

DIN EN ISO 13163



ICS 13.060.60; 17.240

Einsprüche bis 2024-08-07
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 13163:2020-09**Entwurf****Wasserbeschaffenheit –
Blei-210 –
Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (ISO 13163:2021);
Deutsche und Englische Fassung EN ISO 13163:2022**

Water quality –
Lead-210 –
Test method using liquid scintillation counting (ISO 13163:2021);
German and English version EN ISO 13163:2022

Qualité de l'eau –
Plomb 210 –
Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide (ISO 13163:2021);
Version allemande et anglaise EN ISO 13163:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-06-07 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil das beabsichtigte Dokument 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 oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 63 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 13163:2021 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 13163:2022 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 (C 35):

Verfahren DIN EN ISO 13163-C 35

Für die in diesem Dokument zitierten 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 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 11885	siehe	DIN EN ISO 11885
ISO 11929 (all parts)	siehe	DIN EN ISO 11929 (alle Teile)
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 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

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 (C 35).

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)

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 13163:2020-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aufnahme der gemeinsamen Einleitung;

E DIN EN ISO 13163:2024-07

- b) Trennungsprozess in einen Anhang verlegt;
- c) Dokument 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 11885, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES)*

DIN EN ISO 15586, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie 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 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 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*

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

– Leerseite –

Oktober 2021

EN ISO 13163

**Wasserbeschaffenheit – Blei-210 – Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler
(ISO 13163:2021)**

Water quality – Lead-210 – Test method using liquid scintillation counting (ISO 13163:2021)

Qualité de l'eau – Plomb 210 – Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide
(ISO 13163:2021)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe und Symbole	9
3.1 Begriffe	9
3.2 Symbole und Abkürzungen	9
4 Grundlage des Verfahrens	10
5 Probenahme und Lagerung	13
6 Durchführung	14
6.1 Probenvorbereitung für die Messung	14
6.2 Messung der Probe	14
7 Qualitätssicherungs- und Qualitätskontrollprogramm	14
7.1 Allgemeines	14
7.2 Variablen, die die Messung beeinflussen könnten	14
7.3 Qualitätskontrolle der Geräte	15
7.4 Störstoffkomponenten der Reagenzien	15
7.5 Prüfung auf Störungen	15
7.6 Überprüfung des Verfahrens	15
7.7 Nachweis der Eignung der analysierenden Person	15
7.8 Kalibrierung	15
8 Angabe der Ergebnisse	17
8.1 Allgemeines	17
8.2 Probenwiederfindung, -aktivität und Messunsicherheiten	17
8.3 Erkennungsgrenze	19
8.4 Nachweisgrenze	19
8.5 Grenzen der Überdeckungsintervalle	19
8.5.1 Grenzen des wahrscheinlichkeitsbasierten symmetrischen Überdeckungsintervalls	19
8.5.2 Das kürzeste Überdeckungsintervall	20
9 Analysenbericht	20
Anhang A (informativ) Trennung und Reinigung von ^{210}Pb	22
A.1 Grundlage des Verfahrens	22
A.2 Reagenzien und Geräte	22
A.2.1 Reagenzien	22
A.2.2 Geräte	23
A.3 Verfahren mit $2\text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}\text{ HCl}$ als Beladungsmedium	24
A.3.1 Vorkonzentrierung	24
A.3.2 Verfahren zur Trennung von ^{210}Pb mit $2\text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}\text{ HCl}$ als Beladungsmedium (siehe Bild A.1)	24
A.4 Verfahren mit $1\text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}\text{ HNO}_3$ als Beladungsmedium	25
A.4.1 Probenvorbereitung	25
A.4.2 Vorkonzentrierung	25
A.4.3 Verfahren zur Trennung von ^{210}Pb mit $1\text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}\text{ HNO}_3$ als Beladungsmedium (siehe Bild A.2)	26
Anhang B (informativ) Beispiele für Spektren	27
Literaturhinweise	29

Bilder

Bild 1 — Uran-238 und seine Zerfallsprodukte	12
Bild A.1 — Schema der Trennung von ^{210}Pb mit $2\text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ HCl als Beladungsmedium	25
Bild A.2 — Schema der Trennung von ^{210}Pb mit $1\text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ HNO_3 als Beladungsmedium	26
Bild B.1 — Beispiel eines LSC-Spektrums der Pb-Fraktion 24 h nach der Trennung mittels 18C6-Kronenether-Harz	27
Bild B.2 — Beispiel eines LSC-Spektrums der Pb-Fraktion 25 Tage nach der Trennung mittels 18C6-Kronenether-Harz, auf dem der Einwuchs von ^{210}Bi zu erkennen ist	28

Tabellen

Tabelle 1 — Zerfallsdaten für Blei-Radioisotope und deren Tochternuklide [9]	12
Tabelle B.1 — Eingestellte Fenster für die LSC-Messung von ^{210}Pb	27

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 13163:2021 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ als EN ISO 13163:2024 übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis September 2022, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 2022 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument wird EN ISO 13163:2019 ersetzen.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 13163:2021 wurde von CEN als EN ISO 13163:2022 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (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 Normungsthemen 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-Directives, 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-Directives, 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 13163:2013), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- die gemeinsame Einleitung wurde hinzugefügt;
- die Trennverfahren wurden in einen Anhang verschoben.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Radioaktivität aus natürlich vorkommenden und anthropogenen Quellen ist in der gesamten Umwelt vorhanden. Daher können Wasserkörper (z. B. Oberflächengewässer, Grundwässer, Meerwasser) Radionuklide aus natürlichen 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 , ^{210}Po und ^{210}Pb , können in Wässern aufgrund natürlicher Ursachen auftreten (z. B. Desorption aus Böden und Auswaschung durch Regenwasser) oder können durch technologische Prozesse unter Verwendung von natürlich auftretenden radioaktiven Materialien freigesetzt werden (z. B. Abbau und Aufbereitung von Mineralsanden oder Produktion und Anwendung von Phosphat-Düngern);
- anthropogene Radionuklide, wie Elemente der Transurane (Americium, Plutonium, Neptunium, Curium), ^3H , ^{14}C , ^{90}Sr und gamma-strahlende Radionuklide, können ebenfalls in natürlichen Wässern vorkommen. Kleine Mengen dieser Radionuklide werden als Ergebnis aufgrund behördlich genehmigter Einleitungen aus dem Ablauf nuklearer Anlagen zur Brennstoffverarbeitung in die Umwelt freigesetzt. Einige dieser Radionuklide, die in Medizin- oder Industrieanwendungen verwendet werden, werden nach Gebrauch auch in die Umwelt abgegeben. Anthropogene Radionuklide werden in Gewässern auch als Ergebnis von Kontaminationen durch Fallouts aus der Explosion von Nuklearwaffen in der Atmosphäre und Störfällen, wie solchen, die in Tschernobyl und Fukushima erfolgt waren, gefunden.

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] [2] erhöht sein. Trinkwasser kann daher Radionuklide in Aktivitätskonzentrationen enthalten, die ein Risiko für die menschliche Gesundheit darstellen könnten.

Die in Abwässern vorhandenen Radionuklide werden in der Regel kontrolliert, bevor sie in die Umwelt [3] und in Gewässer eingeleitet werden. Trinkwässer werden auf ihre Radioaktivität hin überwacht, wie von der Weltgesundheitsorganisation (WHO) [4] empfohlen, sodass angemessene Maßnahmen ergriffen werden können, um sicherzustellen, dass es keine gesundheitlichen Auswirkungen auf die Öffentlichkeit gibt. Nach diesen internationalen Empfehlungen enthalten nationale Vorschriften in der Regel zulässige Grenzwerte für Radionuklidkonzentrationen für Abwässer, die in die Umwelt eingeleitet werden, und Radionuklid-Orientierungswerte für Gewässer und Trinkwasser für geplante, bestehende und notfallbedingte Expositionssituationen. 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 [5] angegeben.

In Abhängigkeit von der Expositionssituation bestehen unterschiedliche Grenzwerte und Richtwerte, die für Maßnahmen zur Verminderung von Gesundheitsrisiken gelten. Zum Beispiel beträgt der Richtwert der WHO-Leitlinien [4] in einer geplanten oder tatsächlichen Situation für Trinkwasser $0,1 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ für die ^{210}Pb -Aktivitätskonzentration.

ANMERKUNG 1 Der Richtwert ist die Aktivitätskonzentration, die mit der Aufnahme von $2 \text{ l}\cdot\text{d}^{-1}$ Trinkwasser über den Zeitraum von einem Jahr auftritt und zu einer effektiven Dosis von $0,1 \text{ mSv}\cdot\text{a}^{-1}$ bei Erwachsenen führt. Dies ist eine effektive Dosis, die ein sehr geringes Risiko darstellt und voraussichtlich nicht zu nachweisbaren gesundheitsschädlichen Auswirkungen führt [4].

Für den Fall eines nuklearen Notfalls wird in den Leitlinienwerten des Codex Alimentarius der WHO [6] darauf hingewiesen, dass die Aktivitätskonzentration für ^{210}Pb nicht größer als $0,1 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ sein darf.

ANMERKUNG 2 Die Codex-Richtwerte (GL, en: guidance level) gelten für Radionuklide in Lebensmitteln, die für den menschlichen Verzehr bestimmt sind und international gehandelt werden und nach einem nuklearen oder radiologischen Notfall kontaminiert wurden. Diese GLs gelten für Lebensmittel nach der Rekonstitution oder nach Zubereitung zum Verzehr, d. h. nicht für getrocknete oder konzentrierte Lebensmittel, und basieren auf einem Eingreifwert von 1 mSv je Jahr für die Bevölkerung (Säuglinge und Erwachsene) [6].

Daher kann das Prüfverfahren so angepasst werden, dass die charakteristischen Grenzen, Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Messunsicherheiten sicherstellen, dass die Radionuklidkonzentrationen verifizierbar unterhalb der Richtwerte liegen, die von einer nationalen Behörde zur Einhaltung in geplanten/tatsächlichen Routine-Situationen oder in Notfallsituationen festgelegt sind [2], [6], [7].

Üblicherweise können die Prüfverfahren für die Messung der Aktivitätskonzentration der Radionuklide entweder in Abwasser vor der Endlagerung und Einleitungen vor deren Freisetzung in die Umwelt angepasst werden.

Die Prüfergebnisse ermöglichen es dem Anlagenbetreiber zu prüfen, ob die Radioaktivitätskonzentrationen der Abwässer/flüssigen Ableitungen vor ihrer Einleitung die zulässigen Grenzwerte nicht überschreiten.

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

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

Dieses Dokument wurde als Antwort auf den Bedarf von Prüflaboren entwickelt, die diese Messungen durchführen, die in einigen Fällen von nationalen Behörden gefordert werden, da diese Labore möglicherweise eine besondere Akkreditierung für die Messung von Radionukliden in Trinkwasserproben erlangen müssen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Messung von ^{210}Pb in allen Wasserarten durch Flüssigszintillationszählung (en: liquid scintillation counting, LSC) fest.

Das Verfahren ist auf Untersuchungsproben von Versorgungs-/Trinkwasser, Regenwasser, Oberflächen- und Grundwasser sowie Kühlwasser, Prozesswasser, häusliches und industrielles Abwasser nach geeigneter Probenahme, Probenbehandlung und Vorbereitung der Untersuchungsprobe anwendbar. Es ist eine Filtration der Untersuchungsprobe notwendig. Die Aktivitätskonzentration von Blei-210 in der Umwelt kann variieren und liegt üblicherweise zwischen $2 \text{ mBq}\cdot\text{l}^{-1}$ und $300 \text{ mBq}\cdot\text{l}^{-1}$ [27], [28].

Mit den derzeit verfügbaren Flüssigszintillationszählern liegt die Nachweisgrenze dieses Verfahrens für ^{210}Pb im Allgemeinen in der Größenordnung von $20 \text{ mBq}\cdot\text{l}^{-1}$ bis $50 \text{ mBq}\cdot\text{l}^{-1}$, was unter den WHO-Kriterien für den sicheren Konsum von Trinkwasser ($100 \text{ mBq}\cdot\text{l}^{-1}$) liegt [4], [6]. 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 Aktivitätskonzentrationen können entweder durch Verdünnen der Probe oder Verwenden kleinerer Probenaliquote oder beides gemessen werden. Das in diesem Dokument beschriebene Verfahren ist nicht für die Bestimmung von ^{210}Pb im Ultraspurenbereich vorgesehen.

Der Einsatzbereich hängt von der Menge gelösten Materials im Wasser und von der Leistungsfähigkeit der Messgeräte (Zählrate des Nulleffekts und Zählausbeute) ab.

Das in diesem Dokument beschriebene Verfahren ist in Notfallsituationen anwendbar.

Die Analyse von Pb, das an Schwebstoffen adsorbiert ist, wird nicht durch dieses Verfahren abgedeckt.

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

WARNUNG — Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Arbeitgebers, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und die Anwendbarkeit anderer Einschränkungen festzustellen.

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

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/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 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 water*

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

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*

3 Begriffe und Symbole

3.1 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 80000-10, der Normenreihe ISO 11929, ISO/IEC Guide 98-3 und ISO/IEC Guide 99.

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

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

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

3.2 Symbole und Abkürzungen

Symbol	Definition	Einheit
c_A	Aktivitätskonzentration in der Probe	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
c_{A0}	Aktivitätskonzentration des Standards	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
c_A^*	Erkennungsgrenze	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_A^\#$	Nachweisgrenze	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_A^<, c_A^>$	untere und obere Grenze des wahrscheinlichkeitsbasierten symmetrischen Überdeckungsintervalls	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
$c_A^{<}, c_A^{>}$	untere und obere Grenze des kürzesten Überdeckungsintervalls	$\text{Bq}\cdot\text{l}^{-1}$
C_{coeff}	Koeffizient des Einwuchses von ^{210}Bi in der Probe vom Ende der Bismut-Elution bis zum Zeitpunkt der Zählung	n/a
DPM	Zerfälle je Minute (en: disintegrations per minute)	n/a
β_{max}	maximale Betateilchenenergie	keV
R_c	chemische Wiederfindung	n/a
r_b	Zählrate der Reagenzienblindproben	s^{-1} oder $\text{Zahl}\cdot\text{s}^{-1}$
r_g	Zählraten der Proben	s^{-1}
r_s	Zählraten der Kalibrierprobe	s^{-1}
r_0	Zählrate der Nulleffektprobe	s^{-1}
S	eluierte, Blei enthaltende Lösung	n/a
SQPE	spektraler Quench-Parameter des externen Standards	n/a

Symbol	Definition	Einheit
TDCR	Dreifach-zu-zweifach-Zählratenverhältnis (en: triple to double counts ratio)	n/a
t_g	Messdauer der Probe	s
t_s	Messdauer der Kalibrierprobe	s
t_0	Messdauer der Nulleffektprobe	s
tSIE	transformierter spektraler Index des externen Standards	n/a
U	erweiterte Messunsicherheit nach folgender Berechnung: $U = ku(c_A)$ mit $k = 1, 2 \dots$	$\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$
$u(c_A)$	mit dem Messergebnis verbundene Standardunsicherheit	$\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$
V	Volumen der eluierten, Blei enthaltenden Phase S	l
V_e	Gesamtvolumen der Prüfprobe mitsamt Träger	l
V_s	Volumen der Standard-Prüfprobe	l
V_{sample}	Volumen der Probe	l
V_1	Volumen des Aliquoten aus S für die ^{210}Pb -Zählung	l
V_2	Volumen des Aliquoten aus S für die Bestimmung der chemischen Wiederfindung von Blei	l
ε	allgemeiner Term für Nachweiswahrscheinlichkeit	$\text{s}^{-1} \cdot \text{Bq}^{-1}$
C_{Pb}	Konzentration an Blei in der eluierten Lösung S	$\text{mg} \cdot \text{l}^{-1}$
$C_{\text{Pb,e}}$	Konzentration an Blei in der Probe nach Zugabe des Trägers	$\text{mg} \cdot \text{l}^{-1}$
n/a nicht zutreffend (en: not applicable).		

4 Grundlage des Verfahrens

Blei-210 ist ein natürlich vorkommendes Betastrahlen emittierendes Radionuklid mit einer maximalen Beta-Energie von 63,5(5) keV und einer Halbwertszeit von 22,23(12) Jahren [8] [9]. Es erscheint in der ^{238}U -Zerfallsreihe ($4n + 2$) als langlebiges Zerfallsprodukt von ^{222}Rn (siehe Bild 1).

Dieses Dokument beschreibt die Messung von ^{210}Pb nach Trennung von seinen Tochternukliden ^{210}Bi und ^{210}Po , und seine Aktivität wird mit einem Flüssigszintillationszähler gemessen, entweder unmittelbar nach der Trennung oder indirekt nach Einwuchs seines Tochternuklids ^{210}Bi [10] [26] bis [34].

Blei-210 wird chemisch von anderen möglichen Störstoffen gereinigt; diese bestehen aus anderen Isotopen, die im Flüssigszintillationszähler eine Emission von Licht im interessierenden Bereich (en: region of interest, ROI) von ^{210}Pb auslösen können. Verschiedene Verfahren zur Reinigung von ^{210}Pb werden in Anhang A vorgestellt.

Nach Entfernung der möglichen Störstoffe wird die chemische Wiederfindung von Blei (R_c) bestimmt. Die gereinigte Probe wird in einem Zählfläschchen mit dem Szintillationscocktail gemischt, um ein homogenes Medium zu erhalten. Die Aktivität im Fläschchen wird dann mittels Zählung durch LSC bestimmt.

Wegen ihres identischen Trennverhaltens bei dem extraktionschromatographischen Verfahren und ihrer Halbwertszeiten haben ^{214}Pb , ^{211}Pb und ^{212}Pb einen potentiell störenden Einfluss (Tabelle 1).

Um mögliche Interferenzen durch die Isotope mit kurzen Halbwertszeiten wie ^{211}Pb und ^{214}Pb und deren Tochternuklide während der Flüssigszintillationszählung zu vermeiden, wird empfohlen, mindestens 3 h nach der Elution des Bleis zu warten, damit der Zerfall dieser Radionuklide im Wesentlichen abgeschlossen ist, bevor die Probe gezählt wird.

Die Beta-Energien von ^{211}Pb , ^{212}Pb und ^{214}Pb sowie ihrer Tochternuklide sind höher als die Maximalenergie von ^{210}Pb . Die Verzögerungszeit von 3 h vor der Zählung kann durch Einstellen geeigneter Zählfenster, die sich von dem für ^{210}Pb eingestellten unterscheiden, verkürzt werden, um diese Interferenzen zu vermeiden. Bei dieser Vorgehensweise ist es möglich, ohne eine 3-stündige Verzögerung mit der Zählung zu beginnen und den Einwuchs von ^{210}Bi während der Zählung zu vernachlässigen.

Der Gehalt an stabilem Blei in der Probe muss bekannt sein, um die Menge des hinzuzugebenden Bleiträgers so anzupassen, dass eine Sättigung des Harzes vermieden und die chemische Wiederfindung des ^{210}Pb ermöglicht wird. Der Gesamtgehalt an stabilem Blei in Proben sollte 10 mg Pb je Gramm chromatographisches Extraktionsharz 18C6, das für die Trennung des Bleis zu verwenden ist, nicht übersteigen.

Bei Proben mit hohem Gehalt an stabilem Blei und/oder hoher Aktivitätskonzentration ist eine Verdünnung der Probe erforderlich, um eine Sättigung des Harzes oder des Detektors während der Trennung bzw. während der Messung zu vermeiden.

Schwebstoffe werden vor der Analyse mittels Filtration durch eine 0,45-µm-Filtermembran entfernt. Die Analyse der unlöslichen Fraktion erfordert einen Mineralisierungsschritt, der nicht in diesem Dokument festgelegt wird.

ANMERKUNG Ein geeigneter Mineralisierungsschritt ist in ISO 18589-2 festgelegt [11].

Die Messung des stabilen Bleis für die Bestimmung der chemischen Wiederfindung kann nach Protokollen wie z. B. den folgenden durchgeführt werden:

- ICP-AES nach ISO 11885 [12];
- ICP-MS nach ISO 17294-2 [13]; oder
- AAS nach ISO 15586 [14] [15].

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

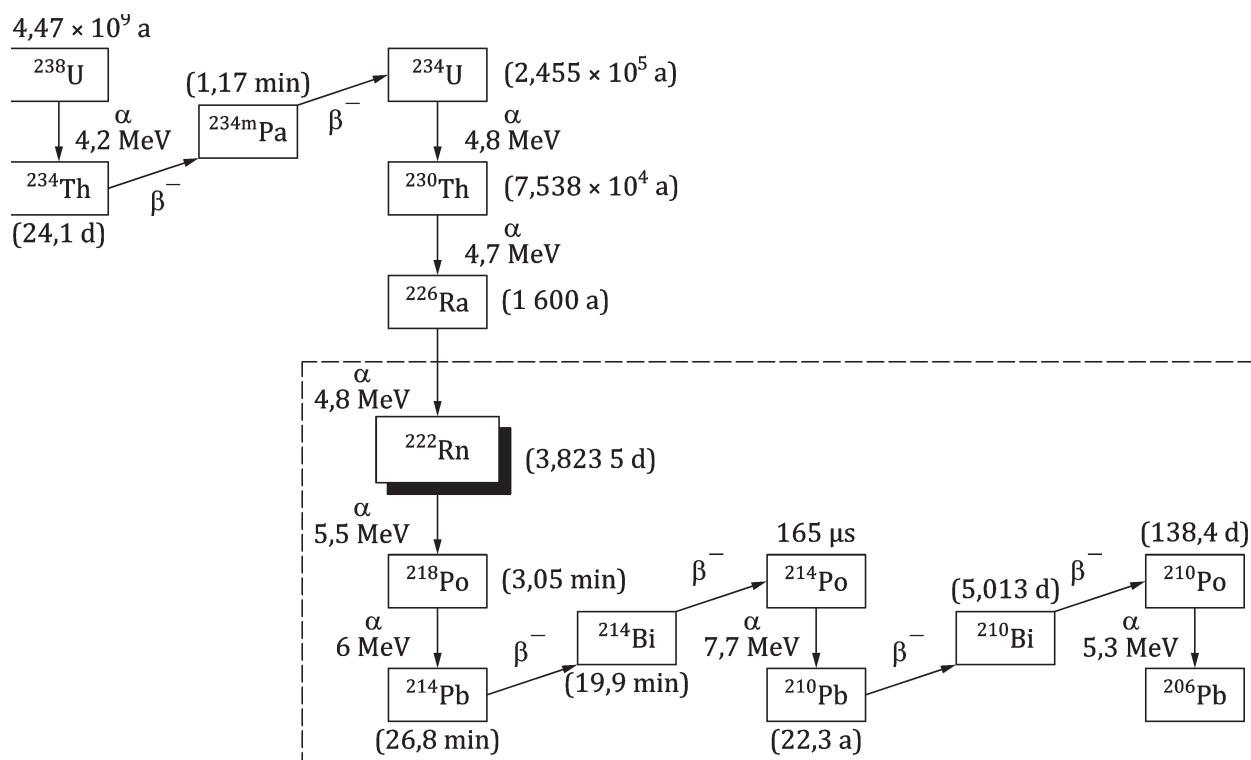


Bild 1 — Uran-238 und seine Zerfallsprodukte

Tabelle 1 — Zerfallsdaten für Blei-Radioisotope und deren Tochternuklide [9]

Blei- Radioisotope	$T_{1/2}$	Zerfalls- art	Emissions- energie keV	Emissions- wahrscheinlichkeit %	Tochter- nuklid
^{210}Pb	22,23(12) y	β^- β^- α	63,5(5) 17,0(5) 3 792(20)	19,8(13) % 80,2(13) % 0,000 001 9(4) %	^{210}Bi ^{210}Bi ^{206}Hg
^{210}Bi	5,012(5) d	β^- α α	1 161,2(8) 4 778(4) 4 740(4)	99,999 86(2) % 0,000 056(6) % 0,000 084(9) %	^{210}Po ^{206}Tl ^{206}Tl
^{210}Po	138,376 3(17) d	α	5 604,40(9) 5 407,45(7)	0,001 24(4) % 99,998 76(4) %	^{206}Pb (stabil)
^{206}Tl	4,202(11) min	β^-	1 532,4(6)	99,885(14) %	^{206}Pb (stabil)
^{211}Pb	36,1(2) min	β^-	1 367(6) 962(6) 535(6) 257(6)	91,28(12) % 1,57(9) % 6,32(9) % 1,06(4) %	^{211}Bi
^{211}Bi	2,15(2) min	α α β^-	6 750,4(6) 6 399,8(9) 574(5)	83,56(23) % 16,16(23) % 0,276(4) %	^{207}Tl ^{207}Tl ^{211}Po

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Blei- Radioisotope	$T_{1/2}$	Zerfalls- art	Emissions- energie keV	Emissions- wahrscheinlichkeit %	Tochter- nuklid
^{207}Tl	4,774(12) min	β -	1 418(5)	99,729(10) %	^{207}Pb (stabil)
^{211}Po	0,516(3) s	α	7 594,48(51)	100 %	^{207}Pb (stabil)
^{212}Pb	10,64(1) h	β -	569,9(19) 331,3(19) 154,6(19)	13,3(11) % 81,7(11) % 4,99(21) %	^{212}Bi
^{212}Bi	60,54(6) min	β - α	2252 1(17) 6207 26(3)	64,07(7) % 35,93(7) %	^{208}Tl ^{212}Po
^{208}Tl	3,058(6) min	β -	1 801,3(17) 1 523,9(17) 1 290,5(17)	49,2(6) % 22,1(5) % 24,1(2) %	^{208}Pb (stabil)
^{212}Po	300(2) ns	α	8954 12(11)	100 %	^{208}Pb (stabil)
^{214}Pb	26,916(44) min	β -	1 019(11) 729(11) 667(11) 485(11) 180(11)	9,2(7) % 41,09(39) % 46,52(37) % 1,047(17) % 2,762(22) %	^{214}Bi
^{214}Bi	19,8(1) min	β - α	3 270(11) 5 621(3)	99,979(13) % 0,021 0(13) %	^{214}Po ^{210}Tl
^{214}Po	162,3(12) μs	α	7 833,46(6)	99,989 5(7) %	^{210}Pb

5 Probenahme und Lagerung

Probenahme, Handhabung und Lagerung des Wassers müssen nach ISO 5667-1, ISO 5667-3 und ISO 5667-10 erfolgen; Richtlinien für die verschiedenen Arten von Wasser sind Verweisung [16] bis Verweisung [23] zu entnehmen. Es ist wichtig, dass das Labor eine Probe erhält, die für das zu prüfende Material repräsentativ ist und während des Transports oder der Lagerung nicht beschädigt oder modifiziert wurde.

Die Probe wird durch eine 0,45- μm -Filtermembran filtriert, um Schwebstoffe zu entfernen. Es kann auch ein Filter mit kleinerer Porengröße verwendet werden, aber die Filtration könnte dann zeitaufwendiger sein. Nach der Filtration wird die Probe mit Salpetersäure (HNO_3) angesäuert, d. h. auf eine Konzentration von $0,01 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1} \text{ HNO}_3$ gebracht.

Eine Aktivitätskonzentration von $100 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1} \text{ }^{222}\text{Rn}$ in einer hermetisch verschlossenen Wasserprobe ohne freien Luftraum erzeugt bei einer Lagerungsdauer von 10 Tagen ungefähr $40 \text{ mBq}\cdot\text{l}^{-1}$ an ^{210}Pb . Folglich muss die Lagerungsdauer von Proben, die für die Messung von ^{210}Pb vorgesehen sind, berücksichtigt werden, wenn die Probe Radon enthält.