$A = 0,05$ mit $k_{1-\alpha} = 1,65$ wird häufig als Standardwert verwendet.

7.3.4 Nachweisgrenze

Nach ISO 11929 werden die Nachweisgrenzen $c_{A,i}^{\#}$ berechnet durch

$$\begin{aligned} c_{A,90Sr}^{\#} &= c_{A,90Sr}^* + k_{1-\beta} \tilde{u}(c_{A,90Sr}^{\#}) \\ &= c_{A,90Sr}^* + k_{1-\beta} \sqrt{w_{90}^2 \left[(r_{02} + c^2 r_{01}) \left(\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_g} \right) + \frac{(1+c^2)}{t_g(1-c)} \left[\frac{c_{A,90Sr}^{\#}}{w_{90}} - \frac{c_{A,89Sr}}{w_{89}} \right] + \frac{c_{A,89Sr}}{w_{89} t_g} \right] + c_{A,90Sr}^{\#2} u_{rel}^2(w_{90})} \\ c_{A,89Sr}^{\#} &= c_{A,89Sr}^* + k_{1-\beta} \tilde{u}(c_{A,89Sr}^{\#}) \\ &= c_{A,89Sr}^* \\ &\quad + k_{1-\beta} \sqrt{w_{89}^2 \left[(r_{01} + r_{02}) \left(\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_g} \right) + \frac{2}{t_g(1-c)} \left[\frac{c_{A,90Sr}}{w_{90}} - \frac{c_{A,89Sr}^{\#}}{w_{89}} \right] + \frac{c_{A,89Sr}^{\#}}{t_g w_{89}} \right] + c_{A,89Sr}^{\#2} u_{rel}^2(w_{89})} \end{aligned} \quad (34)$$

$\beta = 0,05$ mit $k_{1-\beta} = 1,65$ wird häufig als Standardwert verwendet.

Die Nachweisgrenze kann durch Auflösung der Gleichung (34) nach $c_{A,i}^{\#}$ oder, einfacher, durch Iteration mit einer Startnäherung $c_{A,i}^{\#} = 2c_{A,i}^*$ berechnet werden.

Wenn $\alpha = \beta$, dann ist $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ und die Lösung von Gleichung (34) wird durch folgende Gleichung (35) dargestellt:

$$\begin{aligned} c_{A,90Sr}^{\#} &= \frac{2c_{A,90Sr}^* + k^2 w_{90} (1+c^2)/t_g (1-c)}{1 - k^2 u_{rel}^2(w_{90})} \\ c_{A,89Sr}^{\#} &= \frac{2c_{A,89Sr}^* + k^2 w_{89} (1+c)/(c-1) t_g}{1 - k^2 u_{rel}^2(w_{89})} \end{aligned} \quad (35)$$

8 Grenzen des Überdeckungsintervalls

8.1 Grenzen des probabilistisch symmetrischen Überdeckungsintervalls

Die untere Grenze, $c_{A,i}^{\triangleleft}$, und die obere Grenze, $c_{A,i}^{\triangleright}$, der Überdeckung werden nach den Gleichungen (36) und (37) nach ISO 11929-1 berechnet:

$$c_{A,i}^{\triangleleft} = c_{A,i} - k_p u(c_{A,i}) \quad p = \omega \left(1 - \frac{\gamma}{2}\right) \quad (36)$$

$$c_{A,i}^{\triangleright} = c_{A,i} + k_q u(c_{A,i}) \quad q = 1 - \frac{\omega\gamma}{2} \quad (37)$$

Dabei ist $\omega = \Phi[y/u(y)]$ mit Φ als Verteilungsfunktion der Standardnormalverteilung.

Der Wert von ω kann auf 1 gesetzt werden, wenn $c_{A,i} \geq 4u(c_{A,i})$. In diesem Fall gilt:

$$c_{A,i}^{\triangleleft,\triangleright} = c_{A,i} \pm k_{1-\gamma/2} u(c_{A,i}) \quad (38)$$

$\gamma = 0,05$ und $k_{1-\gamma/2} = 1,96$ wird häufig als Standardwert verwendet.

8.2 Kürzestes Überdeckungsintervall

Wie in ISO 11929-1 detailliert beschrieben, werden die Untergrenze des kürzesten Überdeckungsintervalls $c_A^<$ und die Obergrenze des kürzesten Überdeckungsintervalls $c_A^>$ aus einem primären Messergebnis c_A der Messgröße und der damit verbundenen Standardunsicherheit $u(c_A)$ berechnet. In Verbindung mit c_A , entweder durch:

$$c_A^<, c_A^> = C_A \pm k_p u(c_A); \quad p = [1 + \omega(1 - \gamma)]/2 \quad (39)$$

oder wenn $c_A^< < 0$, mit dem Ergebnis nach:

$$c_A^< = 0; c_A^> = C_A \pm k_p u(c_A); \quad p = 1 - \omega\gamma \quad (40)$$

Dabei ist $\omega = \Phi[y/u(y)]$ mit Φ als Verteilungsfunktion der Standardnormalverteilung.

Die Beziehung $0 \leq c_A^< < c_A^>$ gilt und die Annäherung von Gleichung (36) ist gültig.

9 Qualitätskontrolle

Die Auswahl der Messverfahren und die Durchführung dazugehöriger Vorgänge hat im Rahmen eines Qualitätssicherungsprogramms und einer Qualitätskontrolle durch ausreichend geschultes Personal zu erfolgen.

Vertrauen in die Messergebnisse wird erreicht durch regelmäßige Verwendung zertifizierter Referenzmaterialien und die Teilnahme an geeigneten Laborvergleichstests oder Eignungsprüfungen (z. B. in Übereinstimmung mit ISO/IEC 17025 [14]).

Laborverfahren müssen sicherstellen, dass Verunreinigungen von Labor und Geräten sowie Probenkreuzkontamination verhindert werden.

10 Analysenbericht

Der Analysenbericht muss den Anforderungen der ISO/IEC 17025 entsprechen. Er muss mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- a) das verwendete Verfahren, zusammen mit einer Verweisung auf diese Internationale Norm (ISO 13160:20xx);
- b) Bezeichnung der Probe;
- c) Einheiten, in denen die Ergebnisse angegeben werden;
- d) das Ergebnis;
 - 1) wenn die Aktivitätskonzentration, C_A mit dem Entscheidungsschwellenwert verglichen wird (siehe Normenreihe ISO 11929);
 - wenn das Ergebnis geringer ist als der Entscheidungsschwellenwert, wird das Ergebnis der Messung ausgedrückt als $\leq C_A^*$;
 - wenn das Ergebnis größer ist als der Entscheidungsschwellenwert, wird das Ergebnis der Messung ausgedrückt als $C_A \pm u_c(C_A)$ oder $C_A \pm U$ mit dem assoziierten k -Wert.
 - 2) wenn die Aktivitätskonzentration C_A mit dem Entscheidungsschwellenwert verglichen wird;
 - wenn das Ergebnis geringer ist als die Nachweisgrenze, wird das Ergebnis der Messung ausgedrückt als $\leq C_A^\#$;
 - wenn das Ergebnis größer ist als die Nachweisgrenze, wird das Ergebnis der Messung ausgedrückt als $C_A \pm u_c(C_A)$ oder $C_A \pm U$ mit dem assoziierten k -Wert.

Es können ergänzende Informationen angegeben werden, wie:

- e) die Unsicherheit kann auch als die Grenze des probabilistisch symmetrischen Überdeckungsintervalls $C_A^<C_A^>$ und/oder die Grenze des kürzesten Überdeckungsintervalls $C_A^<C_A^>$ ausgedrückt werden;
- f) Wahrscheinlichkeiten α, β und $(1 - \gamma)$;
- g) Die Erkennungsgrenze und die Nachweisgrenze;
- h) Überschreitet die Nachweisgrenze den Richtwert, ist zu dokumentieren, dass das Verfahren nicht für den Messzweck geeignet ist;
- i) Erwähnung aller relevanten Informationen, die die Ergebnisse beeinflussen könnten.

Anhang A (informativ)

Bestimmung von ^{89}Sr und ^{90}Sr durch Fällung und Proportionalzählung

A.1 Grundlage des Verfahrens

Strontium wird durch Zugabe von Salpetersäure ausgefällt. Yttrium und andere störende Elemente werden entfernt durch Fällung der Hydroxide, gefolgt durch Fällung mit Bariumchromat. Das Endprodukt ist ein Strontium-Niederschlag in Form von SrCO_3 , der mittels PC gemessen wird.

Die Masse der Prüfprobe muss die angenommene Aktivität der Probe und die gewünschte Nachweisgrenze berücksichtigen. Das im Folgenden dargestellte Verfahren ist für Proben mit einem Volumen von 2 l gegeben.

Die Nachweisgrenze liegt bei etwa $10 \text{ mBq} \cdot \text{l}^{-1}$ und $2 \text{ mBq} \cdot \text{l}^{-1}$ für ^{89}Sr bzw. ^{90}Sr , bei einem Volumen von 2 l und einer Messdauer von 60 000 s.

A.2 Chemische Reagenzien und Geräte

A.2.1 Chemische Reagenzien

Während der Analyse dürfen, sofern nicht anders angegeben, nur Reagenzien mit anerkannter analytischer Reinheit verwendet werden, sowie destilliertes oder entmineralisiertes Wasser oder Wasser gleichwertiger Reinheit.

A.2.1.1 Strontium-Trägerlösung, 40 mg ml^{-1} Sr(II) - oder ^{85}Sr -Lösung.

A.2.1.2 Ammoniak, NH_4OH , 250 g l^{-1} .

A.2.1.3 Ammoniak-Lösung, 4 mol l^{-1} .

A.2.1.4 Ammoniak-Lösung, $0,1 \text{ mol l}^{-1}$.

A.2.1.5 Salpetersäure, HNO_3 , konzentriert, $15,8 \text{ mol l}^{-1}$.

A.2.1.6 Salpetersäure, HNO_3 , 4 mol l^{-1} .

A.2.1.7 Natriumchromat, Na_2CrO_4 , $1,5 \text{ mol l}^{-1}$.

A.2.1.8 Natriumcarbonat, Na_2CO_3 .

A.2.1.9 Natriumcarbonat-Lösung, Na_2CO_3 , gesättigt.

A.2.1.10 Fe(III)-Trägerlösung, 5 mg ml^{-1} im Fe(III)-Träger.

A.2.1.11 Ba(II)-Trägerlösung, 10 mg ml^{-1} im Ba(II)-Träger.

A.2.1.12 Ammoniumacetat-Lösung, $\text{CH}_3\text{COONH}_4$, 5 g l^{-1} .

A.2.1.13 Natriumacetat und Essigsäure-Puffer, pH-Wert 5,2.

2,75 mol Natriumacetat und 1 mol Essigsäure vermischen und mit Laborwasser auf 1 l auffüllen.

A.2.1.14 ^{85}Sr -Lösung, für Tracer, falls für die Bestimmung der chemischen Ausbeute verwendet.

A.2.1.15 Wasserstoffperoxid, 60 g l^{-1} .

A.2.2 Geräte

Übliche Laborgeräte und insbesondere die Folgenden.

A.2.2.1 Filteranlage.

Die Durchmesser der Filter müssen der Filtervorrichtung und der Geometrie des verwendeten Zählers entsprechen.

A.2.2.2 Cellulose- und Glasfaserfilter.

A.2.2.3 Büchnertrichter.

A.2.2.4 Analysewaage, Fehlergrenze von 0,1 mg.

A.2.2.5 Heizplatte, mit Temperaturregelung und Magnetrührer.

A.2.2.6 pH-Messgerät.

A.2.2.7 Atomabsorptionsspektrometer (AAS) oder Atomemissionsspektrometer (ICP-AES oder ICP-MS) oder Gammastrahlenspektrometer.

A.2.2.8 Proportionalzählrohr.

A.2.2.9 Exsikkator.

A.2.2.10 Messschälchen aus Edelstahl, mit einem Durchmesser, der mit der Geometrie des Zählers kompatibel ist.

A.2.2.11 Kunststoffflaschen.

A.2.2.12 Vakuumpumpe.

A.3 Durchführung

A.3.1 Einleitung

2 l Wasserprobe filtrieren und genau etwa 1,5 ml Strontium-Träger [$40 \text{ mg ml}^{-1} \text{ Sr(II)}$] hinzugeben, wenn die chemische Ausbeute der Strontium-Extraktion durch AAS, ICP-AES oder ICP-MS bestimmt wird, oder eine genau bekannte Aktivität von ^{85}Sr hinzufügen, wenn die Ausbeute durch Gammastrahlenspektrometrie bestimmt wird.

A.3.2 Trennung von Alkalimetallen

Die Wasserprobe unter gelegentlichem Rühren 30 min erwärmen, ohne sie zum Kochen zu bringen. 1 ml konzentrierten Ammoniak und 20 g Natriumcarbonat hinzufügen.

Unter Rühren abkühlen lassen, pH-Wert auf > 9 einstellen und (mindestens) 12 h stehen lassen.

Das Maximalvolumen der Lösung dekantieren, zentrifugieren, den Überstand verwerfen, und dann den Niederschlag mit $0,1 \text{ mol l}^{-1}$ Ammoniak-Lösung spülen.

Das Zentrifugenröhrchen mit dem Niederschlag in einem Sandbad oder Ofen trocknen.

A.3.3 Trennung von Calcium

Die optimale Konzentration der Salpetersäure für die Calcium- und Strontium-Trennung liegt oberhalb von $14,6 \text{ mol l}^{-1}$.

Das Zentrifugenröhrchen mit dem Niederschlag in einem Eisbad abkühlen lassen und 45 ml der konzentrierten Salpetersäure unter Rühren hinzufügen.

30 min im Eisbad belassen.

Zentrifugieren und die Lösung verwerfen.

45 ml konzentrierte Salpetersäure zum Niederschlag hinzufügen und den Trennvorgang wiederholen.

A.3.4 Trennung von Barium, Radium und Blei

Den Niederschlag mit 10 ml Wasser auflösen.

1 ml Barium-Träger [$10 \text{ mg ml}^{-1} \text{ Ba(II)}$] hinzufügen.

4 mol l^{-1} Ammoniak-Lösung hinzugeben, um den pH-Wert auf 5,0 bis 5,5 einzustellen.

1,5 ml Puffer-Lösung mit einem pH-Wert von 5,2 hinzufügen; den pH-Wert prüfen, um sicherzustellen, dass dieser zwischen pH-Wert 5 und pH-Wert 5,5 liegt.

Die Lösung zum Kochen bringen und 0,5 ml $1,5 \text{ mol l}^{-1}$ Natriumchromat-Lösung hinzufügen.

Zum Abkühlen stehen lassen (Eisbad?), mit einem Glasfaserfilter filtrieren.

Den Niederschlag zweimal mit $5 \text{ ml } 5 \text{ g l}^{-1}$ Ammoniumacetat-Lösung spülen.

Die filtrierte Lösung auffangen und den Niederschlag verwerfen.

1 ml konzentrierten Ammoniak und 2 g bis 4 g Natriumcarbonat hinzufügen und den Niederschlag absetzen lassen.

Vorsichtig erwärmen und durch Zugabe weniger Tropfen gesättigter Natriumcarbonat-Lösung zur Lösung prüfen, dass die Fällung vollständig ist. Kommt es zu einer Fällung, mehr Natriumcarbonat hinzufügen.

Ohne zu Kochen ein paar Minuten erwärmen, abkühlen lassen und zentrifugieren. Die Lösung verwerfen.