

DIN EN ISO 13165-2



ICS 13.060.60; 17.240

Entwurf

Einsprüche bis 2021-11-17
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 13165-2:2020-12

Wasserbeschaffenheit –**Radium 226 –****Teil 2: Verfahren mittels Emanometrie (ISO/DIS 13165-2:2021);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 13165-2:2021**

Water quality –

Radium-226 –

Part 2: Test method using emanometry (ISO/DIS 13165-2:2021);

German and English version prEN ISO 13165-2:2021

Qualité de l'eau –

Radium 226 –

Partie 2: Méthode d'essai par émanométrie (ISO/DIS 13165-2:2021);

Version allemande et anglaise prEN ISO 13165-2:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-09-17 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.

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 47 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 13165-2:2021) 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 Unterausschuss NA 119-01-03-08 UA „Radioaktivitätsmessung im Wasser“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

DIN EN ISO 13165 besteht unter dem allgemeinen Titel *Wasserbeschaffenheit — Radium-226* aus den folgenden Teilen:

- *Teil 1: Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler*
- *Teil 2: Verfahren mittels Emanometrie*
- *Teil 3: Verfahren mittels Kopräzipitation und Gammaskpektrometrie*

Bezeichnung des Verfahrens:

Radium-226 — Verfahren mittels Emanometrie (C 26):

Verfahren DIN EN ISO 13165-2 — C 26

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 5667-14	siehe	DIN EN ISO 5667-14
ISO 11929-1	siehe	DIN EN ISO 11929-1
ISO 80000-10	siehe	DIN EN ISO 80000-10
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 13165-2:2020-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) neue gemeinsame Einleitung;
- b) Einführung des kürzesten Überdeckungsintervalls in Übereinstimmung mit der neuen Normenreihe ISO 11929;
- c) Änderung der Angaben zum Analysenbericht;
- d) Norm wurde redaktionell überarbeitet.

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:

Radium-226 — Verfahren mittels Emanometrie (C 26).

Die als DIN-Normen veröffentlichten Deutschen Einheitsverfahren sind bei der Beuth Verlag GmbH einzeln oder zusammengefasst erhältlich. Außerdem werden die genormten Deutschen Einheitsverfahren in der Loseblattsammlung „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ gemeinsam von der Beuth Verlag GmbH und der Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA publiziert.

Normen oder Norm-Entwürfe mit dem Gruppentitel „*Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung*“ sind in folgende Gebiete (Haupttitel) aufgeteilt:

Allgemeine Angaben (Gruppe A)

Sensorische Verfahren (Gruppe B)

Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)

Anionen (Gruppe D)

Kationen (Gruppe E)

Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F)

Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)

Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)

Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)

Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)

Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)

Einzelkomponenten (Gruppe P)

Schlamm und Sedimente (Gruppe S)

Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Telefon 030 2601–2448, oder die Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin, Auskunft.

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 11929-1, *Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Überdeckungsintervalls) bei Messungen ionisierender Strahlung — Grundlagen und Anwendungen — Teil 1: Elementare Anwendungen*

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*

Wasserbeschaffenheit — Radium 226 — Teil 2: Verfahren mittels Emanometrie (ISO/DIS 13165-2:2021)

Qualité de l'eau — Radium 226 — Partie 2: Méthode d'essai par émanométrie (ISO/DIS 13165-2:2021)

Water quality — Radium-226 — Part 2: Test method using emanometry (ISO/DIS 13165-2:2021)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe und Symbole	7
3.1 Begriffe	7
3.2 Symbole	8
4 Grundlage des Verfahrens	8
5 Reagenzien und Geräte	9
5.1 Reagenzien	9
5.2 Geräte	9
6 Probenahme und Lagerung	10
6.1 Probenahme	10
6.2 Lagerung der Probe	10
7 Abläufe	10
7.1 Probenvorbereitung	10
7.2 Messbedingungen	11
7.3 Zählverfahren	11
8 Qualitätssicherungs- und Qualitätskontrollprogramm	12
8.1 Allgemeines	12
8.2 Einflussgrößen	12
8.3 Überprüfung der Geräte und Kalibrierung	12
8.4 Überprüfung des Verfahrens	12
8.5 Nachweis der Eignung der analysierenden Person	13
9 Angabe der Ergebnisse	13
9.1 Aktivitätskonzentration von wasserlöslichem ²²⁶ Ra	13
9.2 Standardunsicherheit der Aktivitätskonzentration	13
9.3 Grenzen des Vertrauensbereichs	14
9.4 Beispiel	15
10 Analysenbericht	15
Anhang A (informativ) Zerfallsreihen von Uran-238 und Thorium-232	17
Anhang B (informativ) Bubbler	19
Anhang C (informativ) Szintillationszelle aus Glas	20
Literaturhinweise	21

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 13165-2:2021) 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 13165-2:2020 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 13165-2:2021 wurde von CEN als prEN ISO 13165-2:2021 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-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.

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.

Eine Liste aller Teile der Normenreihe ISO 13165 ist auf der ISO-Website zu finden.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 13165-2:2014), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- neue gemeinsame Einleitung;
- Einführung des kürzesten Überdeckungsintervalls in Übereinstimmung mit der neuen Normenreihe ISO 11929;
- Änderung der Angaben zum Analysenbericht.

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 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 und ^{210}Pb , können in Wässern auf Grund 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 als Ergebnis genehmigter betrieblicher Freisetzungen geringen Umfangs in die Umwelt über Einleitungen aus Einrichtungen zur Gewinnung nuklearer Energie vorkommen. Radionuklide werden ebenfalls über die medizinische und industrielle Anwendung in ungekapselter Form in die Umwelt freigesetzt. Sie werden im Wasser 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.

Radionuklidaktivitätskonzentrationen in Wasserkörpern können auf Grund lokaler geologischer und klimatischer Bedingungen variieren und können lokal und zeitweise durch Freisetzungen aus Nukleareinrichtungen während geplanter, tatsächlicher und notfallbedingter Expositionssituationen [1] erhöht sein. Trinkwasser kann daher Radionuklide in Aktivitätskonzentrationen enthalten, die ein Risiko für die menschliche Gesundheit darstellen könnten.

Radionuklide in flüssigen Einleitungen werden üblicherweise vor der Einleitung in die Umwelt und in Wasserkörper kontrolliert [2]. Die Radioaktivität von Trinkwasser wird nach den Empfehlungen der World Health Organization (WHO) [3] überwacht, sodass geeignete Maßnahmen getroffen werden können, um negative Auswirkungen auf die Gesundheit der Bevölkerung abzuwenden. Unter Befolgung dieser internationalen Empfehlungen werden durch nationale Rechtsvorschriften üblicherweise zulässige Grenzwerte für Radionuklidkonzentrationen in flüssigen Einleitungen in die Umwelt und Radionuklid-Richtwerte für Wasserkörper und Trinkwasser für geplante, tatsächliche und notfallbedingte Expositionssituationen festgelegt. Die Übereinstimmung mit solchen Grenzwerten kann mittels Messergebnissen und den dazu gehörenden Messunsicherheiten, entsprechend ISO/IEC Guide 98-3 [13] und ISO 5667-20 [4] geprüft werden.

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 in einer geplanten oder tatsächlichen Situation für Trinkwasser $1 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ für die ^{226}Ra -Aktivitätskonzentration.

ANMERKUNG 1 Der Richtwert ist die Aktivitätskonzentration, die mit der Aufnahme von 2 l/d Trinkwasser über den Zeitraum von einem Jahr auftritt und zu einer effektiven Dosis von 0,1 mSv/a bei Erwachsenen führt. Dies ist eine effektive Dosis, die nicht Anlass zu nachweisbaren negativen gesundheitlichen Wirkungen gibt [3].

Im Falle eines nuklearen Notfalls wurde in den Codex-Leitlinien der WHO [5] darauf hingewiesen, dass die Aktivitätskonzentrationen höher sein können.

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 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) [5].

Daher kann das Prüfverfahren so angepasst werden, dass die charakteristischen Werte, Entscheidungsschwellenwert, Bestimmungsgrenze und Messunsicherheiten sicherstellen, dass die Radionuklidkonzentrationen verifizierbar unterhalb der Richtwerte liegen, die von einer nationalen Behörde zur Einhaltung in geplanten Routine-Situationen oder in Notfallsituationen festgelegt sind [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 Untersuchungsergebnisse setzen den Betreiber der Anlage/Einrichtung in die Lage, vor der Freisetzung von Abwasser/Einleitungen zu verifizieren, dass Radioaktivitätskonzentrationen nicht die behördlichen Grenzen überschreiten.

Das in diesem Dokument beschriebene Prüfverfahren darf sowohl in geplanten, tatsächlichen und notfallbedingten Expositionssituationen als auch für Abwasser und Einleitungen mit besonderen Modifikationen, die die Gesamtmessunsicherheit, die Bestimmungsgrenze und den Schwellenwert erhöhen könnten, angewendet werden.

Das Prüfverfahren darf für Wasserproben nach geeigneter Probenahme, Probenbehandlung und Aufbereitung der Untersuchungsprobe verwendet werden (siehe betreffenden Teil der Normenreihe ISO 5667).

Dieses Dokument wurde für Prüflabore ausgearbeitet, die diese Messungen durchführen, die manchmal von nationalen autorisierten Stellen gefordert werden, und Labore möglicherweise eine besondere Akkreditierung für die Messung von Radionukliden in Trinkwasserproben erlangen müssen.

Dieses Dokument gehört zu einer Reihe von Internationalen Normen über Prüfverfahren für die Messung von Aktivitätskonzentrationen von Radionukliden in Wasserproben.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Radium-226 (^{226}Ra) in allen Arten von Wasser mittels Emanometrie fest.

Das beschriebene Verfahren eignet sich zur Bestimmung der Gesamtaktivitätskonzentration von löslichem, suspendiertem ^{226}Ra in allen Arten von Wasser mit löslichen ^{226}Ra -Aktivitätskonzentrationen von mehr als $0,02 \text{ Bq l}^{-1}$.

In Wasser mit hohen Aktivitätskonzentrationen von ^{228}Th können Störungen durch ^{220}Rn -Zerfallsprodukte zur Überbewertung der gemessenen Stände führen (siehe Bild A.2).

WARNUNG — Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese Internationale Norm 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 aller anderen Einschränkungen zu bestimmen.

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

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

ISO 11929-1, *Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the coverage interval) for measurements of ionizing radiation — Fundamentals and application — Part 1: Elementary applications*

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 und die folgenden Begriffe.

3.1.1

Bezugsmessnormal

Messnormal, das für die Kalibrierung anderer Messnormale für Mengen einer bestimmten Art in einer bestimmten Organisation oder an einem bestimmten Ort vorgesehen ist

3.1.2

Gebrauchs-Messnormal

Messnormal, das routinemäßig verwendet wird, um Messgeräte oder Messsysteme zu kalibrieren oder zu verifizieren

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein Gebrauchs-Messnormal kann als Lösung mit bekannter Aktivitätskonzentration verwendet werden, die durch genaues Verdünnen oder Lösen eines Bezugsnormals erhalten wird.

3.2 Symbole

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

c_A	^{226}Ra -Aktivitätskonzentration in Wasser	Bq.l^{-1}
c_A^*	Erkennungsgrenze	Bq.l^{-1}
$c_A^\#$	Nachweisgrenze	Bq.l^{-1}
$c_A^<, c_A^>$	untere und obere Grenze des probabilistisch symmetrischen Überdeckungsintervalls	Bq.l^{-1}
$c_A^{<}, c_A^{>}$	untere und obere Grenze des kürzesten Überdeckungsintervalls	Bq.l^{-1}
f_a	Korrekturfaktor für den Einwuchs von ^{222}Rn im Bubbler	
f_d	Korrekturfaktor für den Zerfall von ^{222}Rn im Nachweisvolumen	
n	Anzahl der Zählzyklen	
n_α	Anzahl der in der Zelle vorhandenen Alphastrahler je Becquerel Radon nach einer Wartezeit zwischen Füllzeit und Zähldauer der Zelle (n_α beträgt etwa 3 bei einer Wartezeit von 3 h für 1 Bq Radon)	
N_0	Nulleffektimpulsanzahl	
N	Bruttoimpulsanzahl	
t_c	Zähldauer (gemeinsam für N, N_0)	s
t_i	Dauer der verschiedenen Schritte des Messverfahrens, $i = 0, 1$ und 2	s
U	erweiterte Messunsicherheit nach folgender Berechnung: $U = ku(c_A)$ mit $k = 2$	Bq.l^{-1}
$u(c_A)$	Standardunsicherheit in Bezug auf das Messergebnis	Bq.l^{-1}
V	Volumen der Analysenprobe	l
ε	Gesamteffizienz einschließlich Entgasungseffizienz und Zähleffizienz des Systems für eine Zählung mit einem radioaktiven Gleichgewicht zwischen ^{222}Rn und seinen kurzlebigen Zerfallsprodukten in Impulsen je Sekunde je Becquerel	
λ	Zerfallskonstante von ^{222}Rn	s^{-1}

4 Grundlage des Verfahrens

Dieses Prüfverfahren beruht auf dem Emanations- und Szintillationszählverfahren von ^{222}Rn , einem gasförmigen Tochterprodukt von ^{226}Ra , aus einer Lösung (siehe [8]).

Die Messung der ^{226}Ra -Aktivitätskonzentration in Wasser erfolgt in zwei getrennten Schritten: die Probenvorbereitung, gefolgt von der Messung der Analysenprobe.

Die Vorbereitung besteht aus:

- der Auflösung, wenn Gesamt- oder teilchenförmiges Radium zu untersuchen ist;
- der Filtration, wenn lösliches Radium zu messen ist.

Es folgt gegebenenfalls eine Vorkonzentration und Akkumulation von Zerfallsprodukten ohne anfängliche Trennung.

Nach der Filtration und Ansäuerung wird die Analysenprobe in einen Bubbler eingebracht (siehe Bild B.1) und für den Einwuchs von ^{222}Rn gelagert.

Nach einer geeigneten Einwuchsphase wird das Radongas aus der Lösung entfernt, indem es mit dem radonfreien Gas gespült und in eine Szintillationszelle überführt wird, deren innere Oberfläche mit silberaktiviertem Zinksulfid, $\text{ZnS}(\text{Ag})$, beschichtet ist (siehe Bild C.1) (siehe [10]).

Die Alphateilchen, die durch den Zerfall von ^{222}Rn und seinen kurzlebigen Zerfallsprodukten (^{218}Po , ^{214}Po) erzeugt werden, übertragen ihre Energie, wenn sie das Szintillationsmedium passieren. Bei der Rückkehr in den Grundzustand emittieren die Anregungselektronen im Szintillationsmedium Photonen aus der ZnS(Ag) -Beschichtung, die von einem Photomultiplier nachgewiesen werden können. Der Photomultiplier wandelt die Photonen in elektrische Impulse um, die dann gezählt werden. Die Impulsanzahl ist direkt proportional zur Aktivitätskonzentration von Radon und dessen in der Szintillationszelle vorhandenen Zerfallsprodukten.

Die lösliche ^{226}Ra -Aktivitätskonzentration wird unter Berücksichtigung des bekannten Gleichgewichtszustands zwischen ^{226}Ra und ^{222}Rn nach Überführung von ^{222}Rn in eine Szintillationszelle berechnet.

Aufgrund seiner hohen Ausstrahlungskraft kann Radon auch aus im Wasser suspendierten Partikeln austreten. Bei der Analyse von Rohwasser empfiehlt es sich daher, die Partikelfraktion aufzulösen (siehe [9]).

5 Reagenzien und Geräte

5.1 Reagenzien

Falls nicht anders festgelegt, werden nur analysenreine Reagenzien und destilliertes Wasser oder demineralisiertes Wasser bzw. Wasser von gleicher Reinheit und ohne unerwünschte Radioaktivität verwendet.

5.1.1 Konzentrierte Salpetersäurelösung, HNO_3 .

5.1.2 Salpetersäurelösung verdünnt, kleiner oder gleich 100 g l^{-1} , ohne Alpha-Radioaktivität.

5.1.3 Bezugslösung von ^{226}Ra .

5.1.4 Celluloseesterfilter, Porosität $0,45 \mu\text{m}$.

5.1.5 Salzsäurelösung, wenn die Partikelfraktion von ^{226}Ra ein Lösen erfordert.

5.2 Geräte

Übliche Laborausrüstung und insbesondere die folgenden Geräte:

5.2.1 Heizplatten.

5.2.2 Nadeln, Länge etwa 30 mm, Durchmesser etwa 1,5 mm.

5.2.3 Bubbler, mit einem Volumen von mindestens 125 ml mit zwei Nadelventilen aus (Poly)Tetrafluorethylen (siehe Bild B.1).

5.2.4 Spezialisiertes Festkörper-Szintillationsdetektorset, ausgestattet mit einem Photomultiplier.

5.2.5 Druckmessgerät zur Messung des Drucks.

5.2.6 Szintillationszelle aus Glas mit flachem Boden, Volumen von 250 ml bis 500 ml.

Die innere Oberfläche der Zelle ist mit Ausnahme des Bodens mit silberaktiviertem Zinksulfid, ZnS(Ag) , beschichtet. Die Außenfläche ist mit Ausnahme des flachen Bodens, der das Messfenster bildet, mit einem Licht ausschließenden Werkstoff beschichtet (siehe Bild C.1).

5.2.7 Vakuumpumpe, für eine Druckreduktion von etwa 300 Pa.

5.2.8 Konstanter Alphastrahler, z. B. ^{239}Pu .

6 Probenahme und Lagerung

6.1 Probenahme

Die Probenahmebedingungen müssen ISO 5667-3 entsprechen.

Es ist wichtig, dass das Labor eine Probe erhält, die während des Transports oder der Lagerung nicht beschädigt oder verändert wurde.

6.2 Lagerung der Probe

Falls erforderlich, muss die Wasserprobe (von 0,5 l bis 1,0 l) nach ISO 5667-3 gelagert werden.

Wenn eine Vorkonzentration gewünscht wird, wird die Probe mit HNO_3 auf einen pH-Wert zwischen 1 und 3 angesäuert. Gegebenenfalls wird unmittelbar beim Abfüllen und vor dem Versetzen mit Säure eine Filtration durchgeführt.

Durch das Versetzen der Wasserprobe mit Säure wird der adsorptionsbedingte Verlust von radioaktivem Material minimiert. Wenn eine Filtration der Probe erforderlich ist, wird die Ansäuerung anschließend durchgeführt; andernfalls kann bereits auf den Partikeln adsorbiertes radioaktives Material desorbiert werden.

7 Abläufe

7.1 Probenvorbereitung

Wenn das lösliche Radium und das partikelförmige Radium getrennt gemessen werden müssen, wird die Wasserprobe unter Verwendung eines 0,45- μm -Filters filtriert.

Das anfängliche Probenvolumen beträgt im Allgemeinen 0,5 l oder 1,0 l.

Für 0,5 l werden 5 ml der konzentrierten Salpetersäurelösung (5.1.1) zur Probe gegeben (roh oder filtriert). Die Lösung wird durch Verdampfung ohne Sieden auf ein Volumen von etwa 25 ml konzentriert. Zum Konzentrieren der Probe können alternative Verfahren verwendet werden, z. B. das gleichzeitige Ausfällen von Sulfat und das anschließende Auflösen mit EDTA. In diesem Fall sollte die chemische Ausbeute bestimmt und korrigiert werden, wenn keine vollständige Rückgewinnung von ^{226}Ra sichergestellt ist.

ANMERKUNG Die Partikelfraktion von ^{226}Ra wird durch Mineralisierung mit Salz- oder Salpetersäure gelöst.

Die Lösung wird nach dem Abkühlen in einen Bubbler gegossen, mehrmals mit der verdünnten Salpetersäurelösung (5.1.2) gespült, wobei die Innenwände des Behälters gerieben werden. Die Spüllösungen werden nacheinander in den Bubbler überführt. Das Gesamtvolumen darf 50 ml nicht übersteigen.

Rn-222, das anfänglich im Wasser gelöst war, wird durch einen ersten Sprudelschritt entfernt:

- die Ventile werden geöffnet;
- radonfreies Gas wird mindestens 20 min durch die Wasserprobe mit feinen Luftblasen durchperlt;
- die Ventile werden geschlossen.

Datum und Uhrzeit, die t_0 entsprechen, werden aufgezeichnet.

^{222}Rn soll sich im Bubbler mindestens 5 d lang anlagern (mindestens 2 d, wenn die Ergebnisse dringend benötigt werden und vorausgesetzt, die Aktivitätskonzentration beträgt mindestens 2 Bq l^{-1}).

Die Bildung von Niederschlägen im Bubbler während der Einwachsphase von ^{222}Rn zeigt, dass die Rückgewinnung von ^{222}Rn beeinträchtigt werden kann und dass für die Probenvorbereitung ein zusätzlicher Filtrationsschritt erforderlich ist.

7.2 Messbedingungen

Aufgrund des Entgasungsprozesses können nur gasförmige alphastrahlende Radionuklide, ^{219}Rn (Actinon) und ^{220}Rn (Thoron), stören. Es ist zu erwarten, dass Störungen durch diese Radionuklide in Wasser, das nicht durch Industrieabfälle wie Abwässer aus dem Uranabbau verunreinigt ist, sehr selten sind. Da die Halbwertszeiten dieser Nuklide mit weniger als 1 min kurz sind, können nur ihre alphastrahlenden Zerfallsprodukte stören.

7.3 Zählverfahren

Parallel dazu wird die Szintillationszelle wie folgt vorbereitet:

- mit der Pumpe wird ein Vakuum von einigen kPa erzeugt, um die Luft der Szintillationszelle zu entfernen;
- die Zelle wird mit radonfreiem Gas bis zum atmosphärischen Druck gefüllt;
- der Nulleffekt der Zelle wird durch Zählen der elektrischen Impulse vom PMT für eine geeignete Dauer, die der Messdauer der Probe entspricht, gemessen;
- mit der Pumpe wird ein Vakuum von einigen kPa erzeugt, um die Luft der Szintillationszelle wieder zu entfernen.

Der Bubbler (Ventil 2) wird mit der Szintillationszelle verbunden. Um das Radon zu übertragen, wird Ventil 1 geöffnet, und wenn keine Blasen mehr entstehen, wird Ventil 2 geöffnet. Das Sprudeln muss sehr langsam sein (feine Blasen). Wenn die Drücke ausgeglichen sind, ist die Übertragung abgeschlossen (etwa 20 min).

Datum und Uhrzeit, die t_1 entsprechen, werden aufgezeichnet.

Die Ventile werden geschlossen. Der Kolben wird beiseitegestellt.

Für eine optimale Zählung soll das radioaktive Gleichgewicht zwischen ^{222}Rn und dessen kurzlebigen Zerfallsprodukten (^{214}Po , ^{218}Po) in der Szintillationszelle erreicht werden. Das radioaktive Gleichgewicht ist 3 h nach Einleiten des Radongases in die Szintillationszelle erreicht.

Die Szintillationszelle wird auf der Detektor-Photokathode angebracht, und es wird mindestens 1 h lang gezählt, oder wiederholte Zählungen werden durchgeführt, um sicherzustellen, dass das Gleichgewicht erreicht ist. Die Zeit, zu der die Zählung beginnt, ist t_2 .

Schließlich wird die Szintillationszelle unmittelbar nach dem Zählen mit einem radonfreien Gas gespült, um eine weitere Akkumulation von $^{210}\text{Pb}/^{210}\text{Po}$ in der Zelle zu vermeiden.