

DIN EN ISO 13163



ICS 13.060.60; 17.240

Einsprüche bis 2019-01-16

Entwurf**Wasserbeschaffenheit –****Blei-210 –****Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (ISO 13163:2013);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 13163:2018**

Water quality –

Lead-210 –

Test method using liquid scintillation counting (ISO 13163:2013);

German and English version prEN ISO 13163:2018

Qualité de l'eau –

Plomb 210 –

Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide (ISO 13163:2013);

Version allemande et anglaise prEN ISO 13163:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-11-16 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, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

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

Gesamtumfang 50 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 13163:2013 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 13163:2018 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, 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:

Blei-210 — Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler:

Verfahren DIN EN ISO 13163

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 6107-2	siehe	DIN ISO 6107-2
ISO 11885	siehe	DIN EN ISO 11885
ISO 11929	siehe	DIN ISO 11929
ISO 15586	siehe	DIN EN ISO 15586
ISO 17294-2	siehe	DIN EN ISO 17294-2
ISO 18589-2	siehe	DIN EN ISO 18589-2 (VDE 0493-4-5892)
ISO 80000-10	siehe	DIN EN ISO 80000-10
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

Die vorliegende Norm enthält das vom 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:

Blei-210 — Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler.

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 (Hausanschrift: Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin), Auskunft.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 5667-1, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Erstellung von Probenahme-programmen und Probenahmetechniken*

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Konservierung und Handhabung von Wasserproben*

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

DIN EN ISO 11885, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES)*

DIN EN ISO 15586, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptions-spektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren*

DIN EN ISO 17294-2, *Wasserbeschaffenheit — Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) — Teil 2: Bestimmung von ausgewählten Elementen einschließlich Uran-Isotope*

DIN EN ISO 18589-2 (VDE 0493-4-5892), *Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt — Erdboden — Teil 2: Leitlinie für die Auswahl der Probenahmestrategie, Probenahme und Vorbehandlung der Proben*

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 6107-2, *Wasserbeschaffenheit — Wörterbuch — Teil 2*

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

Wasserbeschaffenheit — Blei-210 — Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (ISO 13163:2013)

Qualité de l'eau — Plomb 210 — Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide (ISO 13163:2013)

Water quality — Lead-210 — Test method using liquid scintillation counting (ISO 13163:2013)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Symbole	7
4 Kurzbeschreibung Grundlage des Verfahrens	8
5 Reagenzien und Geräte	9
5.1 Reagenzien	9
5.2 Geräte	10
6 Probenahme und Lagerung	10
6.1 Probenahme	10
6.2 Lagerung der Probe	10
7 Durchführung	10
7.1 Probenvorbereitung	11
7.2 Vorkonzentrierung	11
7.3 Trennung von ^{210}Pb	12
7.3.1 Allgemeines	12
7.3.2 Verfahren 1	12
7.3.3 Verfahren 2	13
7.3.4 Vorbereitung für die Zählung und die Bestimmung der chemischen Ausbeute	14
7.4 Messung	14
7.4.1 Kalibrierung	14
7.4.2 Flüssigszintillationszählung	15
8 Qualitätssicherungs- und Qualitätskontrollprogramm	15
8.1 Allgemeines	15
8.2 Einflussgrößen	15
8.3 Überprüfung der Geräte	16
8.4 Verunreinigung	16
8.5 Überprüfung des Verfahrens	16
8.6 Nachweis der Eignung der analysierenden Person	16
9 Angabe der Ergebnisse	16
9.1 Allgemeines	16
9.2 Bestimmung der Ausbeute	17
9.3 Berechnung der Aktivitätskonzentration	17
9.4 Erkennungsgrenze	19
9.5 Nachweisgrenze	19
9.6 Grenzen des Vertrauensintervalls	19
10 Analysenbericht	20
Anhang A (informativ) Beispiele für Spektren	21
Literaturhinweise	23

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 13163:2013 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 13163:2018 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 13163:2013 wurde von CEN als prEN ISO 13163:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees 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 Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen 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. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien 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 empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 147, *Water quality*, Unterkomitee SC 3, *Radioactivity measurements*.

Einleitung

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

- natürliche Radionuklide, einschließlich Kalium-40, und solche aus der Thorium- und Uran-Zerfallsreihe, insbesondere Radium-226, Radium-228, Uran-234, Uran-238 und Blei-210, können in Wässern aufgrund natürlicher Ursachen auftreten (z. B. Desorption aus Böden und Auswaschung durch Regenwasser) oder 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), Tritium, Kohlenstoff-14, Strontium-90 und gammastrahlende Radionuklide, können ebenfalls in natürlichen Wässern als Ergebnis genehmigter routinemäßiger Freisetzung geringer Umfänge in die Umwelt über Einleitungen aus Einrichtungen zur Gewinnung nuklearer Energie vorkommen. Radionuklide werden ebenfalls infolge ihrer medizinischen und industriellen Anwendung in ungekapselter Form in die Umwelt freigesetzt. Sie werden im Wasser auch als Ergebnis einer Kontamination durch Fallout aus der Explosion von Nuklearwaffen in der Atmosphäre und Störfällen, wie solchen, zu denen es in Tschernobyl und Fukushima gekommen ist, gefunden.

Trinkwasser kann daher Radionuklide in Aktivitätskonzentrationen enthalten, die ein Risiko für die menschliche Gesundheit darstellen könnten. Um die Beschaffenheit von Trinkwasser (einschließlich Mineralwässern und Quellwässern) hinsichtlich seines Gehalts an Radionukliden zu beurteilen und einen Leitfaden zur Minderung der Gesundheitsrisiken durch Maßnahmen zur Reduktion der Radionuklidkonzentrationen geben zu können, werden Wasserressourcen (Grundwasser, Fluss-, See-, Meerwasser usw.) und Trinkwasser auf ihren Gehalt an Radioaktivität überwacht, wie von der World Health Organization (WHO) empfohlen und von einigen nationalen Behörden gefordert.

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

Die Blei-210-Aktivitätskonzentration kann je nach lokalen geologischen und klimatischen Bedingungen unterschiedlich sein und schwankt üblicherweise zwischen $2 \text{ mBq} \cdot \text{l}^{-1}$ und $300 \text{ mBq} \cdot \text{l}^{-1}$ (Verweise [12] [13]). Der Richtwert für Blei-210 in Trinkwasser beträgt nach Empfehlung der WHO $100 \text{ mBq} \cdot \text{l}^{-1}$ (Verweisung [14]).

ANMERKUNG Der Richtwert ist die Aktivitätskonzentration, die mit der Aufnahme von $2 \text{ l} \cdot \text{Tag}^{-1}$ Trinkwasser über den Zeitraum von einem Jahr auftritt und zu einer effektiven Dosis von $0,1 \text{ mSv} \cdot \text{Jahr}^{-1}$ bei Erwachsenen führt; dies ist eine effektive Dosis, von der keine nachweisbaren negativen gesundheitlichen Wirkungen erwartet werden.

WARNUNG — Anwender von ISO 13163 sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. ISO 13163 gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Arbeitsgebers, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

WICHTIG — Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach ISO 13163 Fachleute einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

ISO 13163 legt die Bestimmung der Blei-210(^{210}Pb)-Aktivitätskonzentration in Proben aller Wasserarten mit dem Flüssigszintillationszähler (LSC) fest. Im Fall von Roh- und Trinkwasser sollte die Probe entgast werden, um den Einwuchs von ^{210}Pb aus Radon-222 (^{222}Rn) auf ein Minimum zu beschränken.

Bei Verwendung der derzeit verfügbaren Flüssigszintillationszähler können mit diesem Prüfverfahren die ^{210}Pb -Aktivitätskonzentrationen im Bereich von $20 \text{ mBq} \cdot \text{l}^{-1}$ (oder darunter) bis $50 \text{ mBq} \cdot \text{l}^{-1}$ gemessen werden. Diese Werte lassen sich bei einer Messdauer zwischen 180 min und 720 min bei einem Probenvolumen von 0,5 l bis 1,5 l erreichen.

Höhere ^{210}Pb -Aktivitätskonzentrationen können entweder durch Verdünnen der Probe oder Verwenden kleinerer Probenaliquote oder beides gemessen werden.

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

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

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

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

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

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

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

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

3 Symbole

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Symbole und Bezeichnungen nach ISO 80000-10, ISO 11929, ISO/IEC Guide 98-3 und ISO/IEC Guide 99 sowie die folgenden Symbole und Bezeichnungen.

C_{coeff}	Koeffizient des Einwuchses von ^{210}Bi zum Gleichgewicht in der Probe zwischen dem Ende der Bismut-Elution und dem Zeitpunkt der Zählung
c_A	Aktivitätskonzentration in der Probe, in Becquerel je Liter
c_{A0}	Aktivitätskonzentration des Standards, in Becquerel je Liter
c_A^*	Erkennungsgrenze, in Becquerel je Liter
$c_A^\#$	Nachweisgrenze, in Becquerel je Liter
$c_A^{\triangleleft}, c_A^{\triangleright}$	untere und obere Grenze des Vertrauensintervalls, in Becquerel je Liter
R_c	chemische Ausbeute
r_b	Zählrate der Reagenzienblindprobe, in reziproker Sekunde
r_g	Zählrate der Probe, in reziproker Sekunde
r_s	Zählrate der Kalibrierprobe, in reziproker Sekunde
r_0	Zählrate der Nulleffektprobe, in reziproker Sekunde
S1	eluierte, Blei enthaltende Lösung
t_g	Messdauer der Probe, in Sekunde
t_s	Messdauer der Kalibrierprobe, in Sekunde
t_0	Messdauer der Nulleffektprobe, in Sekunde
U	erweiterte Messunsicherheit nach folgender Berechnung: $U = ku(c_A)$ mit $k = 1, 2 \dots$, in Becquerel je Liter
$u(c_A)$	mit dem Messergebnis verbundene Standardunsicherheit, in Becquerel je Liter
V	Volumen der eluierten Phase, in Liter
V_e	Gesamtvolumen der Prüfprobe mitsamt Träger, in Liter
V_s	Volumen der Standard-Prüfprobe, in Liter
V_{sample}	Volumen der Probe, in Liter
V_1	Volumen des Aliquoten aus S1 für die ^{210}Pb -Zählung, in Liter
V_2	Volumen des Aliquoten aus S1 für die Bestimmung der chemischen Ausbeute an Blei, in Liter
ε	Nachweiseffizienz bezogen auf ^{210}Pb
ρ	Konzentration an Blei im Eluat, in Milligramm je Liter
ρ_e	Konzentration an Blei in der Probe nach Zugabe des Trägers, in Milligramm je Liter

4 Kurzbeschreibung Grundlage des Verfahrens

^{210}Pb ist ein natürlich vorkommendes Betastrahlen emittierendes Radionuklid mit einer maximalen Beta-Energie von 63,9 keV und einer Halbwertszeit von 22,23 Jahren (Verweisungen [15] [16]). Es erscheint in der ^{238}U -Zerfallsreihe ($4n+2$) als langlebiges Zerfallsprodukt von ^{222}Rn (siehe Bild 1).

^{210}Pb wird von seinen Tochternukliden Bismut-210 und Polonium-210 durch Extraktionschromatographie getrennt, und seine Aktivität wird mit einem Flüssigszintillationszähler gemessen, entweder direkt nach der chromatographischen Trennung oder indirekt nach Einwuchs seines Zerfallsprodukts Bismut-210. Auch andere Trennverfahren existieren (Verweisung [17]).

Um mögliche Interferenzen durch die Isotope Blei-211 und Blei-214 und deren Zerfallsprodukte während der Flüssigszintillationszählung zu vermeiden, wird empfohlen, mindestens 3 h nach der Elution des Bleis zu warten, damit der Zerfall dieser Radionuklide vollständig abgeschlossen ist, bevor die Probe gezählt wird.

Die Interferenzen von Radioisotopen mit längeren Halbwertszeiten, wie z. B. Blei-212 und dessen Zerfallsprodukte, lassen sich durch Wahl geeigneter Zählfenster vermeiden, weil ihre Energien viel höher sind als die Energie von ^{210}Pb (siehe 7.4.2).

Bei Proben mit hoher Aktivitätskonzentration ist eine Verdünnung der Probe erforderlich, um eine Sättigung des Harzes und des Detektors während der Trennung bzw. der Zählung zu vermeiden.

Schwebstoffe werden vor der Analyse mittels Filtration durch 0,45- μm -Filter entfernt. Die Analyse der unlöslichen Fraktion erfordert einen Mineralisierungsschritt, der nicht in ISO 13163 beschrieben wird.

ANMERKUNG Ein geeigneter Mineralisierungsschritt ist in ISO 18589-2 festgelegt [10].

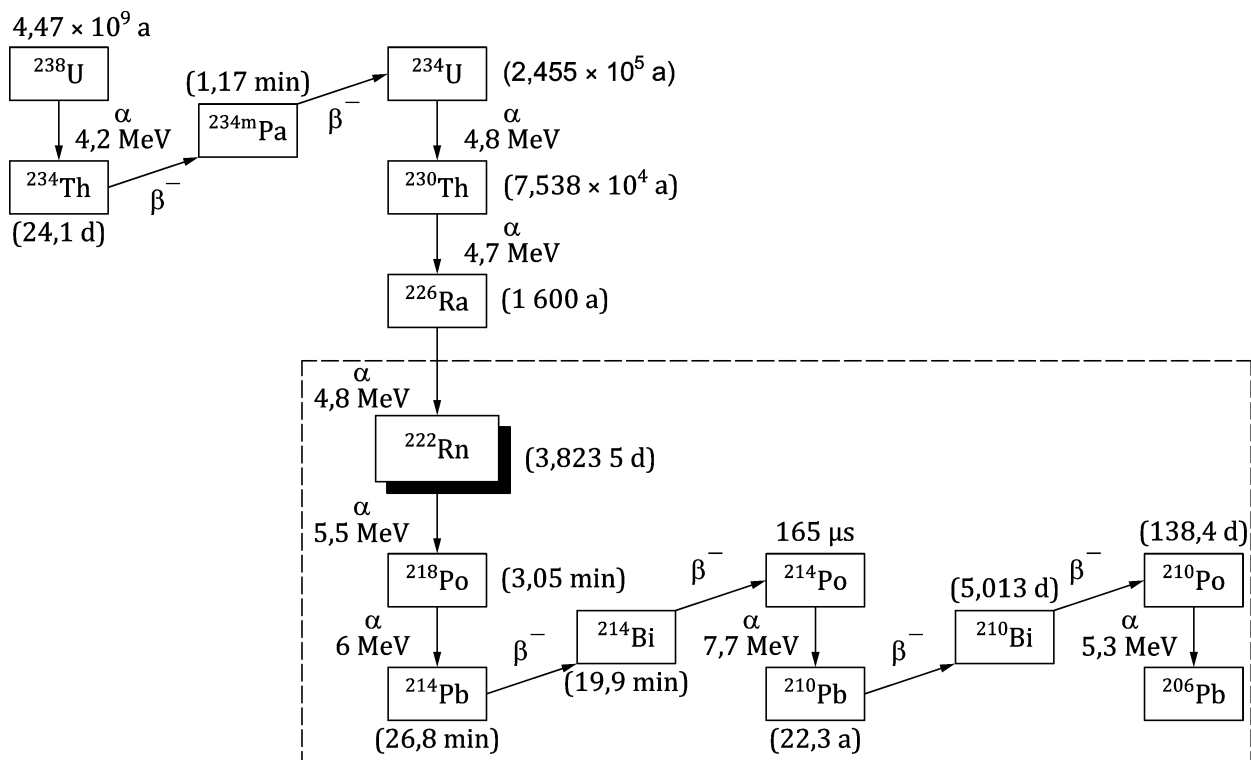


Bild 1 — Uran-238 und seine Zerfallsprodukte (siehe ISO 13164-1)

Die Konzentration des stabilen Bleis in der Probe muss bekannt sein, um die Masse des hinzuzugebenden Bleiträgers bestimmen und die chemische Ausbeute bei der Trennung des ^{210}Pb berechnen zu können.

Die Radioreinheit der ^{210}Pb -Fraktion kann durch Überwachen der eingewachsenen ^{210}Bi -Aktivität bis zum Gleichgewicht bestätigt werden, indem die Zählungen über eine geeignete Zeitspanne wiederholt werden.

5 Reagenzien und Geräte

Es werden nur Reagenzien von anerkannter Analysequalität genutzt.

5.1 Reagenzien

5.1.1 Salpetersäure, HNO_3 , konzentriert, d. h. $700 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$.

5.1.2 Salzsäure, HCl , konzentriert, d. h. $370 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$.

5.1.3 Salzsäurelösung, $2 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ HCl .

5.1.4 Salpetersäurelösung, $1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ HNO_3 .

5.1.5 Salpetersäurelösung, $0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ HNO_3 .

5.1.6 Fe(III)-Lösung, ungefähr $1 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$ in $0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ HNO_3 oder $0,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ HCl .

5.1.7 Pb(II)-Standardlösung, ungefähr $1 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$ in $0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ HNO_3 oder $2 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ HCl .

5.1.8 Ammoniakwasser, NH_4OH , konzentriert, z. B. $280 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$.

5.1.9 Ammoniumcitrat- oder Zitronensäurelösung, $0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ bis $0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$, oder **EDTA-Lösung**, $0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$.

5.1.10 Chromatographisches Extraktionsharz, z. B. ein Harz des 18C6-Kronenether-Typs.

5.1.11 Flüssigszintillationscocktail, entsprechend den Eigenschaften der zu analysierenden Probe und den Eigenschaften des Detektionsgeräts ausgewählt. Die Eigenschaften des Szintillationscocktails müssen eine homogene und stabile Mischung ermöglichen.

5.1.12 Laborwasser, destilliert oder entionisiert, nach ISO 3696 [1], Grad 3.

Entionisiertes Wasser kann nachweisbare Mengen an ^{222}Rn und dessen kurzlebigen Tochternukliden enthalten. Daher wird dringend empfohlen, das Wasser unter kräftigem Rühren zum Kochen zu bringen und es vor der Verwendung einen Tag stehen zu lassen; andernfalls wird die Entgasung mit Stickstoff für ungefähr 1 h je 2 l empfohlen.

Alle Reagenzien müssen von hoher Reinheit sein (ohne nachweisbares Blei) oder einen zertifizierten Blei-gehalt haben. Dies ist durch regelmäßig durchgeführte Kontrollen mit Reagenzienblindproben zu validieren.

5.1.13 Radioaktive Lösung, ^{210}Pb -Standardlösung im Gleichgewicht mit ^{210}Bi für die Bestimmung der Zählausbeute bei der Flüssigszintillation.

5.1.14 Quencher, z. B. Salpetersäure, Aceton, Organochlorverbindungen (z. B. Chloroform), Nitromethan. Jeder der genannten Quencher kann verwendet werden.

ACHTUNG — Einige Quencher sind gefährlich oder giftig.

5.2 Geräte

Übliches Laborgerät und insbesondere die folgenden Geräte.

5.2.1 Zentrifuge oder Vakuum-Filtrationssystem.

5.2.2 Membranfilter, Porengröße 0,45 µm.

5.2.3 Analysenwaage, Fehlergrenze 0,1 mg.

5.2.4 Gerät zur Messung des stabilen Bleis, z. B. durch Atomabsorptionsspektroskopie, ICP-MS, ICP-OES.

5.2.5 Beta-Zähler, mit einem Anzeigesystem und einer Vorrichtung zum Aufzeichnen von Spektren ausgestatteter Flüssigszintillationszähler.

5.2.6 Szintillationsfläschchen, z. B. aus Polyethylen, angepasst an den Flüssigszintillationszähler.

6 Probenahme und Lagerung

6.1 Probenahme

Wichtig ist, dass das Labor eine repräsentative Probe erhält, die während des Transports oder der Lagerung unverändert bleibt, und dass das Probengefäß unbeschädigt ist (siehe ISO 5667-3).

6.2 Lagerung der Probe

Proben müssen entsprechend den allgemeinen Anforderungen von ISO 5667-3 gelagert werden.

In einer Probe enthaltenes ^{222}Rn mit einer Aktivität von $100 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ erzeugt ungefähr $40 \text{ mBq} \cdot \text{l}^{-1}$ an ^{210}Pb bei einer Lagerungsdauer von 10 Tagen. Folglich muss die Lagerungsdauer für ^{210}Pb berücksichtigt werden, wenn die Probe Radon enthält.

7 Durchführung

Die Messung wird in den folgenden drei Phasen durchgeführt:

- Phase 1: Vorkonzentrierung des Bleis durch Kopräzipitation mit $\text{Fe}(\text{OH})_3$, das *in situ* vorbereitet wird (Verweisung [18]);
- Phase 2: Trennung des Bleis durch Extraktionschromatographie mit geeignetem Harz (Verweisungen [17] [18] [19] [20] [21] [22] [23]);
- Phase 3: Bestimmung der Beta-Aktivität von ^{210}Pb oder seines Zerfallsprodukts ^{210}Bi (Verweisung [24]).

Die chemische Ausbeute der Trennung wird durch Bestimmung der Ausbeute des stabilen Bleis ermittelt, das als Träger eingesetzt wird. Daher ist es notwendig, die folgenden Schritte durchzuführen.

- Der ursprüngliche Bleigehalt in der Probe wird gemessen, um die Menge an Träger, der zugegeben werden muss, zu bestimmen.
- Der Bleigehalt in dem mit Träger versetzten Aliquot wird vor der chemischen Trennung gemessen.
- Der Bleigehalt im endgültigen Eluat, das für die Zählung des ^{210}Pb eingesetzt wird, wird gemessen, um die chemische Ausbeute zu berechnen.

Die Messung des stabilen Bleis für die Bestimmung der chemischen Ausbeute kann nach unterschiedlichen Protokollen durchgeführt werden, die bereits in anderen Internationalen Normen beschrieben sind. Zu diesen Protokollen gehören folgende:

- ICP-OES nach ISO 11885 [5];
- ICP-MS nach ISO 17294-2 [9];
- AAS nach ISO 15586 [8].

Die Beta-Aktivität von ^{210}Pb wird durch Flüssigszintillationszählung gemessen.

7.1 Probenvorbereitung

Die Probenvorbereitung ist in Abhängigkeit von der erforderlichen Nachweisgrenze anzupassen. Das Probenvolumen beträgt üblicherweise zwischen 0,5 l und 1,5 l.

Falls erforderlich, wird Ansäuern eine Filtration durch eine Filtermembran mit einer Porengröße von $0,45\ \mu\text{m}$ durchgeführt. Es wird empfohlen, eine Filtrationseinheit für einmaligen Gebrauch zu verwenden.

Das Filtrat wird mit konzentrierter Salpetersäure versetzt; es ist sicherzustellen, dass der pH-Wert des Probenfiltrats kleiner oder gleich 2 ist.

Durch das Ansäuern der Wasserprobe mit Säure wird der adsorptionsbedingte Verlust von radioaktivem Material minimiert. Wenn eine Filtration der Probe erforderlich ist, wird anschließend angesäuert; andernfalls kann bereits auf dem Partikelmaterial adsorbiertes radioaktives Material wieder desorbiert werden.

ANMERKUNG Bei Rohwasser kann die Perkolation einer solchen Wasserprobe durch das Harz in Abhängigkeit von dem Gehalt an Schwebstoffen und der Salinität reduziert sein.

Es wird empfohlen, alle Tätigkeiten unter einer Abzugshaube durchzuführen.

7.2 Vorkonzentrierung

Zur Bestimmung der chemischen Ausbeute eine bekannte Menge der Blei-Standardlösung (z. B. einer Menge von 1 mg bis 10 mg Pb entsprechend) zur Probe geben und gut mischen.

Die Konzentration an Ca, Ba, K, Na und Sr in der Probe kann sich auf die chemische Ausbeute auswirken (siehe Abschnitt 8).

Eine Kopräzipitation von Fe(III) ermöglicht es, den größten Teil der Alkali- und Erdalkalimetalle zu entfernen. Zur Probe werden 10 mg bis 20 mg der Fe(III)-Lösung gegeben. Mischen, um eine homogene Lösung zu erhalten, und die Lösung auf etwa $50\ ^\circ\text{C}$ bis $60\ ^\circ\text{C}$ erwärmen.

Konzentriertes Ammoniakwasser zugeben, bis der pH-Wert etwa 9 beträgt: Das $\text{Fe}(\text{OH})_3$ präzipitiert.

Die Lösung für mindestens 2 h absetzen und abkühlen lassen und anschließend beide Phasen durch Filtration oder Zentrifugation trennen.

Das $\text{Fe}(\text{OH})_3$ -Präzipitat wird isoliert und in einem minimalen Volumen $2\ \text{mol} \cdot \text{l}^{-1}$ HCl (bei Verfahren 1) oder $1\ \text{mol} \cdot \text{l}^{-1}$ HNO_3 (bei Verfahren 2) gelöst. Es sollte nur eine kleine Menge Säure (etwa 5 ml bis 10 ml) verwendet werden.