

DIN EN ISO 13164-3



ICS 13.060.60; 17.240

Einsprüche bis 2019-10-30

Entwurf**Wasserbeschaffenheit –****Radon-222 –****Teil 3: Verfahren mittels Emanometrie (ISO 13164-3:2013);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 13164-3:2019**

Water quality –

Radon-222 –

Part 3: Test method using emanometry (ISO 13164-3:2013);

German and English version prEN ISO 13164-3:2019

Qualité de l'eau –

Radon 222 –

Partie 3: Méthode d'essai par émanométrie (ISO 13164-3:2013);

Version allemande et anglaise prEN ISO 13164-3:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-08-30 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)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 13164-3:2013 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 13164-3:2019 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“ 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.

DIN EN ISO 13164 besteht unter dem allgemeinen Titel *Wasserbeschaffenheit — Radon-222* aus den folgenden Teilen:

- *Teil 1: Grundlagen*
- *Teil 2: Verfahren mittels Gammaskpektrometrie*
- *Teil 3: Verfahren mittels Emanometrie*
- *Teil 4: Verfahren mittels zweistufiger Flüssigszintillationszählung*

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

IEC 61577-1	siehe DIN IEC 61577-1
IEC 61577-2	siehe DIN EN 61577-2
ISO 5667-1	siehe DIN EN ISO 5667-1
ISO 5667-3	siehe DIN EN ISO 5667-3
ISO 11665-1	siehe DIN EN ISO 11665-1
ISO 11665-5	siehe DIN EN ISO 11665-5
ISO 11665-6	siehe DIN EN ISO 11665-6
ISO 11929	siehe DIN ISO 11929
ISO 13164-1	siehe DIN EN ISO 13164-1
ISO/IEC 17025	siehe DIN EN ISO/IEC 17025
ISO 80000-10	siehe DIN EN ISO 80000-10

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN 61577-2, *Strahlenschutz-Messgeräte — Geräte für die Messung von Radon und Radon-Folgeprodukten — Teil 2: Besondere Anforderungen für Messgeräte für Rn-222 und Rn-220*

DIN IEC 61577-1, *Strahlenschutz-Messgeräte - Geräte für die Messung von Radon und Radon-Folgeprodukten - Teil 1: Allgemeine Anforderungen*

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 11665-1, *Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt — Luft: Radon-222 — Teil 1: Radon und seine kurzlebigen Folgeprodukte: Quellen und Messverfahren*

DIN EN ISO 11665-5, *Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt — Luft: Radon-222 — Teil 5: Kontinuierliches Messverfahren für die Aktivitätskonzentration*

DIN EN ISO 11665-6, *Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt — Luft: Radon-222 — Teil 6: Punktmessverfahren für die Aktivitätskonzentration*

DIN EN ISO 13164-1, *Wasserbeschaffenheit — Radon 222 — Teil 1: Grundlagen*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

DIN EN ISO 80000-10, *Größen und Einheiten — Teil 10: Atom- und Kernphysik*

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

— Leerseite —

Wasserbeschaffenheit — Radon-222 — Teil 5: Verfahren mittels Emanometrie (ISO 13164-3:2013)

Qualité de l'eau — Radon-222 — Partie 5 : Méthode d'essai par émanométrie (ISO 13164-3:2013)

Water quality — Radon-222 — Part 5: Test method using emanometry (ISO 13164-3:2013)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe, Symbole und Abkürzungen	8
3.1 Begriffe	8
3.2 Symbole und Abkürzungen	8
4 Kurzbeschreibung	9
5 Probenahme	9
5.1 Allgemeine Anforderung	9
5.2 Anforderung der Probenahme	9
5.3 Probenvolumen	9
5.4 Behältereigenschaften	9
6 Transport und Lagerung	10
7 Übertragung von Radon durch Entgasung	10
7.1 Zweck	10
7.2 Kurzbeschreibung	10
8 Nachweis	11
8.1 Ziel	11
8.2 Kurzbeschreibung	11
8.3 Silber-aktivierte Zinksulfid-ZnS(Ag)-Szintillation	11
8.4 Luftionisation	11
8.5 Halbleiter (Alphadetektor)	11
9 Qualitätssicherungs- und Qualitätskontrollprogramm	11
9.1 Allgemeines	11
9.2 Einflussgrößen	11
9.3 Überprüfung der Geräte	12
9.4 Überprüfung des Verfahrens	12
9.5 Nachweis der Eignung der analysierenden Person	13
10 Angabe der Ergebnisse	13
10.1 Aktivitätskonzentration	13
10.2 Standardunsicherheit der Aktivitätskonzentration	13
10.3 Erkennungsgrenze und Nachweisgrenze	13
10.4 Vertrauensgrenzen	14
11 Kalibrierung	14
12 Analysenbericht	14
Anhang A (informativ) Beispiele für Messverfahren mit Szintillationszellen	16
Anhang B (informativ) Beispiele für ein Messverfahren mit Ionisationskammer	25
Literaturhinweise	32

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 13164-3:2013 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 13164-3:2019 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 13164-3:2013 wurde von CEN als prEN ISO 13164-3:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

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

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

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

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

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

ISO 13164 besteht unter dem allgemeinen Titel *Water quality — Radon-222* aus den folgenden Teilen:

- *Part 1: General principles*
- *Part 2: Test method using gamma-ray spectrometry*
- *Part 3: Test method using emanometry*

Der folgende Teil ist momentan in Vorbereitung:

- *Part 4: Test method using two-phase liquid scintillation counting*

Einleitung

Radioaktivität aus natürlich vorkommenden und anthropogenen Quellen ist in der gesamten Umwelt vorhanden. Daher können Wasserkörper (Oberflächengewässer, Grundwässer, Meerwasser) Radionuklide aus natürlichen und 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, Blei-210, können in Wässern aufgrund natürlicher Ursachen auftreten (z. B. Desorption aus Böden und Auswaschung durch Regenwasser) oder Freisetzungen durch technologische Prozesse unter Verwendung von natürlich auftretenden radioaktiven Materialien (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 vorkommen, da sie routinemäßig in geringen Mengen im Abwasser aus Einrichtungen des Kernbrennstoffkreislaufs in die Umwelt und nach deren Verwendung in unverschlossener Form in der Medizin oder Industrie freigesetzt werden dürfen. Sie sind auch im Wasser zu finden, was auf den radioaktiven Niederschlag zurückzuführen ist, der durch die Explosion von Nuklearwaffen in der Atmosphäre und die Störfälle in Tschernobyl und Fukushima entstanden ist.

Trinkwasser kann daher Radionuklide in Aktivitätskonzentration enthalten, die ein Risiko für die menschliche Gesundheit darstellen könnten. Um die Beschaffenheit von Trinkwasser (einschließlich Mineralwässer und Quellwässer) 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 Weltgesundheitsorganisation (WHO) empfohlen.

Standardprüfverfahren für Radon-222-Aktivitätskonzentrationen in Wasserproben werden von Prüflaboren benötigt, die solche Messungen zur Erfüllung der Anforderungen der nationalen Behörden durchführen. Labore müssen möglicherweise eine besondere Akkreditierung für die Messung von Radionukliden in Trinkwasserproben erlangen.

Die Radonaktivitätskonzentration im Oberflächenwasser ist sehr niedrig, in der Regel unter 1 Bq l^{-1} . Im Grundwasser variiert die Aktivitätskonzentration von 1 Bq l^{-1} bis 50 Bq l^{-1} in Sedimentgesteinsgrundwasserleitern, von 10 Bq l^{-1} bis 300 Bq l^{-1} in Brunnen und von 100 Bq l^{-1} bis $1\,000 \text{ Bq l}^{-1}$ in kristallinen Gesteinen. Die höchsten Aktivitätskonzentrationen werden üblicherweise in Gesteinen mit hoher Urankonzentration gemessen (Literaturhinweis [15]).

Es wurden große Unterschiede in den Aktivitätskonzentrationen von Radon in Grundwasserleitern beobachtet. Selbst in einer Region mit relativ einheitlichen Gesteinsarten kann ein Teil des Brunnenwassers eine Radonaktivitätskonzentration aufweisen, die weit über dem Durchschnittswert derselben Region liegt. Es wurden auch erhebliche saisonale Schwankungen aufgezeichnet (siehe Anhang A).

Wasser kann chemische Substanzen lösen, wenn es von der Bodenoberfläche zu einem Grundwasserleiter oder Quellwasser gelangt. Das Wasser kann durch Gesteine gelangen oder einige Zeit lang in diesen verbleiben, von denen einige Formationen eine hohe Konzentration natürlicher Radionuklide enthalten können. Unter günstigen geochemischen Bedingungen kann das Wasser einige dieser natürlichen Radionuklide selektiv lösen.

Die Leitlinien der WHO zu Radon in der Trinkwasserversorgung aus dem Jahr 2008 schlagen vor, dass Kontrollen durchgeführt werden sollten, wenn die Radonkonzentration von Trinkwasser für die öffentliche Wasserversorgung 100 Bq l^{-1} überschreitet. Es wird auch empfohlen, dass jede neue, insbesondere öffentliche Trinkwasserversorgung mit Grundwasser geprüft wird, bevor sie für den allgemeinen Verbrauch verwendet wird. Wenn die Radonkonzentration 100 Bq l^{-1} überschreitet, sollte eine Aufbereitung der Wasserquelle durchgeführt werden, um die Radonwerte deutlich unter diesen Wert zu senken (Literaturhinweis [16]).

Diese Internationale Norm gehört zu einer Reihe von Internationalen Normen für die Messung von Aktivitätskonzentrationen von Radionukliden in Wasserproben.

Der Ursprung von Radon-222 und seine kurzlebigen Zerfallsprodukte in Wasser sowie andere Messverfahren werden allgemein in ISO 13164-1 beschrieben.

WARNUNG — Personen, die dieses Dokument anwenden, 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, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

WICHTIG — Es ist erforderlich, bei Untersuchungen nach diesem Dokument entsprechend qualifizierte Mitarbeiter einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 13164 legt ein Verfahren zur Bestimmung der Radon-222-Aktivitätskonzentration in einer Wasserprobe fest, nachdem diese durch Entgasen von der wässrigen Phase in die Luftphase übergegangen ist und nachgewiesen wurde. Er gibt Empfehlungen für Schnellmessungen, die innerhalb von weniger als 1 h durchgeführt werden.

Die Radon-222-Aktivitätskonzentrationen, die mit diesem Verfahren unter Verwendung derzeit verfügbarer Instrumente gemessen werden können, reichen von $0,1 \text{ Bq l}^{-1}$ bis zu mehreren hunderttausend Becquerel je Liter für eine 100-ml-Analysenprobe.

Dieses Verfahren wird erfolgreich bei Trinkwasserproben eingesetzt. Das Labor ist dafür verantwortlich, die Gültigkeit dieses Prüfverfahrens für Wasserproben ungeprüfter Matrizen sicherzustellen.

Dieses Prüfverfahren kann vor Ort oder im Labor angewendet werden.

Die Anhänge A und B enthalten Angaben zu den erforderlichen Zählbedingungen, um die für die Trinkwasserüberwachung erforderliche Empfindlichkeit zu erreichen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 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 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 13164-1, *Water quality — Radon-222 — Part 1: General principles*

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

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

IEC 61577-1, *Radiation protection instrumentation — Radon and radon decay product measuring instruments — Part 1: General principles*

IEC 61577-2, *Radiation protection instrumentation — Radon and radon decay product measuring instruments — Part 2: Specific requirements for radon measuring instruments*

3 Begriffe, Symbole und Abkürzungen

3.1 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 80000-10 und ISO 13164-1.

3.2 Symbole und Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die in ISO 80000-10 und ISO 13164-1 festgelegten Symbole sowie die folgenden Symbole.

c	gemessene Radonaktivitätskonzentration in der Luft des Messsystems nach Entgasung, in Becquerel je Kubikmeter
c_0	Radonaktivitätskonzentration in der Luft des Messsystems vor Entgasung, in Becquerel je Kubikmeter
c_A	Aktivitätskonzentration von Radon in Wasser, in Becquerel je Liter
c_A^*	Erkennungsgrenze, in Becquerel je Liter
$c_A^\#$	Nachweisgrenze, in Becquerel je Liter
$c_A^<, c_A^>$	untere und obere Grenze des Vertrauensbereichs, in Becquerel je Liter
f_c	Umrechnungsfaktor von Kubikmeter in Liter: 0,001
f_d	Korrekturfaktor für den Zerfall von Radon im Zeitintervall t , dimensionslos
k_p, k_q	Quantile der Standardnormalverteilung für die Wahrscheinlichkeiten p und q
L	Ostwald-Koeffizient
T_{H_2O}	Wassertemperatur, in Celsius
t	die Zeit zwischen der Probenahme und der Messung, in Sekunden
U	erweiterte Messunsicherheit nach folgender Berechnung: $U = ku(c_A)$ mit $k = 2$
$u(c_A)$	Standardunsicherheit in Bezug auf das Messergebnis
V_{H_2O}	Volumen der Analysenprobe, in Litern
V_a	Luftvolumen im Messsystem, in Kubikmetern
α, β	Wahrscheinlichkeit des Fehlers der ersten bzw. zweiten Art
γ	Wahrscheinlichkeit für den Vertrauensbereich der Aktivitätskonzentration
λ	Zerfallskonstante von Radon-222, in reziproker Sekunde
Φ	Verteilungsfunktion der Standardnormalverteilung

4 Kurzbeschreibung

Die Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Radon-222 in Wasser durch Entgasung in die Luftphase basiert auf:

- Abfüllen einer repräsentativen Probe des Wassers zum Zeitpunkt t in einen geeigneten Behälter;
- Übertragung des im Wasser gelösten Radons in die Luftphase durch Entgasen;
- Nachweis der vom Radon oder seinen in der Luft vorhandenen festen Zerfallsprodukten emittierten Alphastrahlung.

Die Radonaktivitätskonzentration im Wasser wird aus der Aktivitätskonzentration in der Luftphase unter Berücksichtigung des Ostwald-Koeffizienten bestimmt (siehe ISO 13164-1).

5 Probenahme

5.1 Allgemeine Anforderung

Die Probe muss für die zu einem bestimmten Zeitpunkt zu analysierende Umgebung repräsentativ sein.

5.2 Anforderung der Probenahme

Die Probenahme muss unter Einhaltung der Bedingungen und Techniken erfolgen, die in ISO 5667-1, ISO 5667-3 und ISO 13164-1 festgelegt sind. Die Wassertemperatur muss während des Probenahmeverganges gemessen und aufgezeichnet werden.

Der Behälter wird vollständig gefüllt und der Deckel so aufgesetzt, dass keine Luft über der Probe vorhanden ist.

Der Behälter muss so gefüllt sein, dass das Radon in der Wasserprobe nicht entgast wird. Die zu verwendenden Probenahmetechniken variieren je nach tatsächlicher Situation.

Wenn das analytische Labor nicht für die Probenahme zuständig ist, muss das Labor den Behälter zur Messung bereitstellen und der Person, die die Probenahme durchführt, das Probenahmeverfahren genau angeben.

Es wird empfohlen, mehrere Einzelproben zu entnehmen, falls Probleme im Zusammenhang mit den Probenahmebedingungen oder dem Transport der Proben auftreten.

5.3 Probenvolumen

Die Erfahrung zeigt, dass ein Probenvolumen von mindestens 1 l erforderlich ist, damit die Probe für die zu analysierende Umgebung repräsentativ ist.

Empfohlen werden mindestens 1-l-Proben, für die effektive Bestimmung werden jedoch kleinere Analysenteilproben verwendet.

5.4 Behältereigenschaften

Die Auswahl und Vorbereitung eines geeigneten Behälters sind wichtig (siehe ISO 5667-3).

Der Behälter und der Deckel, in denen sich die Probe befindet, müssen den folgenden Anforderungen entsprechen.

- Sie müssen aus inerten Werkstoffen bestehen, die für Radon undurchlässig, nicht hydrophob und leitfähig sind (um Radon und seine Zerfallsprodukte nicht aus der umgebenden Atmosphäre zu adsorbieren).
- Sie müssen stoßfest sein.

Das Volumen des Behälters sollte mit dem Wasservolumen kompatibel sein, das für die verwendete Entgasungstechnik erforderlich ist.

6 Transport und Lagerung

Während des Transports und der Lagerung muss die Probe auf einer Temperatur gehalten werden, die unter der des ursprünglichen Wassers liegt (jedoch über 0 °C), bis sie zur Analyse bereit ist. Der Behälter muss geschützt und dicht versiegelt sein. Der Behälter muss in geeigneter Weise verpackt werden, um ein Auslaufen zu verhindern.

Die Zeitspanne für Transport und Lagerung vor der Analyse muss angesichts der Halbwertszeit von Radon-222, der erwarteten Aktivitätskonzentration und der Nachweisgrenze des zu verwendenden Messverfahrens so kurz wie möglich sein.

Bei Eintreffen im Labor muss die Probe auf einer Temperatur gehalten werden, die unter der des ursprünglichen Wassers liegt (jedoch über 0 °C), wenn sie nicht sofort analysiert werden kann. Die Probe muss so bald wie möglich analysiert werden.

Erfahrungsgemäß darf die Zeit zwischen Probenahme und Analyse 48 h nicht überschreiten.

7 Übertragung von Radon durch Entgasung

7.1 Zweck

Diese Technik wird verwendet, um das im Wasser gelöste Radon in die Luft zu überführen, damit es in seinem gasförmigen Zustand nachgewiesen und gemessen werden kann.

7.2 Kurzbeschreibung

Da der Ostwald-Koeffizient von Radon in Wasser relativ niedrig ist, entgast das gelöste Radon auf natürliche Weise mit relativ langsamer Kinetik (über einige Stunden) in die Luft (siehe ISO 13164-1).

Um den Entgasungsprozess zu beschleunigen, dürfen verschiedene Mittel eingesetzt werden:

- Schütteln der Probe;
- Durchperlen radonfreier Luft durch die Wasserprobe mit feinen Luftblasen zur Vergrößerung der Luftaustauschfläche;
- Verringern des Drucks in der Luftphase.

Um die Nachweisgrenze des Messverfahrens zu verbessern, ist es erforderlich, dass die Radonaktivitätskonzentration in der für den Entgasungsprozess verwendeten Luft so gering wie möglich ist und vor dem Entgasen des Radons aus dem Wasser gemessen wird.

8 Nachweis

8.1 Ziel

Der Detektor dient dazu, die vom Radon und/oder seinen festen Zerfallsprodukten emittierte Alphastrahlung zu quantifizieren, die in direktem Zusammenhang mit der Aktivitätskonzentration des Radons in der Luftphase steht.

8.2 Kurzbeschreibung

Eine Reihe von Nachweisverfahren kann verwendet werden (siehe ISO 11665-1 [1]).

8.3 Silber-aktivierte Zinksulfid-ZnS(Ag)-Szintillation

Einige Elektronen in Szintillationsmedien wie ZnS(Ag) haben die besondere Eigenschaft, Photonen zu emittieren, indem sie in ihren Grundzustand zurückkehren, wenn sie von einem Alphateilchen angeregt werden. Diese emittierten Photonen können mit einem Photovervielfacher nachgewiesen werden.

Dies ist das Prinzip, das für Szintillationszellen (wie Lucas-Zellen) zur Radon-Punktmessung angewendet wird (siehe Literaturhinweis [5]–[7] und ISO 11665-6 [3]).

8.4 Luftionisation

Jedes Alphateilchen erzeugt auf seinem Weg durch die Luft mehrere Zehntausend Ionenpaare, die unter bestimmten Prüfbedingungen einen Ionisationsstrom erzeugen. Obwohl dieser Strom sehr niedrig ist, kann er mit einer Ionisationskammer gemessen werden, die die Aktivitätskonzentration von Radon und seinen Zerfallsprodukten angibt. Bei der Probenahme durch ein Filtermedium diffundiert nur Radon in die Ionisationskammer und das Signal ist proportional zur Radonaktivitätskonzentration (siehe Literaturhinweis [8]–[10] und ISO 11665-5 [2]).

8.5 Halbleiter (Alphadetektor)

Ein Halbleiterdetektor, z.B. aus Silizium, wandelt die Energie eines einfallenden Alphateilchens in elektrische Ladungen um. Diese werden in Impulse mit einer Amplitude umgewandelt, die proportional zur Energie der vom Radon und seinen kurzlebigen Zerfallsprodukten emittierten Alphateilchen ist (siehe Literaturhinweis [11]–[13]).

ANMERKUNG Dieses Nachweisprinzip ist gelegentlich mit elektrostatischer Abscheidung der Alphastrahler-Isotope verbunden.

9 Qualitätssicherungs- und Qualitätskontrollprogramm

9.1 Allgemeines

Die Tätigkeiten zur Qualitätskontrolle müssen den Anforderungen von ISO/IEC 17025 entsprechen.

9.2 Einflussgrößen

Verschiedene Größen können zu Messabweichungen führen, die nicht repräsentative Ergebnisse bewirken könnten. Im konkreten Fall des emanometrischen Verfahrens können Einflussgrößen die folgenden Phasen im Messverfahren beeinflussen: Probenahme; Transport und Lagerung der Probe; Übertragung von Radon aus der wässrigen Phase in eine andere; und ebenso die Messung der Radonaktivitätskonzentration.

Bei der Probenahme wird insbesondere Folgendes berücksichtigt:

- Wassertemperatur;
- Turbulenzen im Wasser;
- Luftvolumen im Behälter.

Bei der Übertragung des Radons vom Wasser in die Luft durch Entgasung muss der Einfluss der Wassertemperatur berücksichtigt werden.

Bei der Messung wird insbesondere Folgendes berücksichtigt:

- Lagerbedingungen des Detektors vor Beginn der Messung;
- Stabilität der Eigenschaften des Nachweissystems (Verschmutzung der Nachweisoberfläche, Sättigung usw.);
- mögliche andere vorhandene Alphastrahler (Radon-Isotope) im Nachweisvolumen.

Wenn die Verzögerung zwischen der Probenahme und der Analyse zu groß ist, muss möglicherweise das vorhandene gelöste Radium im Wasser als Einflussgröße berücksichtigt werden.

Wenn das vorhandene ^{226}Ra vermutet wird, wird nach einer Zeitspanne von 10 Halbwertszeiten von ^{222}Rn (38 Tage) eine zweite Messung derselben Probe vorgenommen. Wenn die Radonaktivitätskonzentration im Verhältnis zum anfänglichen Messergebnis unbedeutend ist, wird der Beitrag von ^{226}Ra als vernachlässigbar angesehen. Ist dies nicht der Fall, wird die Aktivitätskonzentration von ^{226}Ra in der Wasserprobe bestimmt.

9.3 Überprüfung der Geräte

Die wesentlichen Geräteparameter (Wirkungsgrad, Nulleffekt) müssen in regelmäßigen Zeitabständen im Rahmen eines vom Labor festgelegten Qualitätssicherungsprogramms und nach den Anweisungen des Herstellers überprüft werden.

9.4 Überprüfung des Verfahrens

Die Genauigkeit des Verfahrens wird regelmäßig überprüft durch:

- Teilnahme an Ringvergleichen;
- Analyse von Referenzmaterialien.

Die Wiederholpräzision des Verfahrens muss ebenfalls überprüft werden, z. B. durch wiederholte Messungen.

Die Annahmekriterien der oben genannten Prüfungen müssen festgelegt werden.

9.5 Nachweis der Eignung der analysierenden Person

Wenn ein Analytiker dieses Verfahren zuvor noch nie angewandt hat, muss eine Untersuchung der Genauigkeit und systematischen Abweichung durch Messung eines Referenz- oder angereicherten Materials als Doppelbestimmung durchgeführt werden. Vom Labor müssen Annahmekriterien festgelegt werden.

Eine ähnliche Prüfung muss von den Analytikern, die routinemäßig dieses Verfahren anwenden, durchgeführt werden, und zwar nach vom Labor festgelegten regelmäßigen Zeitintervallen. Die Annahmekriterien müssen festgelegt werden.

10 Angabe der Ergebnisse

10.1 Aktivitätskonzentration

Die Aktivitätskonzentration von Radon im Wasser c_A , angegeben zum Zeitpunkt der Probenahme, kann mithilfe der Gleichung (1) ermittelt werden:

$$c_A = (c - c_0) \left(L + \frac{V_a}{V_{H_2O}} \right) f_c f_d = (c - c_0) \omega \quad (1)$$

Dabei ist

$$\omega = \left(L + \frac{V_a}{V_{H_2O}} \right) f_c f_d \quad (2)$$

$$f_d = \exp(\lambda t) \quad (3)$$

Der Ostwald-Koeffizient kann durch Gleichung (4) angegeben werden (Literaturhinweis [14]):

$$L = 0,105 + 0,403 \exp(-0,050 \, 2T_{H_2O}) \quad (4)$$

10.2 Standardunsicherheit der Aktivitätskonzentration

Nach ISO/IEC Guide 98-3, [4] wird die Standardunsicherheit von c_A entsprechend Gleichung (5) berechnet:

$$u(c_A) = \sqrt{\omega^2 [u^2(c) + u^2(c_0)] + c_A^2 u_{\text{rel}}^2(\omega)} \quad (5)$$

where

$$u_{\text{rel}}^2(\omega) = \left[\frac{u^2(V_a)}{V_{H_2O}^2} + \frac{V_a^2 u^2(V_{H_2O})}{V_{H_2O}^4} \right] / \omega^2 \quad (6)$$

Dabei werden die Standardunsicherheiten des Ostwald-Koeffizienten L , f_c und f_d vernachlässigt.

10.3 Erkennungsgrenze und Nachweisgrenze

Die charakteristischen Grenzwerte für die Aktivitätskonzentration werden nach ISO 11929 berechnet. Ein Beispiel für die Berechnung von Unsicherheiten und charakteristischen Grenzwerten ist in den Anhängen A und B für zwei spezifische Messverfahren aufgeführt.

10.4 Vertrauensgrenzen

Die untere Grenze $c_A^{\triangleleft}$ und die obere Grenze $c_A^{\triangleright}$ des Vertrauensintervalls werden nach den Gleichungen (7) und (8) berechnet (siehe ISO 11929):

$$c_A^{\triangleleft} = c_A - k_p u(c_A) \text{ mit } p = \omega \left(1 - \frac{\gamma}{2}\right) \quad (7)$$

$$c_A^{\triangleright} = c_A + k_q u(c_A) \text{ mit } q = 1 - \frac{\omega\gamma}{2} \quad (8)$$

Dabei ist

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

ω kann als 1 angenommen werden, wenn $c_A \geq 4u(c_A)$.

In diesem Fall gilt:

$$c_A^{\triangleleft\triangleright} = c_A \pm k_{1-\gamma/2} u(c_A) \quad (9)$$

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

11 Kalibrierung

Kalibrierungen müssen unter den in IEC 61577-1 und IEC 61577-2 festgelegten Bedingungen durchgeführt werden.

12 Analysenbericht

Der Analysenbericht muss den Anforderungen nach ISO/IEC 17025 entsprechen und muss mindestens die folgenden Informationen beinhalten:

- das verwendete Prüfverfahren zusammen mit Verweisung auf den vorliegenden Teil von ISO 13164 (ISO 13164-3:2013);
- Messverfahren;
- Bezeichnung der Probe;
- Messdatum und -uhrzeit;
- Einheiten, in denen die Ergebnisse angegeben werden;
- Ergebnis $c_A \pm u(c_A)$ oder $c_A \pm U$ mit zugehörigem k -Wert.

Es können ergänzende Informationen angegeben werden wie die folgenden:

- Probenahmedatum und -uhrzeit;
- Probenahmeort;
- Wahrscheinlichkeiten α, β und $(1 - \gamma)$;

- j) Erkennungsgrenze und Nachweisgrenze — je nach Kundenbedürfnissen wird das Ergebnis unterschiedlich angegeben:
- wenn die Aktivitätskonzentration mit der Erkennungsgrenze verglichen wird (siehe ISO 11929), muss das Messergebnis als $\leq c_A^*$ angegeben werden, wenn das Ergebnis unterhalb der Erkennungsgrenze liegt,
 - wenn die Aktivitätskonzentration mit der Nachweisgrenze verglichen wird, kann das Messergebnis als $\leq c_A^\#$ angegeben werden, wenn das Ergebnis unterhalb der Nachweisgrenze liegt — übersteigt die Nachweisgrenze den Richtwert, muss dokumentiert werden, dass das Verfahren für den Messzweck nicht geeignet ist;
- k) Aktivitätskonzentration von ^{226}Ra , wenn das Vorhandensein in der Wasserprobe nachgewiesen wird;
- l) alle relevanten Umstände, die die Ergebnisse wahrscheinlich beeinflusst haben.

Die Ergebnisse werden in einem ähnlichen Format wie in ISO 13164-1 dargestellt angegeben (siehe Anhang B).