

DIN EN ISO 13161



ICS 13.060.60; 17.240

EntwurfEinsprüche bis 2019-11-27
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 13161:2016-01

**Wasserbeschaffenheit –
Polonium-210 –
Verfahren mittels Alphaspektrometrie (ISO/DIS 13161:2019);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 13161:2019**

Water quality –
Polonium 210 –
Test method using alpha spectrometry (ISO/DIS 13161:2019);
German and English version prEN ISO 13161:2019

Qualité de l'eau –
Polonium 210 –
Méthode par spectrométrie alpha (ISO/DIS 13161:2019);
Version allemande et anglaise prEN ISO 13161:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-09-27 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 52 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 13161:2019) 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 Arbeitsausschuss NA 119-01-03-08 UA „Radioaktivitätsmessung im Wasser“ 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.

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 5667-5	siehe	DIN ISO 5667-5
ISO 5667-6	siehe	DIN EN ISO 5667-6
ISO 5667-14	siehe	DIN EN ISO 5667-14
ISO 80000-10	siehe	DIN EN ISO 80000-10
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 13161:2016-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Titel geändert;
- b) Einleitung erweitert;
- c) Spezifizierung der Wasserarten im Anwendungsbereich;
- d) Normative Verweisungen angepasst;
- e) Ergänzung einer chemischen Behandlung der Proben;
- f) Norm wurde redaktionell überarbeitet.

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 5667-6, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 6: Anleitung zur Probenahme aus Fließgewässern*

DIN EN ISO 5667-14, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 14: Anleitung zur Qualitätssicherung und Qualitätskontrolle bei der Entnahme 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 5667-5, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 5: Anleitung zur Probenahme von Trinkwasser aus Aufbereitungsanlagen und Rohrnetzsystemen*

— Leerseite —

Wasserbeschaffenheit — Polonium-210 — Verfahren mittels Alphaspektrometrie (ISO/DIS 13161:2019)

Qualité de l'eau — Polonium 210 — Méthode par spectrométrie alpha (ISO/DIS 13161:2019)

Water quality — Polonium 210 — Test method using alpha spectrometry (ISO/DIS 13161:2019)

ICS:

Deskriptoren:

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

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	3
Vorwort.....	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich.....	8
2 Normative Verweisungen.....	8
3 Begriffe, Symbole und Abkürzungen.....	9
3.1 Begriffe.....	9
3.2 Symbole und Abkürzungen.....	9
4 Grundlage des Verfahrens.....	10
4.1 Allgemeines.....	10
4.2 Behandlung.....	11
4.2.1 Behandlung für eine Deposition auf einer Scheibe.....	11
4.2.2 Behandlung für eine Fällung auf einem Filter.....	11
4.3 Prinzip der Alphaspektrometrie.....	11
5 Reagenzien und Geräte.....	12
5.1 Reagenzien.....	12
5.2 Material für Vorbereitung und Behandlung.....	13
5.3 Detektor für die Alphaspektrometrie.....	13
6 Probenahme und Proben.....	13
7 Chemische Behandlung und Depositionsvorgang.....	13
7.1 Allgemeines.....	13
7.2 Chemische Behandlung.....	14
7.2.1 Autodeposition von Polonium auf einer Scheibe.....	14
7.2.2 Mikrofällung auf einem Filter.....	15
8 Messung mittels Alphaspektrometrie.....	16
8.1 Allgemeines.....	16
8.2 Qualitätskontrolle.....	16
8.3 Messung.....	16
9 Angabe der Ergebnisse.....	17
9.1 Allgemeines.....	17
9.2 Gesamtausbeute.....	17
9.3 Aktivitätskonzentration von ^{210}Po in der Probe.....	18
9.4 Kombinierte Unsicherheiten.....	18
9.5 Erkennungsgrenze.....	19
9.6 Nachweisgrenze.....	19
9.7 Grenzen des Vertrauensintervalls.....	19
10 Analysenbericht.....	20
Anhang A (informativ) Beispiele für Depositionszellen.....	21
Anhang B (informativ) Beispiele für Spektren.....	23
Literaturhinweise.....	25

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 13161:2019) 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 13161:2015 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 13161:2019 wurde von CEN als prEN ISO 13161:2019 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, *Radiological methods*, erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 13161:2011), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

Einleitung

Radioaktivität aus verschiedenen natürlich vorkommenden und anthropogenen Quellen ist überall in der Umwelt vorhanden. So können Gewässer (z. B. oberirdische Gewässer, Grundwasser, Meerwasser) Radionuklide aus natürlichen und/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 und ^{210}Pb , können aufgrund von natürlichen Ursachen in Wasser auftreten (z. B. infolge Desorption aus dem Boden oder Auswaschung durch Regenwasser) oder sie können durch technologische Prozesse freigesetzt werden, bei denen natürlich vorkommende radioaktive Stoffe verarbeitet werden (z. B. beim Abbau und bei der Verarbeitung von Mineralsanden oder bei der Herstellung und Verwendung von Phosphatdüngern).
- Anthropogene Radionuklide, wie die Transurane (Americium, Plutonium, Neptunium, Curium), ^3H , ^{14}C , ^{90}Sr und gammastrahlende Radionuklide, können ebenfalls in natürlichen Gewässern vorkommen. Geringe Mengen dieser Radionuklide werden durch genehmigte routinemäßige Freisetzungen von am Kernbrennstoffkreislauf beteiligten Anlagen in die Umwelt abgegeben. Auch werden einige der Radionuklide, die in der Medizin und der Industrie Anwendung finden, nach ihrem Gebrauch in die Umwelt abgegeben. Außerdem sind in Gewässern anthropogene Radionuklide zu finden, die Ergebnis radioaktiver Niederschläge in der Vergangenheit sind, die durch Explosionen von Nuklearwaffen in der Atmosphäre und durch Störfälle wie in Tschernobyl und Fukushima verursacht sind.

Die Aktivitätskonzentration von Radionukliden in Gewässern kann je nach lokalen geologischen Gegebenheiten und klimatischen Bedingungen variieren und durch Freisetzungen aus kerntechnischen Anlagen während geplanter, tatsächlicher und notfallbedingter Expositionssituationen örtlich und zeitlich begrenzt erhöht sein [1]. 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 [2] und in Gewässer kontrolliert. Wasser/Trinkwasser wird nach den Empfehlungen der Weltgesundheitsorganisation (WHO) [3] auf seinen Radioaktivitätsgehalt überwacht, sodass geeignete Maßnahmen ergriffen werden können, um sicherzustellen, dass es keine negativen Auswirkungen auf die Gesundheit der Bevölkerung gibt. In Anlehnung an diese internationalen Empfehlungen legen nationale Rechtsvorschriften in der Regel zulässige Grenzwerte für Radionuklidkonzentrationen in flüssigen Einleitungen in die Umwelt und Radionuklid-Richtwerte für Gewässer und Trinkwasser in geplanten, tatsächlichen und notfallbedingten Expositionssituationen fest. Die Einhaltung dieser Grenzwerte kann anhand von Messergebnissen mit den damit verbundenen Unsicherheiten beurteilt werden, wie in ISO/IEC Guide 98-3 und ISO 5667-20 [4] angegeben.

Je nach Expositionssituation gibt es unterschiedliche Grenzwerte und Richtwerte, die Maßnahmen zur Verringerung des Gesundheitsrisikos zur Folge haben würden. So beträgt beispielsweise der Richtwert für die Aktivitätskonzentration von Polonium-210 in Trinkwasser nach den WHO-Leitlinien für eine geplante oder tatsächliche Situation $0,1 \text{ Bq l}^{-1}$.

ANMERKUNG 1 Der Richtwert ist die Aktivitätskonzentration, die bei einer Aufnahme von 2 l/d Trinkwasser über den Zeitraum von einem Jahr auftritt und zu einer effektiven Dosis von $0,1 \text{ mSv/a}$ bei Erwachsenen führt. Dies ist eine effektive Dosis, die ein sehr geringes Risiko darstellt und von der nicht erwartet wird, dass sie nachweisbare gesundheitliche Beeinträchtigungen zur Folge hat [3].

Im Falle einer nuklearen Notfallsituation darf nach den Leitlinienwerten des Codex Alimentarius der WHO [5] die Aktivitätskonzentration höher sein.

ANMERKUNG 2 Die Leitlinienwerte des Codex Alimentarius gelten für Radionuklide in für die menschliche Ernährung bestimmten Lebensmitteln, die international gehandelt werden und nach einem nuklearen oder radiologischen Notfall kontaminiert worden sind. Diese Leitlinienwerte gelten für Lebensmittel nach der Rekonstituierung bzw. im verzehrfertigen Zustand, d. h. sie gelten nicht für getrocknete oder konzentrierte Lebensmittel, und basieren auf einem Eingreifschwellewert von 1 mSv je Jahr für die allgemeine Öffentlichkeit (Kinder und Erwachsene) [5].

Daher kann das Prüfverfahren so angepasst werden, dass die charakteristischen Grenzen – Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Unsicherheiten – sicherstellen, dass die Aktivitätskonzentrationen der Radionuklide verifizierbar unterhalb der Richtwerte liegen, die von einer nationalen Behörde für geplante/tatsächliche Situationen oder für Notfallsituationen festgelegt sind [6] [7].

In der Regel können die Prüfverfahren für die Messung der Aktivitätskonzentration der Radionuklide in Abwasser vor einer Endlagerung oder in Einleitungen vor deren Freisetzung in die Umwelt angepasst werden. Die Prüfergebnisse versetzen den Betreiber der Anlage/Einrichtung in die Lage, vor der Freisetzung von Abwasser/Einleitungen zu verifizieren, dass ihre Radioaktivitätskonzentrationen nicht die zulässigen Grenzwerte überschreiten.

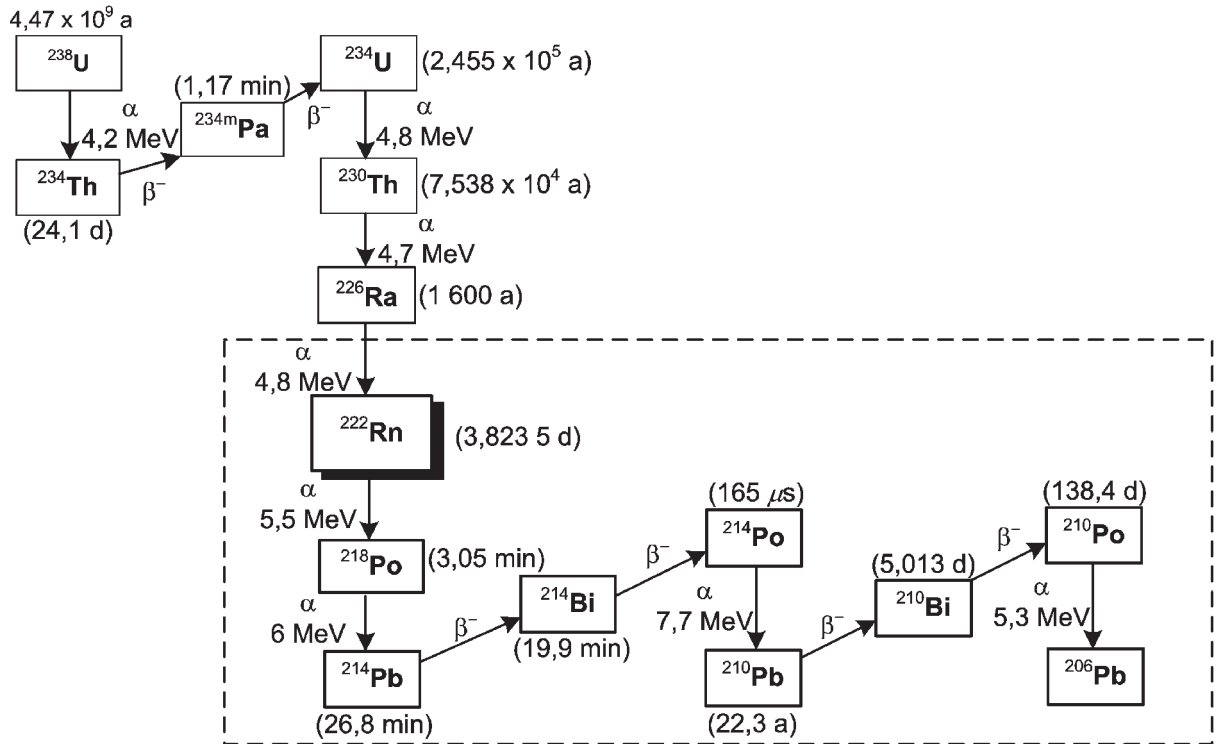
Die in diesem Dokument beschriebenen Prüfverfahren dürfen sowohl in geplanten, tatsächlichen und notfallbedingten Expositionssituationen als auch für Abwasser und Einleitungen mit besonderen Modifikationen, die die Gesamtunsicherheit, die Nachweisgrenze und den Schwellenwert erhöhen könnten, angewendet werden.

Die Prüfverfahren dürfen für Wasserproben nach geeigneter Probenahme, Probenbehandlung und Vorbereitung der Messprobe verwendet werden (siehe betreffenden Teil der Normenreihe ISO 5667).

Eine Internationale Norm für ein Prüfverfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentrationen von Polonium-210 in Wasserproben ist wichtig für Prüflaboratorien, die diese Messungen durchführen, die mitunter von nationalen Behörden gefordert werden, da diese Laboratorien möglicherweise eine besondere Akkreditierung für die Messung von Radionukliden in Trinkwasserproben erlangen müssen.

Dieses Dokument gehört zu einer Reihe von Internationalen Normen zu Prüfverfahren, die die Messung von Aktivitätskonzentrationen von Radionukliden in Wasserproben zum Gegenstand haben.

Bei Polonium-210 handelt es sich um ein natürlich vorkommendes Alpha-Strahlen emittierendes Radionuklid mit einer Halbwertszeit von 138 d. Es tritt in der natürlichen Zerfallskette von Uran-238 auf (siehe Bild 1). Es ist ein langlebiges Zerfallsprodukt von Radon-222 (in Bild 1 in dem Rahmen dargestellt) durch Blei-210 (siehe [8] bis [12]).



ANMERKUNG ^{206}Pb ist stabil.

Bild 1 — Uran-238 und seine Zerfallsprodukte

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.

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

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Messung von ^{210}Po mittels Alphaspektrometrie in allen Wasserarten fest.

Das Verfahren ist auf Messproben von Versorgungs-/Trinkwasser, Regenwasser, Oberflächen- und Grundwasser, Meerwasser sowie Kühlwasser, Prozesswasser, häusliches und gewerbliches Abwasser nach geeigneter Probenahme, Probenbehandlung und Vorbereitung der Messprobe anwendbar. Es ist eine Filtration der Messprobe notwendig.

Die Nachweisgrenze hängt von folgenden Parametern ab: Probenvolumen, verwendetes Messinstrument, Zählrate des Nulleffekts, Zählausbeute und chemische Ausbeute. Das in diesem Dokument beschriebene Verfahren hat, bei Verwendung derzeit verfügbarer Alphaspektrometer, eine Nachweisgrenze von etwa $5 \text{ mBq} \cdot \text{l}^{-1}$; diese liegt damit unter den WHO-Kriterien für den sicheren Verzehr von Trinkwasser ($100 \text{ mBq} \cdot \text{l}^{-1}$). Dieser Wert kann mit einer Messdauer von 24 h bei einem Probenvolumen von 500 ml erreicht werden.

Das in diesem Dokument beschriebene Verfahren ist in Notfallsituationen anwendbar.

Die Analyse von ^{210}Po , das an Schwebstoffen adsorbiert ist, wird durch dieses Verfahren nicht abgedeckt.

Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, die Validität dieses Prüfverfahrens für die zu prüfenden Wasserproben sicherzustellen.

Für den Fall, dass Schwebstoffe entfernt oder analysiert werden müssen, wird eine Filterung mit einer Porengröße von $0,45 \mu\text{m}$ empfohlen. Die Analyse unlöslicher Bestandteile erfordert einen Mineralisierungsschritt, der in diesem Dokument nicht behandelt wird (siehe NF M 60-790-4 [13]). In diesem Fall wird die Bestimmung mit den unterschiedlichen erhaltenen Phasen durchgeführt. Die endgültige Aktivität ist dann die Summe aller gemessenen Aktivitätskonzentrationen.

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 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

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

ISO 5667-3, *Water quality — Sampling — Part 3: Preservation and handling of water samples*

ISO 5667-10, *Water quality — Sampling — Part 10: Guidance on sampling of waste waters*

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

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

3 Begriffe, Symbole und Abkürzungen

3.1 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 80000-10 und die folgenden Begriffe.

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

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

3.1.1

zertifizierte Kalibrierlösung

Lösung einer bekannten Konzentration, die auf radioaktiv zertifizierte Primär- oder Sekundärstandard-Kalibrierlösungen rückführbar ist

3.1.2

Tracer-Lösung

üblicherweise ein Sekundärstandard- oder Kalibriermaterial, wie ^{208}Po oder ^{209}Po , zur Bestimmung der chemischen Ausbeute der Analyse

3.1.3

Qualitätskontrollstandard

radioaktive Quelle zur Darstellung, dass das verwendete Messgerät im Rahmen definierter Grenzwerte arbeitet

Anmerkung 1 zum Begriff: Eine Qualitätskontrolle wird üblicherweise durch regelmäßige Messungen einer geeigneten radioaktiven Quelle nach ISO 7870-1 [14], ISO 7870-2 [15], und ISO 7870-4 [16] durchgeführt.

3.2 Symbole und Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Symbole und Abkürzungen in ISO 80000-10 und die folgenden Symbole und Abkürzungen.

A	Aktivität des hinzugefügten Tracers	Bq
c_A	Aktivitätskonzentration von ^{210}Po	$\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$
c_A^*	Erkennungsgrenze	$\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$
$c_A^\#$	Nachweisgrenze	$\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$

$c_A^{\triangleleft}, c_A^{\triangleleft}$	untere und obere Grenze des Vertrauensbereichs	$\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$
R_c	chemische Ausbeute	1
R_T	Gesamtausbeute	1
r_0	Zählrate des Nulleffekts im interessierenden Bereich von ^{210}Po	s^{-1}
r_{0T}	Zählrate des Nulleffekts im interessierenden Bereich des Tracers	s^{-1}
r_g	Bruttozählrate der Probe im interessierenden Bereich von ^{210}Po	s^{-1}
r_T	Bruttozählrate im interessierenden Bereich des Tracers	s^{-1}
t_0	Messdauer des Nulleffekts	s
t_g	Messdauer der Probe	s
U	erweiterte Messunsicherheit nach folgender Berechnung: $U = k \cdot u(c_A)$, mit $k = 1, 2 \dots$	$\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$
$u(c_A)$	Standardunsicherheit in Bezug auf das anfängliche Messergebnis	$\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$
V	Volumen des Aliquots aus der Messprobe	l
ε	Zählausbeute	1

4 Grundlage des Verfahrens

4.1 Allgemeines

Es gibt verschiedene Techniken, um die Aktivitätskonzentration von ^{210}Po in Wasser zu messen: Alphaspektrometrie, Flüssigszintillationszählung und Alpha-Proportionalzählung. In diesem Dokument wird die Alphaspektrometrie beschrieben.

Nach der Probenahme wird die Messprobe aufgearbeitet, um eine extrem dünne Ablagerung des Poloniums auf einer Metallscheibe oder auf einem Filter zu erhalten, die mittels Alphaspektrometrie gemessen wird.

^{210}Po weist eine Halbwertszeit von $138,376 \text{ d} \pm 0,002 \text{ d}$ auf (siehe [17]).

Die Probe muss so schnell wie möglich analysiert werden, um die Aktivitätskonzentration am Tag der Probenahme zu beurteilen. Vergeht zwischen der Probenahme und der Messung zu viel Zeit, muss die gemessene Aktivitätskonzentration korrigiert werden. Dazu müssen die Aktivitätskonzentrationen von ^{210}Pb und ^{210}Bi der Probe bekannt sein, damit die Aktivitätskonzentration von ^{210}Po am Tag der Probenahme berechnet werden kann.

4.2 Behandlung

4.2.1 Behandlung für eine Deposition auf einer Scheibe

Die Hauptschritte zur Probenbehandlung sind:

- Filterung, falls erforderlich;
- Zugabe von konzentrierter Salzsäure (oder Salpetersäure) sowie eines Polonium-Tracers (^{208}Po oder ^{209}Po);

ANMERKUNG Die Polonium-Isotope ^{208}Po (5,11 MeV Alpha-Emission) oder ^{209}Po (4,88 MeV Alpha-Emission) können als Tracer verwendet werden, da die Störung bei ^{210}Po (5,31 MeV Alpha-Emission) für Quellen mit guter Auflösung (< 50 keV FWHM) minimal ist. ^{209}Po wird dabei bevorzugt, aber ^{208}Po ist ebenfalls akzeptabel.

- Zugabe eines Reduktionsmittels (z. B. Ascorbinsäure)
- spontane Ablagerung einer dünnen Schicht auf einer Metallscheibe.

Die Messung der Aktivitätskonzentration sowie die Bestimmung der Gesamtausbeute werden mittels Alphaspektrometrie durchgeführt.

4.2.2 Behandlung für eine Fällung auf einem Filter

Die Hauptschritte zur Probenbehandlung sind: [18] [19]

- Filtration;
- Zugabe von konzentrierter Salzsäure sowie eines Polonium-Tracers (^{208}Po oder ^{209}Po);

ANMERKUNG Die Polonium-Isotope ^{208}Po (5,11 MeV Alpha-Emission) oder ^{209}Po (4,88 MeV Alpha-Emission) können als Tracer verwendet werden, da die Störung bei ^{210}Po (5,31 MeV Alpha-Emission) für Quellen mit guter Auflösung (< 50 keV FWHM) minimal ist. ^{209}Po wird dabei bevorzugt, aber ^{208}Po ist ebenfalls akzeptabel.

- Eindampfen bis zur Trockne;
- Lösen mit 10 ml von 1 mol/l HCl;
- Filtrieren der Lösung;
- Zugabe eines Mitfällungsmittels (z. B. 50 µg Kupfer als Kupferchlorid);
- Mikrofällen von Polonium mit Sulfid;
- zum Filtrieren auf ein Filter geben.

Die Messung der Aktivitätskonzentration sowie die Bestimmung der Gesamtausbeute werden mittels Alphaspektrometrie durchgeführt.

4.3 Prinzip der Alphaspektrometrie

Die dünne auf der Metallscheibe oder auf einem Filter abgelagerte Schicht ermöglicht den Nachweis von Alpha-Partikeln. Die Interaktion der Alpha-Partikel und des Detektors führt zu einer Änderung der (Vor-)Spannung, die sich proportional zur Energie der Partikel verhält.

Die vom Detektor generierten elektronischen Impulse werden verstärkt und mithilfe eines Analog-Digital-Wandlers, eines Mehrkanal-Analysegeräts und nachfolgender Computerverarbeitung als Energiespektrum angezeigt. Die Spektralanzeige ermöglicht die Identifizierung der in der Quelle enthaltenen Radionuklide. Gleichzeitig gestattet die Integration der Zählimpulse die Bestimmung der Aktivitätskonzentration der Messprobe. Dabei werden auch die Zählraten des Nulleffekts bzw. die Blindwertprobe und die Gesamtausbeute berücksichtigt.

Eine Blindwertprobe sollte mit den gleichen Reagenzien durchgeführt werden. Dabei wird die Wasserprobe durch Wasser nach ISO 3696, Qualität 3 ersetzt, wie es zuvor für die Herstellung der Reagenzien ohne Tracer verwendet wurde.

Um ein angemessenes Leistungsvermögen des Detektorsystems sicherzustellen, muss ein Qualitätskontrollstandard gemessen werden.

Die chemische Ausbeute der ^{210}Po -Messung wird durch Zugabe eines radioaktiven Tracers bestimmt. Die Gesamtausbeute ist ein Produkt der chemischen Ausbeute und der Zählausbeute.

5 Reagenzien und Geräte

5.1 Reagenzien

Bei der chemischen Behandlung und der Reinigung der Metallscheibe werden nur Reagenzien mit einer anerkannten analytischen Reinheit verwendet. Außerdem werden nur Reagenzien ohne messbare ^{210}Po -Konzentration verwendet.

5.1.1 Wasser, der Qualität 3 nach ISO 3696.

5.1.2 Tracer-Lösung.

^{208}Po ($T_{1/2} = 1\,058,5\text{ d} \pm 0,7\text{ d}$) oder ^{209}Po ($T_{1/2} = 37\,300\text{ d} \pm 1\,800\text{ d}$) Tracer-Lösung mit bekannter Aktivität. Die Dotierung wird an die in der Messprobe erwartete ^{210}Po -Aktivitätskonzentration angepasst ([20] [21]).

Bei Verwendung von ^{208}Po muss dessen Zerfall berücksichtigt werden. Angaben hierzu können dem Kalibrierzertifikat entnommen werden.

ANMERKUNG Die Halbwertszeit von ^{209}Po und dessen allgemein angenommene Unsicherheit wurden unlängst untersucht. Die Ergebnisse legen eine Unsicherheit von $\pm 25\%$ statt $4,8\%$ nahe ([22]).

5.1.3 konzentrierte Salzsäure, 37 % Massenanteil, oder konzentrierte Salpetersäure.

5.1.4 verdünnte Salzsäure oder verdünnte Salpetersäure zum Einstellen des pH-Werts vor Beginn der Behandlung.

5.1.5 Ascorbinsäure (oder **Hydroxylaminhydrochlorid**).

5.1.6 Ethanol.

5.1.7 Kupferchloridlösung ($500\text{ mg} \cdot \text{l}^{-1}$ in HCl 1 % v/v).

5.1.8 Natriumsulfidlösung zum Ausfällen (10 % m/v).