

DIN EN ISO 13165-3

ICS 13.060.60; 17.240

Einsprüche bis 2019-11-06

Entwurf**Wasserbeschaffenheit –****Radium 226 –****Teil 3: Verfahren mittels Kopräzipitation und Gammaskpektrometrie
(ISO 13165-3:2016);****Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 13165-3:2019**

Water quality –

Radium-226 –

Part 3: Test method using coprecipitation and gamma-spectrometry (ISO 13165-3:2016);
German and English version prEN ISO 13165-3:2019

Qualité de l'eau –

Radium 226 –

Partie 3: Méthode d'essai par coprécipitation et spectrométrie gamma (ISO 13165-3:2016);
Version allemande et anglaise prEN ISO 13165-3:2019**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-09-06 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 42 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 13165-3:2016 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 13165-3:2019 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“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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 6107-2	siehe	DIN ISO 6107-2
ISO 10703	siehe	DIN EN ISO 10703
ISO 11665-1	siehe	DIN EN ISO 11665-1 (VDE 0493-1-6651)
ISO 11665-5	siehe	DIN EN ISO 11665-5 (VDE 0493-1-6655)
ISO 11929	siehe	DIN ISO 11929
ISO 18589-3	siehe	DIN EN ISO 18589-3 (VDE 0493-4-5893)
ISO 80000-10	siehe	DIN EN ISO 80000-10
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

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 10703, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Radionukliden — Verfahren mittels hochauflösender Gammaskpektrometrie*

DIN EN ISO 11665-1 (VDE 0493-1-6651), *Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt — Luft: Radon-222 — Teil 1: Radon und seine kurzlebigen Folgeprodukte: Quellen und Messverfahren*

DIN EN ISO 11665-5 (VDE 0493-1-6655), *Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt — Luft: Radon-222 — Teil 5: Kontinuierliches Messverfahren für die Aktivitätskonzentration*

DIN EN ISO 18589-3 (VDE 0493-4-5893), *Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt — Erdboden — Teil 3: Messung von Gammastrahlen emittierenden Radionukliden mittels Gammaskpektrometrie*

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

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

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

DIN ISO 6107-2, *Wasserbeschaffenheit — Wörterbuch — Teil 2*

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

— Leerseite —

Wasserbeschaffenheit — Radium 226 — Teil 3: Verfahren mittels Kopräzipitation und Gammaskpektrometrie (ISO 13165-3:2016)

*Qualité de l'eau — Radium 226 — Partie 3: Méthode d'essai par coprécipitation et spectrométrie gamma
(ISO 13165-3:2016)*

Water quality — Radium-226 — Part 3: Test method using coprecipitation and gamma-spectrometry (ISO 13165-3:2016)

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	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Symbole	7
5 Kurzbeschreibung der Messung	8
6 Reagenzien und Geräte	8
6.1 Reagenzien	8
6.2 Geräte	9
7 Probenahme	9
7.1 Probenabfüllung	9
7.2 Transport und Lagerung der Probe	9
8 Abläufe	9
8.1 Vorbereitung der Blindprobe	9
8.2 Probenvorbereitung	10
8.3 Zählverfahren	10
9 Qualitätssicherungs- und Qualitätskontrollprogramm	11
9.1 Allgemeines	11
9.2 Einflussgrößen	11
9.3 Überprüfung der Geräte	11
9.4 Überprüfung des Verfahrens	11
9.5 Nachweis der Eignung der analysierenden Person	12
10 Angabe der Ergebnisse	12
10.1 Allgemeines	12
10.2 Aktivitätskonzentration von wasserlöslichem ²²⁶ Ra	12
10.3 Standardunsicherheit der Aktivitätskonzentration	12
10.4 Erkennungsgrenze	13
10.5 Nachweisgrenze	13
10.6 Grenzen des Vertrauensbereichs	13
10.7 Korrekturen der Einwirkungen von anderen Radionukliden und des Nulleffekts	13
10.7.1 Allgemeines	13
10.7.2 Einwirkung von anderen Radionukliden	14
10.7.3 Einwirkungen vom Nulleffekt	15
11 Angabe der Ergebnisse	15
Anhang A (informativ) Uran und seine Zerfallsreihe	17
Literaturhinweise	19

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 13165-3:2016 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 13165-3:2019 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 13165-3:2016 wurde von CEN als prEN ISO 13165-3:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees 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 Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen 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. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien 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 empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

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 13165 besteht unter dem allgemeinen Titel *Water quality — Radium-226* aus den folgenden Teilen:

- *Part 1: Test method using liquid scintillation counting*
- *Part 2: Test method using emanometry*
- *Part 3: Test method using coprecipitation and gamma-spectrometry*

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 und 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 Gammastrahler-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.

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 im Abwasser aus Einrichtungen des Kernbrennstoffkreislaufs vorkommen. Radionuklide werden auch in die Umwelt freigesetzt, nachdem sie in unversiegelter Form in medizinischen und 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, en: World Health Organization) empfohlen und möglicherweise von einigen nationalen Behörden gefordert.

Die Notwendigkeit einer Norm für ein Prüfverfahren für Radium-226-Aktivitätskonzentrationen in Wasserproben ist für Prüflabore gerechtfertigt, die diese Messungen durchführen, die in einigen Fällen von nationalen Behörden gefordert werden, da sie möglicherweise eine besondere Akkreditierung für die Messung von Radionukliden in Trinkwasserproben erlangen müssen.

Die Radium-226-Aktivitätskonzentration kann je nach örtlichen geologischen und klimatischen Merkmalen stark variieren und reicht von $0,001 \text{ Bq l}^{-1}$ in Oberflächengewässern bis zu 50 Bq l^{-1} in natürlichen Grundwässern. Der von der WHO empfohlene Richtwert für Radium-226 im Trinkwasser beträgt 1 Bq l^{-1} (siehe Literaturhinweis [13]).

ANMERKUNG Der Richtwert ist die Aktivitätskonzentration (auf die nächste Größenordnung gerundet), die mit der Aufnahme von $2 \text{ l} \cdot \text{d}^{-1}$ Trinkwasser über eine Zeitspanne von einem Jahr auftritt und zu einer effektiven Dosis von $0,1 \text{ mSv} \cdot \text{y}^{-1}$ bei Erwachsenen führt; dies ist eine effektive Dosis, von der keine nachweisbaren negativen gesundheitlichen Wirkungen erwartet werden.

Diese Internationale Norm gehört zu einer Reihe von Normen zur Bestimmung der Aktivitätskonzentrationen von Radionukliden in Wasserproben.

WARNUNG — Anwender dieses Teils von ISO 13165 sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieser Teil von ISO 13165 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 Teil von ISO 13165 entsprechend qualifizierte Mitarbeiter einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 13165 legt die Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Radium-226 (^{226}Ra) in allen Arten von Wasser durch Mitfällung und anschließende Gammaskpektrometrie fest (siehe ISO 18589-3).

Das beschriebene Verfahren eignet sich zur Bestimmung der Aktivitätskonzentrationen von löslichem ^{226}Ra von mehr als $0,02 \text{ Bq l}^{-1}$ bei einem Probenvolumen von 1 l bis 100 l eines beliebigen Wassertyps.

Für Wasserproben mit einem Volumen von weniger als 1 l kann eine direkte Gammaskpektrometrie nach ISO 10703 mit einer höheren Nachweisgrenze durchgeführt werden.

ANMERKUNG Mit diesem Prüfverfahren können auch andere Radiumisotope, ^{223}Ra , ^{224}Ra und ^{228}Ra , bestimmt werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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 5667-3, *Water quality — Sampling — Part 3: Preservation and handling of water samples*

ISO 10703, *Water quality — Determination of the activity concentration of radionuclides — Method by high resolution gamma-ray spectrometry*

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

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

3 Begriffe

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

3.1 Aktivität
Anzahl spontaner Kernzerfälle, die in einer bestimmten Materialmenge während eines angemessenen kleinen Zeitintervalls, geteilt durch dieses Zeitintervall, auftreten

[QUELLE: ISO 921:1997, 23]

3.2

Bezugsnormal

an einem bestimmten Ort oder bei einer bestimmten Organisation verfügbares Normal, im Allgemeinen von der höchsten metrologischen Qualität, aus der die dort durchgeführten Messungen abgeleitet werden

3.3

Gebrauchsnormal

Normal, das in der Regel gegen ein *Bezugsnormal* (3.2) kalibriert wird und routinemäßig zur Kalibrierung oder Überprüfung von Materialmaßen, Messinstrumenten oder Referenzmaterialien verwendet wird. Es kann als Lösung mit bekannter *Aktivität* (3.1) verwendet werden, die durch genaues Verdünnen oder Lösen eines Bezugsnormals erhalten wird

4 Symbole

Für die Anwendung dieses Teils von ISO 13165 gelten die in ISO 11929 und ISO 80000-10 festgelegten Symbole sowie die folgenden Symbole.

Tabelle 1 — Symbolverzeichnis

V	Volumen der Analysenprobe, in Liter
A	Aktivität eines Radionuklids in der Kalibrierprobe, zur Kalibrierungszeit, in Becquerel
c_A, c_{Ac}	Aktivitätskonzentration von ^{226}Ra , ohne und mit Korrekturen, angegeben in Becquerel je Liter
M_{Sulfat}	Masse des Bariumsulfats, in Gramm
M_{Nitrat}	Masse des Bariumnitrats, in Gramm
M_{Carbonat}	Masse des Bariumcarbonats, in Gramm
t_g	Messdauer des Probenspektrums, in Sekunden
t_0	Messdauer des Nulleffektspektrums, in Sekunden
t_s	Messdauer des Kalibrierspektrums, in Sekunden
n_N, n_{N0}, n_{Ns}	Impulsanzahl in der Nettofläche des betrachteten Peaks, bei der Energie E , im Probenspektrum, im Nulleffektspektrum bzw. im Kalibrierspektrum
n_g, n_{g0}, n_{gs}	Impulsanzahl in der Bruttofläche des betrachteten Peaks, bei der Energie E , im Probenspektrum, im Nulleffektspektrum bzw. im Kalibrierspektrum
n_b, n_{b0}, n_{bs}	Impulsanzahl im Untergrund des betrachteten Peaks, bei der Energie E , im Probenspektrum, im Nulleffektspektrum bzw. im Kalibrierspektrum
ε	Effizienz des Detektors bei der Energie E und bei der tatsächlichen Messgeometrie
R_C	chemische Ausbeute
P	Wahrscheinlichkeit der Emission eines Gammastrahls bei der Energie E je Zerfall jedes Radionuklids, d. h. des Verzweungsverhältnisses oder der Anzahl von γ -Quanten je Zerfall
$u(c_A)$	Standardunsicherheit der Aktivitätskonzentration, in Becquerel je Liter
$u(x)$	Standardunsicherheit der Messgröße x
$u_{\text{rel}}(x)$	relative Messunsicherheit: $u(x)/x$
U	erweiterte Messunsicherheit nach folgender Berechnung: $U = k u(c_A)$ mit k üblicherweise gleich 2, 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 Vertrauensintervalls jedes Radionuklids, in Becquerel je Liter

5 Kurzbeschreibung der Messung

Die Messung der ^{226}Ra -Aktivitätskonzentration in Wasser erfolgt in zwei getrennten Schritten: einem Probenvorbereitungsschritt, gefolgt von einer Messung durch Gammapektrometrie [13] [14] [15].

Die Probenvorbereitung besteht aus einer Filtration der Wasserprobe (siehe ISO 5667-3), um die Messung der Aktivitätskonzentration der löslichen ^{226}Ra -Fraktion sicherzustellen. Der Filtration folgt eine Vorkonzentration, Mitfällung und Akkumulation von Zerfallsprodukten von ^{226}Ra .

Nach Filtration und Ansäuerung der Wasserprobe wird ^{226}Ra unter Verwendung eines Trägers wie Bariumnitrat oder -carbonat in Sulfat mitgefällt. Die Radium- und Bariumsulfate werden dann gewaschen, getrocknet und gewogen. Die chemische Ausbeute erfolgt gravimetrisch.

Für Wasserproben, bei denen möglicherweise eine Konzentration an löslichem Barium vorliegt, sollte ein anderer Tracer verwendet werden, um eine chemische Ausbeute über 100 % zu vermeiden.

Wenn ein radiometrischer Tracer wie ^{133}Ba als interner Standard zur Beurteilung der Ausbeute verwendet wird, wird diese Ausbeute anstelle von R_c in den Gleichungen (2) und (4) verwendet.

Die ^{226}Ra -Aktivitätskonzentration des Niederschlags wird durch Gammapektrometrie unter Verwendung eines hochreinen Germaniumdetektors mit geringem System-Nulleffekt gemessen.

Vorhandene andere Gammastrahler wie ^{235}U im Niederschlag können die Quantifizierung der ^{226}Ra -Aktivität beeinträchtigen.

Die Bestimmung der Aktivitätskonzentration von löslichem ^{226}Ra erfolgt durch Messung der Zerfallsprodukte ^{214}Pb und ^{214}Bi im Gleichgewicht, das vier Wochen nach dem letzten Mitfällungsschritt erreicht wurde.

6 Reagenzien und Geräte

6.1 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.

6.1.1 Konzentrierte Salpetersäurelösung (HNO_3), 65 % oder 69 %.

6.1.2 Salpetersäurelösung (HNO_3), auf 2,28 % verdünnt.

6.1.3 Salpetersäurelösung (HNO_3), auf 18 % verdünnt.

6.1.4 Trägerlösung, $10,0 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1} \cdot \text{Ba}^{2+}$.

Bariumnitrat $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ (19,0 g) oder Bariumcarbonat BaCO_3 (14,3 g) wird langsam in einem Liter Salpetersäurelösung (6.1.2) gelöst. Die Salzmasse muss genau gewogen (besser als 1 %) und aufgezeichnet werden.

Es wird empfohlen, ein $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ - oder BaCO_3 -Reagenz mit einer niedrigen ^{226}Ra -Aktivitätskonzentration zu verwenden. Das vorhandene ^{226}Ra im Reagenz muss mit einer Blindprobe kontrolliert werden, die mit destilliertem oder demineralisiertem Wasser hergestellt wurde.

6.1.5 Konzentrierte Schwefelsäurelösung (H₂SO₄), 98 %.

6.1.6 Celluloseesterfilter, Porosität 0,45 µm.

6.2 Geräte

Übliche Laborgeräte und insbesondere die folgenden Geräte:

6.2.1 Schlauch- oder Membranpumpe.

6.2.2 Magnetrührwerk.

6.2.3 Zentrifuge und Röhrchen.

6.2.4 Präzisionswaage.

6.2.5 Wärmeschrank.

6.2.6 Gasdichter Behälter.

6.2.7 Gammaskpektrometrie mit geringem Nulleffektvermögen.

7 Probenahme

Das Verfahren kann an Wasserproben bis zu 100 l angewendet werden.

7.1 Probenabfüllung

Die Probenahmebedingungen müssen ISO 5667-3 entsprechen.

Falls erforderlich, wird die Filtration während oder unmittelbar nach dem Abfüllen und vor dem Ansäuern durchgeführt, andernfalls kann bereits auf den suspendierten Partikeln adsorbiertes radioaktives Material desorbiert werden.

Es wird empfohlen, Einwegbehälter aus Kunststoff für die Probenahme zu verwenden.

Das Volumen der zu messenden Wasserprobe richtet sich nach den vom Kunden geforderten Nachweisgrenzen.

7.2 Transport und Lagerung der Probe

Die Wasserprobe muss nach ISO 5667-3 transportiert und gelagert werden.

Wenn eine Vorkonzentration gewünscht wird, wird die Probe mit HNO₃ auf einen pH-Wert zwischen 1 und 3 angesäuert. Durch das Versetzen der Wasserprobe mit Säure wird der adsorptionsbedingte Verlust von radioaktivem Material minimiert.

Die Prüfung muss so bald wie möglich durchgeführt werden.

8 Abläufe

8.1 Vorbereitung der Blindprobe

Eine Blindprobe wird mit destilliertem oder demineralisiertem Wasser vorbereitet, indem die in Schritt a) bis i) in 8.2 beschriebenen Vorgänge ausgeführt werden.