

DIN EN ISO 13164-4



ICS 13.060.60; 17.240

Entwurf

Einsprüche bis 2023-11-15
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 13164-4:2020-12

**Wasserbeschaffenheit –
Radon-222 –
Teil 4: Verfahren mittels zweistufiger Flüssigszintillationszählung
(ISO/FDIS 13164-4:2023);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 13164-4:2023**

Water quality –
Radon-222 –
Part 4: Test method using two-phase liquid scintillation counting (ISO/FDIS 13164-4:2023);
German and English version prEN ISO 13164-4:2023

Qualité de l'eau –
Radon 222 –
Partie 4: Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide à deux phases
(ISO/FDIS 13164-4:2023);
Version allemande et anglaise prEN ISO 13164-4:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-09-15 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 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 50 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 13164-4:2023) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung (CEN/TC 230, ISO/TC 147)“ 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.

Für die in diesem Dokument zitierten 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 11929-1:2019	siehe	DIN EN ISO 11929-1:2021-11
ISO 13164-1:2013	siehe	DIN EN ISO 13164-1:2020-12
ISO 80000-1	siehe	DIN EN ISO 80000-1
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

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 13164-4:2020-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) in 3.2 wurde der Index an die neueren Normen angepasst;
- b) in Abschnitt 8 wurde eine Anmerkung hinzugefügt;
- c) in A.4.2 wurden die Angaben zur Effizienz und Wiederholbarkeit überarbeitet und aktualisiert;
- d) in A.4.2 wurde ein Unterabschnitt über die Reproduzierbarkeit hinzugefügt;
- e) redaktionelle Überarbeitung des Dokuments.

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 11929-1:2021-11, *Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Überdeckungsintervalls) bei Messungen ionisierender Strahlung — Grundlagen und Anwendungen — Teil 1: Elementare Anwendungen (ISO 11929-1:2019); Deutsche Fassung EN ISO 11929-1:2021*

DIN EN ISO 13164-1:2020-12, *Wasserbeschaffenheit — Radon-222 — Teil 1: Grundlagen (ISO 13164-1:2013, korrigierte Fassung 2013-11-15); Deutsche Fassung EN ISO 13164-1:2020*

DIN EN ISO 80000-1, *Größen und Einheiten — Teil 1: Allgemeines*

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

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

– *Entwurf* –

E DIN EN ISO 13164-4:2023-10

– Leerseite –

**Wasserbeschaffenheit – Radon-222 – Teil 4: Verfahren mittels zweistufiger
Flüssigszintillationszählung (ISO/FDIS 13164-4:2023)**

Water quality – Radon-222 – Part 4: Test method using two-phase liquid scintillation counting
(ISO/FDIS 13164-4:2023)

Qualité de l'eau – Radon 222 – Partie 4: Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide à
deux phases (ISO/FDIS 13164-4:2023)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe und Symbole	8
3.1 Begriffe	8
3.2 Symbole	9
4 Grundlage des Verfahrens	10
5 Probenahme	10
5.1 Allgemeines	10
5.2 Probenahme mit Aufbereitung der Probe „vor Ort“	10
5.3 Probenahme ohne Aufbereitung der Probe „vor Ort“	10
6 Reagenzien und Geräte	11
6.1 Reagenzien	11
6.2 Geräte	11
7 Vorgehensweise	11
7.1 Aufbereitung von Kalibrierproben	11
7.2 Optimierung der Zählbedingungen	12
7.3 Nachweiswahrscheinlichkeit	12
7.4 Vorbereitung und Messung von Blindproben	12
7.5 Probenvorbereitung und Messung	13
8 Qualitätssicherungs- und Qualitätskontrollprogramm	14
8.1 Allgemeines	14
8.2 Variablen, die die Messung beeinflussen könnten	14
8.3 Verifizierung des Geräts	14
8.4 Verunreinigung	14
8.5 Prüfung auf Störungen	14
8.6 Verifizierung des Verfahrens	14
8.7 Nachweis der Befähigung des Chemikers	14
9 Angabe der Ergebnisse	15
9.1 Allgemeines	15
9.2 Zählrate	15
9.3 Berechnung der Aktivitätskonzentration je Masseinheit	15
9.4 Kombinierte Unsicherheit	15
9.5 Erkennungsgrenze	16
9.6 Nachweisgrenze	16
9.7 Wahrscheinlichkeitsbasierter symmetrischer Anteilsbereich	17
9.7.1 Grenzen des wahrscheinlichkeitsbasierten symmetrischen Anteilsbereichs	17
9.7.2 Kürzester Anteilsbereich	17
9.8 Berechnungen mittels Aktivitätskonzentration	17
10 Analysenbericht	17
Anhang A (informativ) Setup-Parameter und Validierungsdaten	19
A.1 Allgemeines	19
A.2 Geräte-Einstellung und Kalibrierung	19
A.3 Angabe der Ergebnisse	21
A.4 Validierungsdaten	21
A.4.1 Linearität	21
A.4.2 Präzision unter Zwischenbedingungen	22
A.4.3 Genauigkeit (Richtigkeit)	22
A.4.4 Vergleichpräzision	23

A.4.5	Nachweisgrenze	24
A.4.6	Unsicherheit	24
	Literaturhinweise	25

Bilder

Bild A.1	— LSC-Spektrum	20
Bild A.2	— Ergebnisse der durch Anwendung von ISO 13164-4 erhaltenen Ergebnisse der Vergleichsprüfung JRC-REM 2018	23

Tabellen

Tabelle A.1	— Kalibrierungsparameter	21
Tabelle A.2	— Charakteristische Grenzen	21
Tabelle A.3	— CPS (Impulse je Sekunde) bei verschiedenen Aktivitätskonzentrationswerten	22
Tabelle A.4	— Wiederholpräzision (mittel)	22
Tabelle A.5	— Analyse der durch Anwendung von ISO 13164-4 erhaltenen Ergebnisse der Vergleichsprüfung JRC-REM 2018	23

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 13164-4:2023) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 13164-4:2020 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/FDIS 13164-4:2023 wurde von CEN als prEN ISO 13164-4:2023 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*, in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 230, *Wasseranalytik*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 13164-4:2015) die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen sind folgende:

- 3.2: Der Index wurde nach Normen jüngeren Datums geändert;
- Abschnitt 8: Eine Anmerkung wurde hinzugefügt;
- A.4.2: Wirkungsgrad- und Wiederholbarkeitsdaten wurden überarbeitet und aktualisiert;
- A.4.2: Ein Unterabschnitt zur Vergleichpräzision wurde hinzugefügt.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 13164 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

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

Radionuklide sind in der gesamten Umwelt vorhanden; daher enthalten Gewässer (z. B. Oberflächengewässer, Grundwässer, Meerwasser) Radionuklide, die aus natürlichen oder anthropogenen Quellen stammen können:

- Natürliche Radionuklide, einschließlich ^3H , ^{14}C , ^{40}K und solche aus der Thorium- und Uran-Zerfallsreihe, insbesondere ^{210}Pb , ^{210}Po , ^{222}Rn , ^{226}Ra , ^{228}Ra , ^{227}Ac , ^{231}Pa , ^{234}U und ^{238}U , können in Gewässern aufgrund natürlicher Prozesse auftreten (z. B. Desorption aus Böden, Auswaschung durch Regenwasser) oder durch technologische Prozesse unter Verwendung von natürlich auftretenden radioaktiven Materialien freigesetzt werden (z. B. Bergbau, Verarbeitung von Mineralien, Öl-, Gas- und Kohleerzeugung, Wasseraufbereitung und Produktion und Anwendung von Phosphat-Düngern);
- Anthropogene Radionuklide wie ^{55}Fe , ^{59}Ni , ^{63}Ni , ^{90}Sr , ^{99}Tc , Transuranelemente (z. B. Np, Pu, Am und Cm) und einige gammastrahlende Radionuklide wie ^{60}Co und ^{137}Cs können ebenfalls in natürlichen Gewässern vorkommen. Kleine Mengen von anthropogenen Radionukliden können als Ergebnis genehmigter routinemäßiger Freisetzungen von kerntechnischen Anlagen in die Umwelt gelangen. Die in Abwässern vorhandenen Radionuklide werden üblicherweise kontrolliert, bevor sie in der Umwelt [1] und in Gewässern freigesetzt werden. In medizinischen und industriellen Anwendungen verwendete anthropogene Radionuklide können nach der Verwendung in die Umwelt freigesetzt werden. Anthropogene Radionuklide kommen in Gewässern außerdem aufgrund der Verunreinigung von radioaktivem Niederschlag, der durch oberirdische Nukleardetonationen und Unfälle wie jene, die sich in den kerntechnischen Anlagen von Tschernobyl und Fukushima ereignet haben, entstanden ist, vor.

Die Aktivitätskonzentration von Radionukliden in Gewässern kann entsprechend den lokalen geologischen Charakteristiken und klimatischen Bedingungen variieren und lokal und zeitlich durch Freisetzungen aus kerntechnischen Anlagen während planmäßiger, bestehender und notfallmäßiger Expositionssituationen verstärkt werden. [2], [3] Einige Trinkwasserquellen können daher Radionuklide in Aktivitätskonzentrationen enthalten, die ein Risiko für die menschliche Gesundheit darstellen könnten. Die Weltgesundheitsorganisation (WHO) empfiehlt eine routinemäßige Überwachung der Radioaktivität in Trinkwasser [4] und im Bedarfsfall das Treffen geeigneter Maßnahmen zum Minimieren des Gesundheitsrisikos.

Nationale Bestimmungen legen üblicherweise Grenzen für die Aktivitätskonzentration fest, die in Trinkwasser, Gewässern und Abwässern zur Freisetzung in die Umwelt zugelassen sind. Diese Grenzen können für planmäßige, bestehende und notfallmäßige Expositionssituationen variieren. Beispielsweise sieht für eine planmäßige oder bestehende Situation die WHO-Leitlinie einen Wert für ^{222}Rn in Trinkwasser von $1 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ vor, siehe ANMERKUNG. Das Einhalten dieser Grenzen wird durch Messen der Radioaktivität in Wasserproben und durch Vergleichen der erhaltenen Ergebnisse mit den entsprechenden Unsicherheiten bewertet wie durch ISO/IEC Guide 98-3 [5] und ISO 5667-20 [6] festgelegt.

ANMERKUNG Der im Literaturhinweis [4] berechnete Leitlinienwert ist die Aktivitätskonzentration, die, bei einer Einnahme von $2 \text{ l}\cdot\text{d}^{-1}$ Trinkwasser über ein Jahr, zu einer effektiven Dosis von $0,1 \text{ mSv}\cdot\text{a}^{-1}$ für Mitglieder der Öffentlichkeit führt. Dies ist eine effektive Dosis, die einen sehr geringen Risikograd für die menschliche Gesundheit darstellt und erwartungsgemäß nicht zu feststellbaren nachteiligen Gesundheitsauswirkungen führen wird [4].

Die Aktivitätskonzentration von ^{222}Rn in Oberflächenwasser ist sehr niedrig, in der Regel unter $1 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$. In Grundwasser variiert die Aktivitätskonzentration von $1 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ bis $50 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ in Sedimentgesteinsgrundwasserleitern, von $10 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ bis $300 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ in Brunnen und von $100 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ bis $1\,000 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ in kristallinen Gesteinen. Die höchsten Aktivitätskonzentrationen werden üblicherweise in Gesteinen mit einer hohen Urankonzentration gemessen [7].

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 [8]).

Bei Umständen, unter denen hohe Radonkonzentrationen in Trinkwasser zu erwarten sind, ist es sinnvoll, auf Radon zu messen und, wenn hohe Konzentrationen festgestellt werden, in Erwägung zu ziehen, ob Maßnahmen zum Reduzieren der vorhandenen Konzentrationen gerechtfertigt sind [2].

Dieses Dokument enthält ein Verfahren zum Bestimmen von ^{222}Rn in Wasserproben. Es wurde zum Unterstützen von Laboren entwickelt, die eine Zertifizierung oder Akkreditierung zum Bestimmen von ^{222}Rn in Wasserproben benötigen. Eine Zertifizierung oder Akkreditierung wird manchmal von lokalen und nationalen Behörden sowie von einigen Kunden gefordert. Die Zertifizierung und Akkreditierung werden von einer unabhängigen Stelle erteilt.

Das in diesem Dokument beschriebene Verfahren kann für verschiedene Wasserarten verwendet werden (siehe Abschnitt 1). Kleinere Modifikationen wie Probenvolumen und Messdauer können bei Bedarf vorgenommen werden, um sicherzustellen, dass die charakteristische Grenze, die Erkennungsgrenze, die Nachweisgrenze und Unsicherheiten unter den geforderten Grenzen liegen. Dies kann aus mehreren Gründen erfolgen, beispielsweise aufgrund von Notfällen, niedrigeren nationalen Leitliniengrenzen und betrieblichen Anforderungen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt ein Prüfverfahren 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 über $0,5 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$, was die typische Nachweisgrenze für eine 10-ml-Analysenprobe und einen Messzeitraum von 1 h ist.

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.

WARNUNG — Dieses Dokument erhebt nicht den Anspruch, alle Sicherheitsprobleme im Zusammenhang mit seiner Verwendung zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Arbeitgebers, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

WICHTIG — Es ist unerlässlich, dass nach diesem Dokument durchgeführte Untersuchungen von entsprechend qualifiziertem Personal durchgeführt werden.

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 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*

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

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 und Symbole

3.1 Begriffe

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

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

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

a	Massenaktivität der Probe	$\text{Bq} \cdot \text{g}^{-1}$
a_S	Massenaktivität der Standardlösung zum Zeitpunkt der Messung	$\text{Bq} \cdot \text{g}^{-1}$
$\tilde{a}$	Mögliche oder angenommene wahre Größenwerte der Messgröße	$\text{Bq} \cdot \text{g}^{-1}$
a^*	Erkennungsgrenze für die Gesamtmassenaktivität	$\text{Bq} \cdot \text{g}^{-1}$
$a^\#$	Nachweisgrenze für die Gesamtmassenaktivität	$\text{Bq} \cdot \text{g}^{-1}$
$a^<, a^>$	Jeweils untere und obere Grenze des wahrscheinlichkeitsbasierten symmetrischen Anteilsbereichs der Messgröße	$\text{Bq} \cdot \text{g}^{-1}$
$a^{<,a>}$	Jeweils untere und obere Grenze des kürzesten Anteilsbereichs der Messgröße	$\text{Bq} \cdot \text{g}^{-1}$
c_A	Aktivitätskonzentration	$\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$
m	Masse der Analysenprobe	g
m_S	Masse der zur Herstellung des Zählstandards verwendeten Standardlösung	g
N_0	Zahl der im LSC-Spektrum für eine bestimmte Zeit im interessierenden Bereich der Messgröße gemessenen Nullrate	
N_g	Zahl der im LSC-Spektrum für eine bestimmte Zeit im interessierenden Bereich der Messgröße gemessenen Rate	
r_0	Impulsanzahl der Blindprobe	s^{-1}
r_g	Bruttoimpulsanzahl der Probe	s^{-1}
r_S	Zählrate des Standards im Zählfenster (Alpha + Beta)	s^{-1}
t_0	Messdauer der Blindprobe	s
r_{net}	Nettoimpulsanzahl	s^{-1}
t_g	Messdauer der Analysenprobe	s
$t_{1/2}$	Radioaktive Halbwertszeit eines Isotops	
$u(a)$	Mit den Ergebnissen verbundene Standardunsicherheit	$\text{Bq} \cdot \text{g}^{-1}$
U	Erweiterte Unsicherheit, berechnet unter Verwendung von $U = ku(a)$, mit $k = 2$	$\text{Bq} \cdot \text{g}^{-1}$
w	Koeffizient gleich $1/(\varepsilon m)$	g^{-1}
ε	Gesamtwirkungsgrad	
ρ	Dichte	$\text{g} \cdot \text{l}^{-1}$
u_{rel}^2	Relative Unsicherheit	
$\tilde{u}(\tilde{a})$	Standardunsicherheit von a in Abhängigkeit von ihrem wahren Wert	$\text{Bq} \cdot \text{g}^{-1}$
$\tilde{u}(a^\#)$	Standardunsicherheit einer Schätzung der Messgröße, wenn der wahre Wert der Nachweisgrenze entspricht	
k_p	Quantil der Standardnormalverteilung für die Wahrscheinlichkeit p (zum Beispiel $p = 1 - \alpha$, $1 - \beta$ oder $1 - \gamma/2$)	
λ	Zerfallskonstante des Isotops	
ω	Hilfsmenge	
y	Primäres Messergebnis der Messgröße	
Φ	Verteilungsfunktion der Standardnormalverteilung	

α	Wahrscheinlichkeit der falsch-positiven Entscheidung	
β	Wahrscheinlichkeit der falsch-negativen Entscheidung	

4 Grundlage des Verfahrens

Radon-222 wird mit einem nicht mit Wasser mischbaren Szintillationscocktail (ohne Emulgator) im Szintillationsfläschchen aus wässriger Lösung extrahiert und gezählt, nachdem das Gleichgewicht mit seinen kurzlebigen Zerfallsprodukten erreicht ist [9] [10] [11] [12].

Die wässrige Probe wird mit 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 können entweder Gesamtzählungen (Alpha + Beta) oder nur Alpha-Zählungen berücksichtigt werden. Unter diesen Bedingungen werden ^{222}Rn und dessen kurzlebige Zerfallsprodukte (^{218}Po , ^{214}Pb , ^{214}Bi und ^{214}Po) gemessen.

5 Probenahme

5.1 Allgemeines

Probenahme, Handhabung und Lagerung der Wasserproben müssen wie in ISO 5667-1 und ISO 5667-3 festgelegt erfolgen. Es ist wichtig, dass das Labor eine Probe erhält, die tatsächlich repräsentativ ist und während des Transports oder der Lagerung nicht beschädigt oder modifiziert wurde.

Da Radon leicht aus der Wasserprobe desorbiert wird, sollte darauf geachtet werden, dass während der Probenahme keine Analyten verloren gehen.

5.2 Probenahme mit Aufbereitung der Probe „vor Ort“

Ein Kunststoffröhrchen wird mit einem geeigneten Formstück an einem Wasserhahn befestigt. Das andere Ende des Röhrchens wird in einen Weithalskolben (6.2.3) eingeführt. Das Wasser soll gleichmäßig zum Befüllen fließen und das Wasservolumen sollte volumenmäßig zwei- oder dreimal überlaufen. Das Fließen wird so angepasst, dass Turbulenzen, Blasen und leere Volumina sowohl im Röhrchen als auch im Kolben vermieden werden.

Das Wasserproben-Aliquot wird mit einer gasdichten Spritze (6.2.4) aufgezogen, wobei die Nadel weit unter die Oberfläche eingeführt wird. Die Probenahmezeit muss zum Berechnen der Zerfallskorrektur aufgezeichnet werden.

Die Zählquelle wird nach dem in 7.5 beschriebenen Verfahren vorbereitet.

5.3 Probenahme ohne Aufbereitung der Probe „vor Ort“

Ein Kunststoffröhrchen wird mit einem geeigneten Formstück an einem Wasserhahn befestigt. Das andere Ende des Röhrchens wird in eine Weithals-Glasflasche (6.2.2) eingeführt. Das Wasser soll gleichmäßig aus der Flasche fließen und etwa 2 min lang überlaufen. Das Fließen wird so angepasst, dass Turbulenzen, Blasen und leere Volumina sowohl im Röhrchen als auch in der Flasche vermieden werden. Das Röhrchen wird vorsichtig herausgezogen und der Deckel fest verschraubt, um Leerraum zu vermeiden. Für die Probenahme ist in der Regel eine 1-l-Flasche geeignet. Die Probenahmezeit muss zum Berechnen der Zerfallskorrektur aufgezeichnet werden.

Die Probe sollte ins Labor transportiert und nach idealerweise innerhalb von 48 h analysiert werden. Die Probe sollte nicht frieren, um ein Zerbrechen des Behälters zu vermeiden. Wenn die Flasche ohne Blasen und dicht

verschlossen vollständig gefüllt ist, kann die Probe normal im Straßenverkehr ausgeliefert werden, ohne dass wesentliche Radonverluste auftreten, selbst wenn die Proben erhöhten Umgebungstemperaturen ausgesetzt sind [14].

6 Reagenzien und Geräte

6.1 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen von anerkannter analytischer Qualität sein und dürfen mit Ausnahme von 6.1.4 keine nachweisbare Alpha- und Beta-Aktivität enthalten.

6.1.1 Wasser, destilliert oder entionisiert, entsprechend ISO 3696, Qualität 3.

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

6.1.2 Szintillationscocktail, handelsübliche Szintillationscocktails, nicht mit Wasser mischbar.

6.1.3 Ethanol, 95 %.

6.1.4 Radium-Standardlösung.

^{226}Ra -Standardlösungen müssen mit Kalibrierungszertifikaten versehen sein, die mindestens die Aktivitätskonzentration, die Messunsicherheit und/oder die Erklärung über die Einhaltung einer bestimmten messtechnischen Spezifikation enthalten.

6.2 Geräte

6.2.1 Waage.

6.2.2 Weithalsprobeflaschen aus Glas, Volumen von 500 ml bis 1 l.

6.2.3 Weithalskolben, Volumen von 500 ml bis 1 l.

6.2.4 Gasdichte Spritze.

6.2.5 Flüssigszintillationszähler, vorzugsweise mit thermostatisierter Zählkammer und vorzugsweise Zähler für extrem niedrige Messwerte für bessere Nachweisgrenzen.

6.2.6 Polyethylen-Szintillationsfläschchen, PTFE-beschichtet, Volumen 20 ml.

6.2.7 Szintillationsfläschchen aus Glas, kaliumarmes Glas, Volumen 20 ml.

ANMERKUNG PTFE-beschichtete Polyethylen-Fläschchen sind die bessere Wahl, da sie sowohl die Diffusion des Cocktails in die Wand des Fläschchens als auch Radonverlust und die Absorption von Radon aus der äußeren Umgebung verhindern. Glasfläschchen bieten ähnliche Vorteile, weisen aber aufgrund des ^{40}K -Gehalts einen deutlich höheren Nulleffekt auf.

7 Vorgehensweise

7.1 Aufbereitung von Kalibrierproben

Eine genau bestimmte Menge m_s der ^{226}Ra -Standardlösung (6.1.4) wird in ein 20-ml-Szintillationsfläschchen (6.2.6 oder 6.2.7) überführt. Mit Laborwasser (6.1.1) (siehe ISO 3696) wird auf die zuvor gewählte Masse (z. B. 10 g) verdünnt. Der Szintillationscocktail (6.1.2) wird hinzugegeben. Die Probe wird mindes-