

DIN EN ISO 13164-4



ICS 13.060.60; 17.240

Einsprüche bis 2019-10-30

Entwurf**Wasserbeschaffenheit –****Radon-222 –****Teil 4: Verfahren mittels zweistufiger Flüssigszintillationszählung
(ISO 13164-4:2015);****Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 13164-4:2019**

Water quality –

Radon-222 –

Part 4: Test method using two-phase liquid scintillation counting (ISO 13164-4:2015);
German and English version prEN ISO 13164-4:2019

Qualité de l'eau –

Radon 222 –

Partie 4: Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide à deux phases
(ISO 13164-4:2015);

Version allemande et anglaise prEN ISO 13164-4:2019

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 40 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 13164-4:2015 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 13164-4:2019 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:

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

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 3696, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen*

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 4: Verfahren mittels zweistufiger Flüssigszintillationszählung (ISO 13164-4:2015)

Qualité de l'eau — Radon 222 — Partie 4 : Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide à deux phases (ISO 13164-4:2015)

Water quality — Radon-222 — Part 4: Test method using two-phase liquid scintillation counting (ISO 13164-4:2015)

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.....	7
3.1 Begriffe.....	7
3.2 Symbole und Abkürzungen.....	7
4 Kurzbeschreibung.....	8
5 Reagenzien und Geräte.....	9
5.1 Reagenzien.....	9
5.2 Prüfgeräte.....	9
6 Probenahme.....	9
6.1 Allgemeines.....	9
6.2 Probenahme mit Aufbereitung der Probe „vor Ort“.....	10
6.3 Probenahme ohne Aufbereitung der Probe „vor Ort“.....	10
7 Geräte-Einstellung und Kalibrierung.....	10
7.1 Aufbereitung von Kalibrierproben.....	10
7.2 Optimierung der Zählbedingungen.....	10
7.3 Nachweiswahrscheinlichkeit.....	10
7.4 Vorbereitung und Messung von Blindproben.....	11
8 Probenvorbereitung und Messung.....	11
9 Angabe der Ergebnisse.....	12
9.1 Berechnung der Aktivität je Masseinheit.....	12
9.2 Standardunsicherheit.....	12
9.3 Erkennungsgrenze.....	13
9.4 Nachweisgrenze.....	13
9.5 Vertrauensgrenzen.....	13
9.6 Berechnungen mittels Aktivitätskonzentration.....	14
10 Prüfung auf Störungen.....	14
11 Qualitätskontrolle.....	14
12 Analysenbericht.....	14
Anhang A (informativ) Setup-Parameter und Validierungsdaten.....	16
Literaturhinweise.....	20

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 13164-4:2015 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 13164-4:2019 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 13164-4:2015 wurde von CEN als prEN ISO 13164-4:2019 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.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der WTO-Grundsätze zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: Foreword - Supplementary information.

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*
- *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 oder anthropogenen Quellen bzw. aus beiden 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 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 einige gammastrahlende Radionuklide, können ebenfalls in natürlichen Wässern als Ergebnis genehmigter routinemäßiger Freisetzungen geringen Umfangs in die Umwelt über Einleitungen aus Einrichtungen zur Gewinnung nuklearer Energie vorkommen. Radionuklide werden auch in die Umwelt freigesetzt, nachdem sie in unversiegelter Form in der Medizin oder in industriellen Anwendungen eingesetzt wurden. Sie sind auch im Wasser zu finden, als Ergebnis des radioaktiven Niederschlags, der durch die Explosion von Nuklearwaffen in der Atmosphäre und die Störfälle, wie solchen, die sich in Tschernobyl und Fukushima ereigneten, 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 und möglicherweise von einigen nationalen Behörden gefordert.

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 (siehe Literaturhinweis [9]).

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 ISO 13164-1:2013, 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 (siehe Literaturhinweis [10]).

Dieser Teil von ISO 13164 gehört zu der Reihe, die sich mit der Messung von Aktivitätskonzentrationen von Radionukliden in Wasserproben befasst.

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

WARNUNG — Anwender dieses Teils von ISO 13164 sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieser Teil von ISO 13164 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 unbedingt erforderlich, bei Untersuchungen nach diesem Teil von ISO 13164 entsprechend qualifizierte Mitarbeiter einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 13164 beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Radon-222 (^{222}Rn) in nicht salzhaltigen Gewässern durch Extraktion und Flüssigszintillationszählverfahren.

Die Radon-222-Aktivitätskonzentrationen, die mit diesem Verfahren unter Verwendung derzeit verfügbarer Instrumente gemessen werden können, liegen mindestens über $0,5 \text{ Bq l}^{-1}$ für eine 10-ml-Analysenprobe und einen Messzeitraum von 1 h.

Dieses Verfahren kann mit Trinkwasserproben erfolgreich angewendet werden, und es liegt in der Verantwortung des Labors, die Gültigkeit dieses Verfahrens für Wasserproben nicht geprüfter Matrizen sicherzustellen.

Anhang A enthält Angaben zu den erforderlichen Zählbedingungen, um die für die Trinkwasserüberwachung erforderlichen Nachweisgrenzen zu erreichen.

2 Normative Verweisungen

Auf die folgenden Dokumente wird in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes normativ verwiesen, so dass sie für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich sind. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

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

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

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

3 Begriffe, Symbole und Abkürzungen

3.1 Begriffe

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

3.2 Symbole und Abkürzungen

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

a Massenaktivität der Probe, in Becquerel je Gramm

a_S Massenaktivität der Standardlösung zum Zeitpunkt der Messung, in Becquerel je Gramm

a^* Erkennungsgrenze für die Gesamtmassenaktivität, in Becquerel je Gramm

$a^{\#}$	Nachweisgrenze für die Gesamtmassenaktivität, in Becquerel je Gramm
$a^{\triangleleft}, a^{\triangleright}$	untere und obere Grenze des Vertrauensbereichs, in Becquerel je Gramm
c_A	Aktivitätskonzentration, in Becquerel je Liter
m	Masse der Analysenprobe, in Gramm
m_S	Masse der zur Herstellung des Zählstandards verwendeten Standardlösung, in Gramm
r_0	Zählrate der Blindprobe, in reziproken Sekunden
r_g	Bruttoimpulsanzahl der Probe, in reziproken Sekunden
r_S	Zählrate des Standards im Zählfenster (Alpha + Beta), in reziproken Sekunden
t_0	Messdauer der Blindprobe, in Sekunden
t_g	Messdauer der Analysenprobe, in Sekunden
t_S	Messdauer der Kalibrierprobe, in Sekunden
$u(a)$	mit dem Messergebnis verbundene Standardunsicherheit, in Becquerel je Gramm
U	erweiterte Messunsicherheit nach folgender Berechnung: $U = ku(a)$ mit $k = 2$, in Becquerel je Gramm
w	Koeffizient gleich $1/(\varepsilon m)$, in reziproken Gramm
ε	Gesamtwirkungsgrad
ρ	Dichte, in Gramm je Liter

4 Kurzbeschreibung

^{222}Rn wird mit einem nicht mit Wasser mischbaren Szintillationscocktail (ohne Emulgator) im Szintillationsfläschchen aus wässriger Lösung extrahiert und gezählt, sobald das Gleichgewicht mit seinen kurzlebigen Zerfallsprodukten erreicht ist. [1] [2] [3] [4]

Die wässrige Probe wird mittels einer gasdichten Spritze aus dem Inneren des Wasservolumens (d. h. weit unter der Oberfläche) entnommen, um Radonverluste während der Probenahme zu vermeiden, und in ein Szintillationsfläschchen überführt, das die gewünschte Menge an Szintillationscocktail enthält. Aus dem gleichen Grund wird die Wasserprobe unterhalb der Cocktailoberfläche injiziert. Das Fläschchen wird fest verschlossen, geschüttelt und 3 h lang vorzugsweise im Dunkeln und bei kontrollierter Temperatur aufbewahrt. Die Probe wird dann mit einem Flüssigszintillationszähler gezählt. Es werden entweder Gesamtzählungen (Alpha + Beta) oder nur Alpha-Zählungen berücksichtigt. Unter diesen Bedingungen werden ^{222}Rn und dessen kurzlebige Zerfallsprodukte (^{218}Po , ^{214}Pb , ^{214}Bi und ^{214}Po) gemessen.