DIN EN ISO 13162

ICS 13.060.60; 17.240

Einsprüche bis 2020-03-31
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 13162:2015-11

Entwurf

Wasserbeschaffenheit – Kohlenstoff-14 – Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (ISO/DIS 13162:2020); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 13162:2020

Water quality –
Carbon 14 –
Test method using liquid scintillation counting (ISO/DIS 13162:2020);
German and English version prEN ISO 13162:2020

Qualité de l'eau –
Carbone 14 –
Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide (ISO/DIS 13162:2020);
Version allemande et anglaise prEN ISO 13162:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-01-31 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 63 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 13162:2020) 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 beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Bezeichnung des Verfahrens:

Kohlenstoff-14 — Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (C 30):

Verfahren DIN EN ISO 13162 — C 30

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

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 19361	siehe	DIN EN ISO 19361 (VDE 0493-361)
ISO 80000-10	siehe	DIN EN ISO 80000-10
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 13162:2015-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

a) Einleitung aktualisiert;

b) Anwendungsbereich überarbeitet;

c) Referenzen aktualisiert;

d) Probenvorbereitung überarbeitet;

e) die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

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:

Kohlenstoff-14 — Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (C 30).

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.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

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 19361 (VDE 0493-361), *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 5667-5, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 5: Anleitung zur Probenahme von Trinkwasser aus Aufbereitungsanlagen und Rohrnetzsystemen*

DIN ISO 11929-1, *Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Überdeckungsintervalls) bei Messungen ionisierender Strahlung — Teil 1: Elementare Anwendungen*

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

– Entwurf –

CEN/TC 230

Datum: 2020-01

prEN ISO 13162:2020

CEN/TC 230

Sekretariat: DIN

Wasserbeschaffenheit — Kohlenstoff-14 — Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (ISO/DIS 13162:2020)

Qualité de l'eau — Carbone 14 — Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide (ISO/DIS 13162:2020)

Water quality — Carbon 14 — Test method using liquid scintillation counting (ISO/DIS 13162:2020)

ICS:

Deskriptoren:

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

STD Version 2.9p

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 4
Vorwort 5
Einleitung 6
1 Anwendungsbereich 8
2 Normative Verweisungen 8
3 Symbole, Begriffe, Einheiten und Abkürzungen 9
4 Grundlage des Verfahrens 10
5 Probenahme und Lagerung 10
5.1 Probenahme 10
5.2 Probenlagerung 11
6 Reagenzien und Geräte 11
6.1 Reagenzien 11
6.1.1 Referenzwasser für die Blindprobe 11
6.1.2 Lösung für die Kalibrierprobe 11
6.1.3 Szintillationslösung 12
6.1.4 Quenching-Mittel 12
6.2 Geräte 12
7 Durchführung 12
7.1 Probenvorbereitung 12
7.2 Vorbereitung der Messfläschchen 12
7.3 Zählverfahren 13
7.4 Kalibrierung und Prüfung 13
7.5 Messbedingungen 14
8 Angabe der Ergebnisse 14
8.1 Allgemeines 14
8.2 Berechnung der Aktivitätskonzentration ohne Probenvorbereitung 15
8.3 Berechnung der Aktivitätskonzentration mit Probenvorbereitung 15
8.4 Erkennungsgrenze 16
8.5 Nachweisgrenze 16
8.6 Grenzen des Überdeckungsintervalls 16
8.6.1 Grenzen des probabilistisch symmetrischen Überdeckungsintervalls 16
8.6.2 Grenzen des kürzesten Überdeckungsintervalls 17
8.7 Berechnungen unter Verwendung der massebezogenen Aktivität 17
9 Analysenbericht 17
Anhang A (informativ) Numerische Anwendungen 19
Anhang B (informativ) Verfahren mit internem Standard 21
B.1 Probenvorbereitung 21
B.2 Zählverfahren 21
B.3 Angabe der Ergebnisse 22
Anhang C (informativ) Extraktion des gesamten Kohlenstoffs durch Ausfällung von Calciumcarbonat 23

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

C.1 Grundlage des Verfahrens ... 23
C.2 Reagenzien ... 23
C.3 Geräte ... 24
C.4 Extraktion ... 24
C.4.1 Allgemeines ... 24
C.4.2 Vorbereitung der Ausfällungslösung ... 24
C.4.3 Vorbereitung der Abscheider ... 24
C.4.4 Chemische Trennung ... 24
C.4.5 Rückgewinnung von Calciumcarbonat ... 25
C.4.6 Chemische Wiederfindung ... 25
C.5 Vorbereitung der zu messenden Proben ... 25
C.5.1 Vorbereitung der Blindprobe ... 25
C.5.2 Messprobenvorbereitung ... 25
C.6 Zählverfahren ... 26

Anhang D (informativ) Extraktion des gesamten Kohlenstoffs: Absorptionszählung ... 27
D.1 Grundlage des Verfahrens ... 27
D.2 Reagenzien ... 27
D.3 Geräte ... 27
D.4 Extraktion ... 28
D.4.1 Allgemeines ... 28
D.4.2 Vorbereitung ... 28
D.4.3 Chemische Trennung ... 28
D.5 Vorbereitung der zu messenden Proben ... 29
D.5.1 Vorbereitung der Blindprobe ... 29
D.5.2 Messprobenvorbereitung ... 29
D.6 Zählverfahren ... 29
D.7 Prüfung ... 29

Literaturhinweise ... 30

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 13162:2020) 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 13162:2015 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 13162:2020 wurde von CEN als prEN ISO 13162:2020 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

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 13162:2011) [Abschnitte 1, 2, 3, 4, 6/Unterabschnitt 7.1], die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

— Einleitung erarbeitet;

— Anwendungsbereich aktualisiert;

— Verweisungen aktualisiert;

— Probenvorbereitung überarbeitet.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

Einleitung

In der Umwelt tritt Radioaktivität aus verschiedenen natürlichen und anthropogenen Quellen auf. Daher können Wasserkörper (z. B. Oberflächengewässer, Grundwasser, Meerwasser) Radionuklide aus natürlichen oder anthropogenen Quellen oder beidem enthalten:

— natürliche Radionuklide, einschließlich ^{40}K, ^{3}H, ^{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 Gewässern aufgrund natürlicher Ursachen auftreten (z. B. Desorption aus Böden und Auswaschung durch Regenwasser) oder sie können durch technologische Prozesse freigesetzt werden, bei denen natürlich auftretende radioaktive Materialien verwendet werden (z. B. Abbau und Aufbereitung von Mineralsanden oder Produktion und Anwendung von Phosphat-Düngern);

— anthropogene Radionuklide, wie die Transuran-Elemente (Americium, Plutonium, Neptunium, Curium), ^{3}H, ^{14}C, ^{90}Sr und gammastrahlende Radionuklide, können ebenfalls in natürlichen Gewässern vorkommen. Kleine Mengen dieser Radionuklide können im Zusammenhang mit behördlich genehmigten Einleitungen aus Anlagen des Kernbrennstoffkreislaufs in die Umwelt freigesetzt werden. Einige dieser Radionuklide, die für medizinische oder industrielle Anwendungen eingesetzt werden, werden nach dem Gebrauch ebenfalls in die Umwelt freigesetzt. Anthropogene Radionuklide kommen in Gewässern auch als Ergebnis früherer Kontaminationen durch Fallouts nach der Explosion von Nuklearwaffen in der Atmosphäre sowie Störfälle wie denen in Tschernobyl und Fukushima vor.

Aktivitätskonzentrationen von Radionukliden in Wasserkörpern können aufgrund lokaler geologischer und klimatischer Bedingungen variieren und können lokal und zeitweise durch Freisetzungen aus Nuklearanlagen 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 [2] und in Wasserkörper kontrolliert. 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 Einhaltung dieser Grenzwerte kann anhand von Messergebnissen und den damit verbundenen Messunsicherheiten nach den Vorgaben in ISO/IEC Guide 98-3 und ISO 5667-20 [4] beurteilt werden.

In Abhängigkeit von der Expositionssituation bestehen unterschiedliche Grenzwerte und Richtwerte, die für Maßnahmen zur Verminderung von Gesundheitsrisiken gelten. Zum Beispiel sind während einer geplanten oder bestehenden Situation die Richtwerte für Trinkwasser nach den WHO-Richtlinien 1 00 Bq l^{-1} für die ^{14}C-Aktivitätskonzentration.

ANMERKUNG 1 Der Richtwert ist die Aktivitätskonzentration, die mit der Aufnahme von 2 l/d Trinkwasser über den Zeitraum von einem Jahr zu einer effektiven Dosis von 0,1 mSv/a für die Bevölkerung führt. Dies ist eine effektive Dosis, die ein sehr geringes Risiko darstellt und voraussichtlich nicht zu nachweisbaren gesundheitsschädlichen Auswirkungen führt [3].

Im nuklearen Notfall geben die Leitlinienwerte des Codex Alimentarius der WHO [6] an, dass die Aktivitätskonzentration für ^{14}C in anderen Lebensmitteln als Säuglingsnahrung nicht mehr als 10 000 Bq l^{-1} betragen darf.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

ANMERKUNG 2 Die Leitlinienwerte des Codex Alimentarius gelten für Radionuklide in für die menschliche Ernährung bestimmte Lebensmittel, 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 Eingreifschwellenwert von 1 mSv je Jahr für die Bevölkerung (Kinder und Erwachsene) [5].

Daher kann das Prüfverfahren so angepasst werden, dass charakteristische Grenzen, Entscheidungsschwellenwert, Nachweisgrenze und Messunsicherheiten sicherstellen, dass die Aktivitätskonzentrationen der Radionuklide nachweislich unter den Richtwerten liegen, deren Einhaltung von einer nationalen Behörde in geplant/bestehenden Situationen oder in Notfallsituationen gefordert wird [6] [7].

Üblicherweise können die Prüfverfahren für die Messung der Aktivitätskonzentration der Radionuklide entweder in Abwasser vor dessen Endlagerung oder in Einleitungen vor deren Freisetzung in die Umwelt angepasst werden. Die Prüfergebnisse ermöglichen es dem Anlagebetreiber, vor der Freisetzung von Abwässern/Einleitungen zu überprüfen, dass die in ihnen enthaltenen Radioaktivitätskonzentrationen die zulässigen Grenzwerte nicht überschreiten.

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

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

Eine Internationale Norm zu einem Prüfverfahren für die ^{14}C-Aktivitätskonzentrationen in Wasserproben ist für Prüflabore gerechtfertigt, die diese, in einigen Fällen von nationalen Behörden geforderten, Messungen durchführen, da die 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.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

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 Anwenders, geeignete Verhaltensregeln zur Sicherheit und Gesundheit festzulegen.

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

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Messung der ^{14}C-Aktivitätskonzentration in allen Arten von Wasserproben mittels Flüssigszintillationszähler fest, entweder direkt an der Messprobe oder nach einer chemischen Trennung.

Dieses Verfahren ist auf Messproben von Versorgungs-/Trinkwasser, Regenwasser, Oberflächen- und Grundwasser, Meerwasser sowie Kühlwasser, Prozesswasser, häusliches und gewerbliches Abwasser anwendbar.

Die Nachweisgrenze hängt vom Probenvolumen, dem eingesetzten Messgerät, der Messdauer der Probe, der Zählrate des Nulleffekts, der Zählausbeute und der chemischen Wiederfindung ab. Das in diesem Dokument beschriebene Verfahren hat, bei Verwendung der derzeit verfügbaren Flüssigszintillationszähler und unter geeigneten technischen Bedingungen, eine Nachweisgrenze von nur 1 Bq l^{-1}, was unter den WHO-Kriterien für den sicheren Verzehr von Trinkwasser (100 Bq l^{-1}) liegt. ^{14}C-Aktivitätskonzentrationen können ohne Probenverdünnung bis 10^6 Bq l^{-1} gemessen werden.

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

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 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 coverage interval) for measurements of ionizing radiation — Fundamentals and application —Part 1: Elementary applications*

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

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

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

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

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

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

3 Symbole, Begriffe, Einheiten und Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe, Symbole und Abkürzungen nach ISO/IEC Guide 99:2007, ISO/IEC Guide 98-3:2008, ISO 80000-10 und die folgenden.

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 https://www.iso.org/obp

β_{max}	Maximalenergie für die Beta-Emission, in keV	keV
V	Volumen der Laborprobe, in Liter	l
m	Masse der Laborprobe, in Kilogramm	kg
ρ	Dichte der Probe, in Kilogramm je Liter	kg l^{-1}
c_A	Aktivitätskonzentration, in Becquerel je Liter	Bq l^{-1}
a	Aktivität je Masseneinheit, in Becquerel je Kilogramm	Bq kg^{-1}
A	Aktivität der Kalibrierprobe, in Becquerel	Bq
n	Anzahl der Zählungen	-
t_0	Messdauer des Nulleffekts, in Sekunden	s
t_g	Messdauer der Probe, in Sekunden	s
t_s	Messdauer der Kalibrierung, in Sekunden	s
r_0	Zählrate des Nulleffekts, je Sekunde	s^{-1}
r_g	Zählrate der Messprobe, je Sekunde	s^{-1}
r_s	Zählrate der Kalibrierung, je Sekunde	s^{-1}
ε	Zählausbeute	-
f_q	Quenchfaktor	-
ε_p	chemische Wiederfindung	-
m_{TC}	Masse des Gesamtkohlenstoffs in der Probe, in Kilogramm	kg
m_{PC}	Masse des Kohlenstoffs im Niederschlag, in Kilogramm	kg
m_{CC}	Masse des Kohlenstoffs im Träger, in Kilogramm	kg
m_{SC}	Masse des Probenkohlenstoffs im Niederschlag, in Kilogramm	kg
$u(c_A)$	Standardunsicherheit in Bezug auf das Messergebnis; in Becquerel je Liter	Bq l^{-1}
U	erweiterte Unsicherheit, berechnet durch $U = k \cdot u(c_A)$ mit $k = 1, 2,...$, in Becquerel je Liter	Bq l^{-1}
c_A^*	Erkennungsgrenze, in Becquerel je Liter	Bq l^{-1}
$c_A^\#$	Nachweisgrenze, in Becquerel je Liter	Bq l^{-1}
$C_A^\triangleleft, C_A^\triangleright$	untere und obere Grenzen des probabilistisch symmetrischen Überdeckungsintervalls, in Becquerel je Liter	Bq l^{-1}
$c_A^\triangleleft, c_A^\triangleright$	untere und obere Grenzen des kürzesten Überdeckungsintervalls, in Becquerel je Liter	Bq l^{-1}

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

4 Grundlage des Verfahrens

Das beschriebene Verfahren dient der Messung von ^{14}C in Wasserproben durch direkte Flüssigszintillationszählung. Die allgemeinen Grundlagen dieses Verfahrens sind in ISO 19361 beschrieben.

Diese Direktbestimmung ist bei der Analyse von Wasserproben anwendbar, die eine homogene Mischung zwischen der Prüfmenge und einem geeigneten Szintillationscocktail ergeben können.

Das direkte Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (LSC, en: liquid scintillation counting) ist nicht anwendbar für Gewässer, die Mizellen oder große organische Moleküle (z. B. Lipide, Fulvinsäure, Huminsäure usw.) enthalten, die mit Szintillationscocktails keine homogene Mischung bilden. In diesen Fällen besteht ein Risiko, dass die Betastrahlung durch die Mizellen abgeschwächt wird. Dadurch wird die Zählausbeute des Systems verringert, so dass die Ergebnisse möglicherweise unterschätzt werden können. Für diese Proben erfordert die Bestimmung von ^{14}C eine zusätzliche chemische Aufarbeitung (z. B. chemische Oxidation oder Verbrennung). Beispiele für Verfahren zur chemischen Aufarbeitung sind in Anhang C und Anhang D beschrieben.

Die Auswahl des analytischen Verfahrens (entweder mit oder ohne chemische Aufarbeitung der Wasserprobe vor der Bestimmung) hängt vom Ziel der Messung sowie von den Eigenschaften der Probe ab [17] [18] [19] [20].

Eine Vorbedingung für die Direktbestimmung von ^{14}C in einer Wasserprobe ist das Fehlen oder ein nur geringfügiger Teil an anderen Betastrahlen emittierenden Radionukliden, wie beispielsweise ^{90}Sr- und Ra-Isotopen. Falls der Radionuklidanteil einer Probe unbekannt ist, gibt dieses Dokument nur ein Verfahren zur Bestimmung der ^{14}C-Äquivalenzaktivität der Probe an.

Zur Bestimmung der Zählrate des Nulleffekts wird eine Blindprobe in gleicher Weise aufbereitet wie die Prüfmenge. Die Blindprobe wird mit Referenzwasser der niedrigsten verfügbaren Aktivität vorbereitet. Dieses Wasser wird manchmal auch als „totes Wasser“ bezeichnet.

Zur Bestimmung der Zählausbeute ist es notwendig, eine Wasserprobe mit einer bekannten ^{14}C-Aktivität unter identischen Bedingungen wie die der Messprobe zu messen. Dieses Wasser muss eine Verdünnung dieser Mischung sein, die mit dem Referenzwasser hergestellt wurde, oder ein Wasser mit einer rückführbaren ^{14}C-Aktivität, das ohne Verdünnung verwendet werden kann.

Wenn chemisches Quenching die Messergebnisse beeinflussen kann, ist es notwendig, die Zähldaten anhand einer Quenchkurve zu korrigieren (siehe 7.4).

5 Probenahme und Lagerung

5.1 Probenahme

Bedingungen der Probenahme und der Handhabung müssen ISO 5667, Teil 1, Teil 3 und Teil 10, entsprechen. Richtlinien für die verschiedenen Wasserarten sind in den Verweisungen [8] bis [15] angegeben.

Wie in ISO 5667-3 angegeben, dürfen die Proben nicht mit Säure versetzt werden, damit das Carbonatgleichgewicht (CO_3^{2-}, HCO_3^-, H_2CO_3) nicht zerstört wird. Eine Alkalisierung der Probe wird empfohlen, beispielsweise auf einen pH-Wert zwischen 8 und 9.

Es ist wichtig, dass das Labor eine repräsentative und durch Transport oder Lagerung unveränderte Probe in einem unbeschädigten Behälter erhält. Es wird empfohlen, dass ein vollständig gefüllter Glasbehälter verwendet wird, um den ^{14}C-Austausch mit dem in der Atmosphäre enthaltenen CO_2 so gering wie möglich zu halten.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

Für Messungen geringer Aktivitäten ist es wichtig, bei der Probenahme jeden Kontakt zwischen der Probe und der Atmosphäre so gering wie möglich zu halten.

5.2 Probenlagerung

Falls erforderlich, sind Proben nach den Angaben in ISO 5667-3 zu Kohlendioxid zu lagern. Sofern die Lagerdauer die Angaben nach ISO 5667-3 überschreitet, wird empfohlen, die Proben in Glasbehältern zu lagern.

6 Reagenzien und Geräte

Während der Analyse nur Reagenzien des Reinheitsgrades „zur Analyse“ verwenden, sofern nicht anders angegeben.

6.1 Reagenzien

6.1.1 Referenzwasser für die Blindprobe

Das für die Blindprobe verwendete Wasser sollte möglichst frei von chemischen oder radioaktiven Verunreinigungen sein, obwohl es zum Zeitpunkt der Probenmessung eine geringe ^{14}C-Aktivitätskonzentration aufweisen darf.

Beispielsweise Wasser mit einer möglichst geringen ^{14}C-Aktivitätskonzentration verwenden, z. B. Grundwasser aus großen Tiefen. Das Wasser destillieren. Das Destillat in gut verschlossenen Borosilikatglasflaschen lichtgeschützt bei möglichst gleichbleibender Temperatur aufbewahren. Dieses Referenzwasser muss von ^{14}C enthaltenden Materialien (siehe nächster Absatz) räumlich getrennt gelagert werden. In diesem Wasser die Aktivitätskonzentration von ^{14}C in Becquerel je Liter bestimmen (siehe letzter Absatz) und das Datum der Bestimmung aufzeichnen.

Es wird empfohlen, eine geeignete Menge an Referenzwasser vorrätig zu halten und daraus nach Bedarf die unmittelbar benötigten Mengen zu entnehmen. Eine Verunreinigung mit ^{14}C (z. B. durch CO_2 in der Umgebungsluft) oder anderen radioaktiven Spezies sollte vermieden werden.

Zur Messung der Aktivitätskonzentration von etwa $1\ Bq\ l^{-1}$ ist Wasser mit einer sehr niedrigen Aktivitätskonzentration als Referenzwasser erforderlich.

6.1.2 Lösung für die Kalibrierprobe

Zur Vermeidung einer Querkontamination ist die Lösung für die Kalibrierprobe in einem geeigneten Raum herzustellen, der von dem Raum, in dem die ^{14}C-Analysen durchgeführt werden, angemessen weit entfernt liegt. Eine bekannte Menge einer wässrigen ^{14}C-Standardlösung wird in einen Messkolben (mit einem Volumen von beispielsweise 100 ml) übertragen. Mit dem Referenzwasser für die Blindprobe bis zur Markierung auffüllen und gut vermischen. Die Lösung für die Kalibrierprobe muss eine ausreichende ^{14}C-Aktivität aufweisen, so dass bei der Verwendung zur Herstellung von Zählquellen eine geeignete Zählrate erhalten wird, um die erforderliche Messungenauigkeit zu erreichen. Die ^{14}C-Aktivitätskonzentration der sich ergebenden Lösung für die Kalibrierprobe in Becquerel je Liter berechnen. Das Datum, an dem die Standardlösung hergestellt wurde, aufzeichnen, um die Alterung der Lösung zu überwachen.

Es wird empfohlen, die Behältergröße der Standardprobe so zu wählen, dass das Luftvolumen über der Lösung und damit der Austausch von ^{14}C mit der Atmosphäre bei jeder Öffnung des Behälters so gering wie möglich gehalten wird.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

6.1.3 Szintillationslösung

Der Szintillationscocktail wird nach den Eigenschaften der zu analysierenden Messprobe (z. B. präzipitiert oder alkalisch) und den Merkmalen der Messgeräte [21] [22] ausgewählt.

Es wird empfohlen, einen hydrophilen Szintillationscocktail für die direkte Messung von Umweltwasser oder Abwasser zu verwenden.

Die Eigenschaften des Szintillationscocktails müssen sicherstellen, dass die Mischung beim gegebenen Mischungsverhältnis und bei der Temperatur des Zählsystems homogen und stabil ist.

Für eine direkte Messung von Rohwasser mit suspendierten Schwebstoffen wird die Verwendung eines Szintillationscocktails empfohlen, der eine gelartige Mischung ergibt.

Es wird empfohlen:

— den Szintillationscocktail lichtgeschützt aufzubewahren und insbesondere unmittelbar vor der Zählung direkte Sonneneinstrahlung oder fluoreszierendes Licht zu vermeiden, damit keine störenden Lumineszenzen auftreten; und

— die vom Lieferanten des Szintillationscocktails angegebenen Lagerbedingungen einzuhalten.

Die zur Prüfung eingesetzten Mischungen von Szintillationscocktail und Messprobe sollten als Chemieabfälle entsorgt werden. Je nach Radioaktivitätswerten könnte sogar eine Entsorgung nach den Vorschriften für radioaktives Material erforderlich sein.

6.1.4 Quenching-Mittel

Beispiele für chemische Quenching-Mittel (nicht säurehaltig): chlororganische Verbindungen, Nitromethan.

ANMERKUNG Einige Quenching-Mittel sind gefährlich oder giftig.

6.2 Geräte

Es sind die in ISO 19361 beschriebenen Geräte zu verwenden.

7 Durchführung

7.1 Probenvorbereitung

Für die Direktbestimmung von ^{14}C in einer Rohwasserprobe erfolgt die Messung der Messprobe normalerweise ohne vorherige Entfernung enthaltener Schwebstoffe, sofern in der Probe nur geringe Mengen solcher Stoffe enthalten sind. Falls die Aktivität einer gefilterten oder zentrifugierten Probe gemessen werden soll, so müssen die Schwebstoffe möglichst schnell nach der Probenahme entfernt werden.

Für die Messung von stark alkalischen Proben (pH-Wert über 9) mit einer geringen ^{14}C-Aktivität ist der Kohlenstoff aus der Probe zu extrahieren (siehe z. B. Anhang C).

7.2 Vorbereitung der Messfläschchen

Bekannte Mengen der Messprobe und des Szintillationscocktails werden in ein Messfläschchen übertragen.

Nach dem Verschließen des Fläschchens gründlich schütteln, um eine homogene Mischung zu erhalten.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

Die Bezeichnung der Probe muss oben auf der Verschlusskappe des Fläschchens angegeben werden. Vor dem Zählen kann eine Lagerung der Probe möglicherweise erforderlich sein, damit Auswirkungen einer Photolumineszenz oder statischen Elektrizität abklingen können. Die Lagerzeit hängt von der Szintillationsmischung, der Stabilität der Mischung und der Art der Probe ab. Es wird empfohlen, die Messung durchzuführen, sobald alle Auswirkungen einer Photolumineszenz oder statischer Elektrizität vernachlässigbar geworden sind (z. B. nach 12 h).

Zur Verringerung von Auswirkungen durch Photolumineszenz wird empfohlen, die zuvor genannten Arbeitsschritte bei gedämpftem Licht durchzuführen (vorzugsweise Licht von einer Glühlampe oder rotes Licht). Außerdem sollte eine direkte Sonneneinstrahlung oder fluoreszierendes Licht vermieden werden.

7.3 Zählverfahren

Die Messbedingungen für die Messprobe und den Nulleffekt (Messdauer, Anzahl der Messzyklen oder Wiederholungen) werden anhand der Messunsicherheiten und der zu erreichenden Nachweisgrenze festgelegt.

7.4 Kalibrierung und Prüfung

Die statistische Prüfung des Bestimmungssystems muss anhand von Messungen von Referenzfläschchen (z. B. flammenversiegelte Fläschchen für die Zählrate des Nulleffekts, Überwachung der ^{3}H-Effizienz und ^{14}C-Effizienz) überwacht werden. Diese werden für gewöhnlich vom Gerätezulieferer bereitgestellt. Regelkarten können nach ISO 7870-2 [16] erstellt werden.

Die Messung des Referenzwassers für die Blindprobe wird vor jeder Analyse oder jeder Messreihe unter den repräsentativen Bedingungen jedes einzelnen Messtyps durchgeführt (Abschnitt 4).

Es ist von grundlegender Bedeutung, für jede gemessene Matrix eine Quenchkurve zu erstellen. Die Quenchkurve gilt nur für:

— einen bestimmen Messgerätetyp;

— einen bestimmen Szintillationscocktail;

— ein bestimmtes Verhältnis von Messprobe zu Szintillationscocktail;

— ein bestimmtes Energiefenster;

— eine bestimmte Matrix, z. B. Wasser, Niederschlag, absorbiertes CO_2, Na_2CO_3-Lösung usw.

Die Quenchkurve wird mithilfe einer Reihe von Arbeitsstandards (z. B. 10) ermittelt, die unterschiedliche Grade von Quenchzuständen darstellen. Die Matrix der Arbeitsstandards entspricht der Matrix der zu messenden Messproben (gleiche Szintillationsflüssigkeit, gleiches Verhältnis von Szintillationsflüssigkeit zu Messprobe). Die Arbeitsstandards dürfen wie folgt hergestellt werden:

— es wird eine ähnliche Menge des 14C-Standards (z. B. Wasserlösung, Niederschlag, Na_2CO_3-Lösung usw.) in jedes Fläschchen gegeben. Die Aktivität des Standards muss für die Zählrate ausreichend sein, um auch bei einem starken Quenchzustand eine bekannte statistische Genauigkeit zu erreichen;

— Referenzwasser für die Blindprobe hinzugeben, bis das gewünschte Volumen erreicht ist;

— den Szintillationscocktail hinzufügen, um das gewünschte Verhältnis zu erhalten;

— wenigstens einen Arbeitsstandard ohne Zugabe von Quenching-Mitteln verwenden. Den anderen Arbeitsstandards stufenweise mehr Quench-Mittel einfüllen, um den erwarteten Bereich von Quenchzuständen in den zu messenden Proben zu simulieren.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

Die Standards werden mittels Flüssigszintillationszähler gezählt, um die Netto-Zählrate von ^{14}C in dem Zählfenster zu bestimmen, das für die Messproben verwendet wird. Die Zählausbeute (ε_q) bei Quenchwert Q wird für jedes Fläschchen berechnet. Der Quenchparameter, Q, wird vom Spektrometer erzeugt. Es wird f_q für jeden gequenchten Standard berechnet

$$f_q = \frac{\varepsilon_q}{\varepsilon}$$

Dabei ist ε die Zählausbeute im ungequenchten Fläschchen.

Die Quenchkurve wird durch Auftragen eines Graphen erstellt, der Q und f_q mit einer polynomialen Regressionskurve in Zusammenhang bringt. Der Quenchfaktor f_q der Messprobe kann dann durch Interpolation aus dessen Quenchparameter ermittelt werden.

Bei hochaktiven und hochge quenchten Proben oder Farb-Quench-Proben ist unter Umständen die Anwendung eines Verfahrens mit internem Standard hilfreich, siehe Anhang B.

7.5 Messbedingungen

Der verwendete Raum muss für das Zählgerät und die Aktivitätsgrade der Proben geeignet sein.

Die Messung wird mit einem Energiefenster durchgeführt, das zwischen der oberen Energiegrenze, in der das Tritium nachgewiesen wird, und β_{max} von ^{14}C (156 keV) liegt. Es wird empfohlen, die Diskriminatoren der Energiefenster so einzustellen, dass der Bewertungsfaktor (ε^2/r_0) optimal ist.

Das Vorhandensein anderer Radionuklide kann durch Beobachtung der Zählrate im gesamten Energiefenster überwacht werden, also 0 keV bis 2 000 keV.

Um die statistische Verteilung der Zähldaten zu prüfen, wird bei hochaktiven Proben empfohlen, zunächst die erste Probe mehrmals hintereinander zu zählen (Anzahl der Wiederholungen). Danach folgt die zweite Probe in gleicher Weise usw.

Für die Messung niedriger Aktivitäten wird empfohlen, die Zählung der Proben sequentiell durchzuführen: Alle Proben werden dabei je einmal gezählt, danach folgt ein zweiter Zählzyklus usw.

Die sequentielle Zählung ermöglicht die Bestimmung von zufälligen oder vorübergehenden Störungen (Lumineszenz, statische Elektrizität), die das Messgerät nicht automatisch korrigieren kann. Außerdem können auf diese Weise jegliche mit der Umgebung des Messgeräts im Zusammenhang stehende Störungen, ob einmalig oder zyklisch auftretend (z. B. Wechsel von Tag und Nacht), berücksichtigt werden.

8 Angabe der Ergebnisse

8.1 Allgemeines

Für die Messung von ^{14}C müssen nur die Unsicherheiten der folgenden Parameter berücksichtigt werden:

a) Zählunsicherheiten für die Probe und Nulleffektfläschchen;

b) Zählausbeute im berücksichtigten Energiefenster für einen bestimmten Anzeigeparameter des Quenchzustands;

c) Quenchparameter;

d) Volumen oder Masse der Messprobe;

e) chemische Wiederfindung.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03

Als eine erste Näherung können die anderen Unsicherheiten vernachlässigt werden (Volumen oder Masse des Szintillationscocktails, Messdauer usw.). Ein Berechnungsbeispiel kann Anhang A entnommen werden.

8.2 Berechnung der Aktivitätskonzentration ohne Probenvorbereitung

Die Berechnung der Aktivitätskonzentration durch direkte Flüssigszintillationszählung ist in ISO 19361 beschrieben.

8.3 Berechnung der Aktivitätskonzentration mit Probenvorbereitung

Die verwendeten Symbole können Abschnitt 3 entnommen werden.

Die Aktivitätskonzentration von ^{14}C in der Probe wird anhand von Gleichung (1) berechnet:

$$c_A = \frac{r_g - r_0}{V} \frac{1}{\varepsilon f_q \varepsilon_p} = (r_g - r_0)\, w \tag{1}$$

Dabei ist

$$w = \frac{1}{V \varepsilon f_q \varepsilon_p} \text{ und}$$

$$\varepsilon = \frac{r_s - r_0}{A}$$

Die kombinierte Unsicherheit wird wie folgt berechnet:

$$u(c_A) = \sqrt{w^2 \left[u^2(r_g) + u^2(r_0)\right] + c_A^2\, u_{rel}^2(w)} = \sqrt{w^2 \left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}\right) + c_A^2\, u_{rel}^2(w)} \tag{2}$$

$$u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2(\varepsilon) + u_{rel}^2(V) + u_{rel}^2(f_q) + u_{rel}^2(\varepsilon_p) \tag{3}$$

und die relative Standardunsicherheit von ε für jeden Quenchwert wird mithilfe von Gleichung (4) berechnet:

$$u_{rel}^2(\varepsilon) = u_{rel}^2(r_s - r_0) + u_{rel}^2(A) = \frac{(r_s / t_s) + (r_0 / t_0)}{(r_s - r_0)^2} + u_{rel}^2(A) \tag{4}$$

Sämtliche Unsicherheiten hinsichtlich der Kalibrierprobe sind in $u_{rel}^2(A)$ enthalten, also sowohl die der Standardlösung als auch die der Vorbereitung der Kalibrierprobe.

Der Ausdruck $u_{rel}^2(f_q)$ hängt vom mathematischen Modell ab, mit dem die Quenchkurve angepasst wird.

Der Ausdruck $u_{rel}^2(\varepsilon_p)$ hängt von der Art der Vorbereitung ab, mit der das Material zählbar gemacht wird.

Zur Berechnung der charakteristischen Grenzen nach ISO 11929 ist $\tilde{u}(\tilde{c}_A)$ erforderlich, d. h. die Standardunsicherheit von c_A als Funktion des tatsächlichen Werts, dessen Berechnung nach Gleichung (5) erfolgt:

$$\tilde{u}(\tilde{c}_A) = \sqrt{w^2 \cdot \left((\tilde{c}_A / w + r_0)/t_g + r_0/t_0\right) + \tilde{c}_A^2 u_{rel}^2(w)} \tag{5}$$

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13162:2020-03