

**DIN EN ISO 18589-5
(VDE 0493-4-5895)**
DIN

Diese Norm ist zugleich eine **VDE-Bestimmung** im Sinne von VDE 0022. Sie ist nach Durchführung des vom VDE-Präsidium beschlossenen Genehmigungsverfahrens unter der oben angeführten Nummer in das VDE-Vorschriftenwerk aufgenommen und in der „etz Elektrotechnik + Automation“ bekannt gegeben worden.

VDE

ICS 13.080.01; 17.240

Einsprüche bis 2021-07-14

Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 18589-5
(VDE 0493-4-5895):2020-10

Entwurf
**Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt –
Erdboden –**
**Teil 5: Strontium-90 – Messverfahren mit Proportional- oder
Flüssigszintillationszählung
(ISO 18589-5:2019);**
Deutsche Fassung prEN ISO 18589-5:2021

Measurement of radioactivity in the environment –
Soil –

Part 5: Strontium 90 – Test method using proportional counting or liquid scintillation counting
(ISO 18589-5:2019);

German version prEN ISO 18589-5:2021

Mesurage de la radioactivité dans l'environnement –
Sol –

Partie 5: Strontium 90 – Méthode d'essai par comptage proportionnel ou comptage par scintillation en milieu liquide
(ISO 18589-5:2019);

Version allemande prEN ISO 18589-5:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-05-14 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 dke@vde.com 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 die DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE, Stresemannallee 15, 60596 Frankfurt am Main.

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 44 Seiten

DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE
DIN-Normenausschuss Radiologie (NAR)

Anwendungsbeginn

Anwendungsbeginn dieser Norm ist ...

Nationales Vorwort

Die Deutsche Fassung des europäischen Dokuments prEN ISO 18589-5:2021: „Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt – Erdboden – Teil 5: Strontium-90 – Messverfahren mit Proportional- oder Flüssigszintillationszählung“ (Entwurf in der Umfrage) ist unverändert in diesen Norm-Entwurf übernommen worden.

Das Internationale Dokument wurde vom SC 2 „Radiological protection“ des TC 85 „Nuclear energy, nuclear technologies and radiological protection“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und den nationalen Komitees zur Stellungnahme vorgelegt.

Dokumente, die bei CEN als Europäische Norm angenommen und ratifiziert werden, sind unverändert als Deutsche Normen zu übernehmen.

Für dieses Dokument ist das nationale Arbeitsgremium DKE/GK 851 „Aktivitätsmessgeräte für den Strahlenschutz“ der DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE (www.dke.de), Gemeinschaftsgremium mit dem DIN-Normenausschuss Radiologie (NAR), zuständig.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DKE (www.dke.de) und DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Zur Normenreihe ISO 18589 sind folgende DIN-Normen veröffentlicht:

- **DIN ISO 18589-1 (VDE 0493-4-5891):2020-10**, *Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt – Erdboden – Teil 1: Allgemeine Leitlinien und Begriffe (ISO 18589-1:2019)*
- **DIN EN ISO 18589-2 (VDE 0493-4-5892):2017-12**, *Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt – Erdboden – Teil 2: Leitlinie für die Auswahl der Probenahmestrategie, Probenahme und Vorbehandlung der Proben (ISO 18589-2:2015); Deutsche Fassung EN ISO 18589-2:2017*
- **DIN EN ISO 18589-3 (VDE 0493-4-5893):2017-12**, *Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt – Erdboden – Teil 3: Messung von Gammastrahlen emittierenden Radionukliden mittels Gammaskpektrometrie (ISO 18589-3:2015); Deutsche Fassung EN ISO 18589-3:2017*
- **DIN ISO 18589-4 (VDE 0493-4-5894):2020-10**, *Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt – Erdboden – Teil 4: Messung von Plutonium-238 und Plutonium-239 + 240 – Messverfahren mit Alphaspektrometrie (ISO 18589-4:2019)*
- **DIN ISO 18589-5 (VDE 0493-4-5895):2020-10**, *Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt – Erdboden – Teil 5: Strontium-90 – Messverfahren mit Proportional- oder Flüssigszintillationszählung (ISO 18589-5:2019)*
- **DIN ISO 18589-6 (VDE 0493-4-5896):2020-10**, *Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt – Erdboden – Teil 6: Gesamt-Alpha- und Gesamt-Betaaktivitäten – Messverfahren mit Gasdurchfluss-Proportionalzählung (ISO 18589-6:2019)*
- **DIN EN ISO 18589-7 (VDE 0493-4-5897):2016-05**, *Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt – Erdboden – Teil 7: In-situ-Messung von Gammastrahlung emittierenden Radionukliden (ISO 18589-7:2013); Deutsche Fassung EN ISO 18589-7:2016*

Für den Fall einer undatierten Verweisung im normativen Text (Verweisung auf ein Dokument ohne Angabe des Ausgabedatums und ohne Hinweis auf eine Abschnittsnummer, eine Tabelle, ein Bild usw.) bezieht sich die Verweisung auf die jeweils aktuellste Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments.

Für den Fall einer datierten Verweisung im normativen Text bezieht sich die Verweisung immer auf die in Bezug genommene Ausgabe des Dokuments.

Der Zusammenhang der zitierten Dokumente mit den entsprechenden deutschen Dokumenten ergibt sich, soweit ein Zusammenhang besteht, grundsätzlich über die Nummer der entsprechenden IEC-Publikation. Beispiel: IEC 60068 ist als EN 60068 als Europäische Norm durch CENELEC übernommen und als DIN EN 60068 ins Deutsche Normenwerk aufgenommen.

Änderungen

Gegenüber **DIN ISO 18589-5 (VDE 0493-4-5895):2020-10** wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Die Anforderungen der bestehenden Norm sollen unverändert als Europäische Norm übernommen werden.

– Leerseite –

**Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt –
Erdboden –
Teil 5: Strontium-90 – Messverfahren mit Proportional- oder
Flüssigszintillationszählung**

Inhalt

Seite

Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	8
3.1 Begriffe	8
3.2 Symbole	8
4 Kurzbeschreibung	9
4.1 Allgemeines	9
4.2 Chemische Trennung	9
4.3 Nachweis	10
4.3.1 Allgemeines	10
4.3.2 Vorbereitung der Prüfproben für die Flüssigszintillationszählung	10
4.3.3 Vorbereitung der Prüfprobe für die Proportionalzählung	10
4.3.4 Bestimmung des Untergrunds	11
5 Chemische Reagenzien und Hilfsmittel	11
6 Strontiumaufschlussverfahren	12
6.1 Kurzbeschreibung	12
6.2 Technische Hilfsmittel	12
6.2.1 Geräte	12
6.2.2 Chemische Reagenzien	12
6.3 Vorgehensweise	12
7 Chemische Trennung durch Ausfällung	13
7.1 Kurzbeschreibung	13
7.2 Technische Hilfsmittel	13
7.2.1 Geräte	13
7.2.2 Chemische Reagenzien	14
7.3 Vorgehensweise	14
7.3.1 Abtrennung der Alkalimetalle und des Calciums	14
7.3.2 Abscheidung von Barium, Radium und Blei	15
7.3.3 Abscheidung von Spaltprodukten und Yttrium	15
7.3.4 Reinigung des Strontiums	15
7.3.5 Yttrium-Extraktion	16

	Seite
7.3.6 Ermittlung der chemischen Ausbeute	17
8 Chemisches Trennverfahren mittels Flüssig-Flüssig-Extraktion	17
8.1 Kurzbeschreibung.....	17
8.2 Technische Hilfsmittel.....	18
8.2.1 Geräte.....	18
8.2.2 Chemische Reagenzien	18
8.3 Vorgehensweise	19
8.3.1 Allgemeines	19
8.3.2 Chemische Trennung des Yttriums	19
8.3.3 Vorbereitung der Prüfprobe für die Messung mit einem Proportionalzähler (PC)	19
8.3.4 Vorbereitung der Prüfprobe für die Messung mit einem Flüssigszintillationszähler (LSC)	20
8.3.5 Bestimmung der chemischen Ausbeute.....	20
9 Chemisches Trennverfahren mittels Chromatographie (Kronen-Ether-Harz).....	20
9.1 Kurzbeschreibung.....	20
9.2 Technische Hilfsmittel.....	21
9.2.1 Geräte.....	21
9.2.2 Chemische Reagenzien	21
9.3 Vorgehensweise	22
9.3.1 Allgemeines	22
9.3.2 Chemische Trennung des Strontiums	22
9.3.3 Bestimmung der chemischen Ausbeute.....	22
10 Messung	23
10.1 Allgemeines	23
10.2 Flüssigszintillationszähler	23
10.3 Gasdurchfluss-Proportionalzähler	23
10.4 Berechnung der Zählwirksamkeit	24
11 Angabe der Ergebnisse	24
11.1 Allgemeines	24
11.2 Bestimmung des ^{90}Sr im Gleichgewicht mit ^{90}Y	24
11.2.1 Berechnung der Aktivität je Masseneinheit	24
11.2.2 Standardunsicherheit	25
11.2.3 Erkennungsgrenze	25
11.2.4 Nachweisgrenze	25
11.3 Bestimmung von ^{90}Sr über ^{90}Y	26
11.3.1 Berechnung der Aktivität je Masseinheit	26
11.3.2 Standardunsicherheit	26
11.3.3 Erkennungsgrenze	27
11.3.4 Nachweisgrenze	27

11.4	Bestimmung von ^{90}Sr bei Vorhandensein von ^{89}Sr und radioaktivem Gleichgewicht zwischen ^{90}Sr und ^{90}Y	28
11.4.1	Berechnung der Aktivität je Masseneinheit	28
11.4.2	Standardunsicherheit	29
11.4.3	Erkennungsgrenze	29
11.4.4	Nachweisgrenze	30
11.5	Vertrauensgrenzen	30
12	Prüfbericht	31
Anhang A (informativ) Beispiele von Auswertungsmodellen		32
Literaturhinweise		40

Tabellen

Tabelle 1 – Durchschnittliche Betaemissionsenergien und Halbwertszeiten von ^{90}Sr , ^{90}Y und ^{89}Sr	9
Tabelle 2 – Nachweisverfahren für Strontium, abhängig von seinem Ursprung	11
Tabelle A.1 – Eingangsgrößen und ihre Werte	32
Tabelle A.2 – Eingangsgrößen und deren Werte	34
Tabelle A.3 – Eingangsgrößen und ihre Werte	36

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise 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 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. 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 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) 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 85, *Nuclear energy, nuclear technologies and radiological protection*, Unterkomitee SC 2, *Radiological protection* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 18589-5:2009), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen gegenüber der Vorgängerausgabe sind folgende:

- Die Einleitung wurde überarbeitet, entsprechend der für die Normen zur Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt vereinbarten gemeinsamen Einleitung.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 18589 kann auf der ISO-Internetseite abgerufen werden.

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

Jedermann ist natürlicher Strahlung ausgesetzt. Die natürlichen Strahlungsquellen sind kosmische Strahlen und in der Natur vorkommende radioaktive Stoffe, die sich in der Erdkruste, in Flora und Fauna und im menschlichen Körper befinden. Menschliche Aktivitäten, die den Gebrauch von Strahlung und radioaktiven Stoffen einschließen, verursachen eine Strahlenbelastung (Exposition) zusätzlich zur natürlichen Belastung. Einige dieser Aktivitäten, z. B. der Abbau und die Verwendung von Erzen, die natürlich vorkommende radioaktive Stoffe (NORM; en: naturally occurring radioactive materials) enthalten, und die Erzeugung von Energie durch Verbrennung von Kohle, die solche Stoffe enthält, erweitern die Belastung durch natürliche Strahlungsquellen. In Kernkraftwerken und anderen kerntechnischen Anlagen werden radioaktive Stoffe verwendet und radioaktive Ableitungen und Abfälle während des Betriebs und der Stilllegung erzeugt. Die Verwendung radioaktiver Stoffe in Industrie, Landwirtschaft und Forschung nimmt weltweit zu.

Alle diese menschlichen Aktivitäten erhöhen im Allgemeinen auch die Strahlenexposition, die nur einen kleinen Anteil am globalen durchschnittlichen Umfang an natürlicher Strahlenbelastung ausmacht. Die medizinische Anwendung von Strahlung ist die umfangreichste und eine wachsende vom Menschen erzeugte Quelle von Strahlenbelastung in entwickelten Ländern. Sie umfasst diagnostische Radiologie, Strahlentherapie, nuklearmedizinische und interventionelle Radiologie.

Strahlenexposition tritt auch im Zusammenhang mit beruflichen Aktivitäten auf. Sie belastet sowohl Berufstätige in Industrie, Gesundheitswesen und Forschung, die Strahlung oder radioaktive Stoffe verwenden, als auch Passagiere und Besatzungen während Flugreisen und Astronauten. Das mittlere Niveau der beruflichen Belastung ist im Allgemeinen geringer als das globale mittlere Niveau der natürlichen Strahlenbelastung (siehe Literaturhinweis [1]).

Mit der zunehmenden Verwendung von Strahlung nehmen auch die möglichen gesundheitlichen Risiken und die Bedenken in der Öffentlichkeit zu. Deshalb werden all diese Tätigkeiten regelmäßig bewertet, um

- das Verständnis der globalen Werte, der zeitlichen Trends in der Bevölkerung und bei den Arbeitnehmern zu verbessern;
- die Anteile der Exposition zu bewerten und ein Maß für ihre relative Bedeutung zu ermitteln;
- neue Probleme zu erkennen, die mehr Aufmerksamkeit und Untersuchung bedürfen. Während die Strahlenexposition von Arbeitnehmern meist direkt gemessen wird, werden die Expositionen der Bevölkerung üblicherweise durch indirekte Verfahren über die Radioaktivitätsmessungen von Abfall, Abwasser und/oder Umweltproben ermittelt.

Es ist wichtig, dass die Beteiligten/Betroffenen (wie die Betreiber nuklearer Anlagen, die Aufsichtsbehörden, die örtlichen Krisenstäbe und -organisationen) geeignete Methoden und Verfahren zur repräsentativen Probenahme und zur Handhabung, Transport, Lagerung, Vorbereitung und Messung von Prüfproben vereinbaren, um sicherzustellen, dass die erhaltenen Daten aus den Radioaktivitäts-Überwachungsprogrammen ihre bestimmungsgemäße Verwendung unterstützen. Eine Abschätzung der gesamten Messunsicherheit ist ebenfalls systematisch vorzunehmen. Da zuverlässige, vergleichbare und zweckmäßige Daten eine wesentliche Anforderung für jegliche Entscheidung hinsichtlich des Gesundheitswesens auf der Grundlage von Radioaktivitätsmessungen sind, sind Internationale Normen zu geprüften und validierten Radionuklid-Prüfverfahren ein wichtiges Instrument für den Erhalt solcher Messergebnisse. Die Anwendung von Normen dient auch der Sicherstellung einer Vergleichbarkeit der Prüfergebnisse und verschiedener Prüflabore im Laufe der Zeit. Labore wenden diese an, um ihre technische Qualifikation nachzuweisen und um Ertüchtigungsprüfungen und Labor-Vergleichsmessungen, zwei Voraussetzungen für das Erlangen einer nationalen Akkreditierung, erfolgreich abzuschließen.

Heutzutage sind mehr als einhundert Internationale Normen verfügbar, die von Prüflaboren zur Messung von Radionukliden in verschiedenen Materialien angewendet werden können.

Fachgrundnormen unterstützen Labore bei der Organisation des Messverfahrens, indem sie allgemeine Anforderungen und Verfahren zur Kalibrierung der Geräte und zur Validierung der Techniken festlegen/vorgeben. Diese Normen unterstützen spezifische Normen, die Prüfverfahren beschreiben, welche vom Personal, z. B. für verschiedene Arten von Proben, durchgeführt werden. Die spezifischen Normen behandeln Prüfverfahren für:

- natürlich vorkommende Radionuklide (einschließlich ^{40}K , ^3H , ^{14}C und jenen, die aus den Zerfallsreihen von Thorium und Uran stammen, insbesondere ^{226}Ra , ^{228}Ra , ^{234}U , ^{238}U und ^{210}Pb), die in Materialien natürlichen Ursprungs vorgefunden oder durch technische Verarbeitungen, in denen natürlich vorkommende radioaktive Materialien vorkommen (wie Förderung und Verarbeitung von mineralischem Sand oder Produktion und Einsatz von Phosphatdünger), freigesetzt werden;
- von Menschen erzeugte Radionuklide, z. B. Transuranelemente (Americium, Plutonium, Neptunium, Curium), ^3H , ^{14}C , ^{90}Sr und Gammastrahlung emittierende Radionuklide, die in Abfall, flüssigen und gasförmigen Ableitungen und in der Umweltmatrix (z. B. Wasser, Luft, Boden, Flora und Fauna), in Nahrungs- und Futtermitteln als Ergebnis genehmigter Ableitungen vorkommen, und radioaktiver Niederschlag (Fallout), der bei der Explosion von Nuklearwaffen und bei Störfällen, wie z. B. in Tschernobyl und Fukushima entsteht.

Der Anteil der Dosisraten der natürlichen Hintergrundstrahlung für den Menschen, der sich aus der Umgebungsstrahlung, hauptsächlich Gammastrahlung, ergibt, ist stark veränderlich und abhängig von Faktoren wie der Radioaktivität des örtlichen Grundgesteins und Bodens, der Art von Baustoffen und dem Aufbau von Gebäuden, in denen Menschen leben und arbeiten.

Eine belastbare Bestimmung der spezifischen Aktivität Gammastrahlung emittierender Radionuklide verschiedener Materialien ist wichtig, um die mögliche Exposition des Menschen abzuschätzen, um Übereinstimmung mit den Strahlenschutz- und Umweltschutzregelungen zu überprüfen, oder um Anleitungen zur Verminderung des Gesundheitsrisikos vorzugeben. Gammastrahlung emittierende Radionuklide werden ebenfalls als Tracer (Markierungssubstanzen) in Biologie, Medizin, Physik, Chemie und Ingenieurwissenschaften eingesetzt. Exakte Aktivitätsmessungen von Radionukliden werden ebenfalls im Heimatschutz und in Zusammenhang mit dem Nichtverbreitungsabkommen (NPT, en: Non-Proliferation Treaty) benötigt.

Dieses Dokument beschreibt die Anforderungen für die Quantifizierung der Strontium-Aktivität in Bodenproben nach sorgfältiger Probenahme, Probenbehandlung und -vorbereitung in einem Prüflabor oder vor Ort.

Dieses Dokument wird im Zusammenhang mit einem Qualitätssicherungsmanagementsystem (ISO/IEC 17025) angewendet.

ISO 18589 ist in mehreren Teilen veröffentlicht, welche je nach Bedarf gemeinsam oder einzeln anwendbar sind. Diese Teile sind ergänzend und richten sich an jene Personen, welche für die Bestimmung der im Erdboden, in Grundgestein und Erzen (NORM oder TENORM) vorhandenen Radioaktivität verantwortlich sind. Die ersten zwei Teile sind allgemeiner Art und beschreiben das Aufstellen von Programmen und Probenahmeverfahren, allgemeine Verfahren zur Probenbehandlung im Labor (ISO 18589-1), die Probenahmestrategie und das Verfahren zur Entnahme von Bodenproben, die Handhabung und die Vorbereitung einer Bodenprobe (ISO 18589-2). ISO 18589-3 bis ISO 18589-5 behandeln nuklidspezifische Prüfverfahren für Bodenproben zur Quantifizierung der Aktivitätskonzentration von Gammastrahlung emittierenden Radionukliden (ISO 18589-3 und ISO 20042), Plutoniumisotopen (ISO 18589-4) und Strontium-90 (ISO 18589-5). ISO 18589-6 behandelt nicht-spezifische Messungen zur schnellen Quantifizierung von Gesamt-Alpha- oder Gesamt-Betaaktivitäten, und ISO 18589-7 beschreibt In-situ-Messungen von Gammastrahlung emittierenden Radionukliden.

Die in ISO 18589-3 bis ISO 18589-6 beschriebenen Prüfverfahren können bei Befolgung eines ordnungsgemäßen Probenahmeverfahrens auch für die Messung der Radionuklide in Schlamm, Sediment, Baustoffen und -produkten verwendet werden.

Dieses Dokument ist Teil einer Reihe von Internationalen Normen zu Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt.

Zusätzliche Teile können zu ISO 18589 ergänzt werden, wenn die Standardisierung von Messverfahren für andere Radionuklide notwendig werden sollte.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Verfahren für die Messung der Aktivität von ^{90}Sr im Gleichgewicht mit ^{90}Y und von ^{89}Sr , reine Betastrahler^{N1}, in Bodenproben fest. Erläutert werden verschiedene chemische Trennverfahren für die Herstellung von Strontium- und Yttriumquellen, deren Aktivität mit Hilfe eines Proportionalzählers (PC) oder eines Flüssigszintillationszählers (LSC) bestimmt wird. ^{90}Sr kann von Prüfproben erhalten werden, wenn das radioaktive Gleichgewicht zwischen ^{90}Sr und ^{90}Y erreicht ist, oder direkt durch eine ^{90}Y -Messung. Die Auswahl des Messverfahrens hängt von der Kontaminationsquelle, den Eigenschaften des zu analysierenden Bodens, der geforderten Messgenauigkeit und der Ausstattung der verfügbaren Labore ab.

Diese Verfahren dienen der Bodenüberwachung nach früheren oder aktuellen, unbeabsichtigten oder routinemäßigen flüssigen oder gasförmigen Freisetzungen. Sie decken auch die Überwachung der durch globalen Fallout entstehenden Kontamination ab.

Im Falle eines neueren Fallouts unmittelbar nach einem nuklearen Störfall ist die Freisetzung von ^{89}Sr im Verhältnis zur Gesamtmenge der Strontium-Aktivität nicht vernachlässigbar. Diese Norm beschreibt auch ein Messverfahren zur Bestimmung der Aktivität von ^{90}Sr bei Vorhandensein von ^{89}Sr .

Die in diesem Dokument beschriebenen Prüfverfahren können ebenfalls zur Messung von Radionukliden in Klärschlamm, Sediment, Baumaterialien und -produkten, die auf geeignete Probennahmeverfahren folgen, angewendet werden.

Werden eine Probengröße von 20 g und Messzeiten von 1 000 min verwendet, können Nachweisgrenzen für ^{90}Sr von $0,1 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$ bis $0,5 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$ mit konventionellen und kommerziell erhältlichen Proportional- und Flüssigszintillationszählern erreicht werden, wenn die Gegenwart von ^{89}Sr vernachlässigt werden kann. Ist ^{89}Sr in der Prüfprobe vorhanden, können Nachweisgrenzen von $1 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$ bis $2 \text{ Bq} \cdot \text{kg}^{-1}$ für beide Radionuklide, ^{90}Sr und ^{89}Sr , erreicht werden, wenn dieselbe Probengröße, Messzeit und Proportionalzähler oder Flüssigszintillationszähler wie im vorherigen Fall verwendet wird.

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 11074, *Soil quality – Vocabulary*

ISO 11929 (alle Teile), *Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the coverage interval) for measurements of ionizing radiation — Fundamentals and application*

ISO 19361, *Measurement of radioactivity – Determination of beta emitters activities – Test method using liquid scintillation counting*

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

ISO 18589-2, *Measurement of radioactivity in the environment – Soil – Part 2: Guidance for the selection of the sampling strategy, sampling and pre-treatment of samples*

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

ISO/IEC Guide 98-3, *Uncertainty of measurement – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*

^{N1} Nationale Fußnote: Mit Betastrahlern sind Radionuklide gemeint, die rein nur Betateilchen emittieren.

3 Begriffe

3.1 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 11074, ISO 18589-1, ISO 11929 (alle Teile) und 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 <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.2 Symbole

m	Masse der Prüfmenge, in Kilogramm
a_i	Aktivität je Masseneinheit des Radionuklids i , in Becquerel je Kilogramm
$A_{s,i}$	Aktivität der Kalibrierquelle von Radionuklid i zum Kalibrierzeitpunkt, in Becquerel
A_i	Aktivität der Probenquelle von Radionuklid i zum Zeitpunkt $t = 0$, in Becquerel
t_g	Probenzähldauer, in Sekunden
t_0	Untergrundzähldauer, in Sekunden
t_s	Kalibrierquellenzähldauer
r_g	Gesamtzählrate je Sekunde
r_0	Untergrundzählrate je Sekunde
r_s	Kalibrierquellenzählrate je Sekunde
$R_{c,i}$	chemische Ausbeute der Extraktion von Radionuklid i
ε_i	Zählausbeute von Radionuklid i
λ_i	Zerfallskonstante von Radionuklid i
t_d, t_f	Anfangs- und Endzeitpunkt der Messung, bezogen auf $t = 0$, in Sekunden
r_{gj}	Gesamtzählrate je Sekunde für Messung j
r_{0j}	Untergrundzählrate je Sekunde für Messung j
r_j	Nettozählrate je Sekunde für Messung j
t_j	Startzeitpunkt der Messung j , bezogen auf $t = 0$
$u(X)$	Standardunsicherheit in Verbindung mit X
U	erweiterte Unsicherheit, errechnet nach $U = k \cdot u(X)$ mit $k = 1, 2, \dots$
a_i^*	Erkennungsgrenze für Radionuklid i , in Becquerel je Masseneinheit
$a_i^\#$	Nachweisgrenze von Radionuklid i , in Becquerel je Masseneinheit
$a_i^\triangleleft, a_i^\triangleright$	untere bzw. obere Grenze des Vertrauensintervalls von Radionuklid i , in Becquerel je Masseneinheit

4 Kurzbeschreibung

4.1 Allgemeines

^{90}Sr , ^{90}Y und ^{89}Sr können aus Sicht des Nachweises als reine Betateilchen emittierende Radionuklide betrachtet werden. Ihre Betaemissionsenergien und Halbwertszeiten sind in Tabelle 1 angegeben [2], [3].

**Tabelle 1 – Durchschnittliche Betaemissionsenergien und Halbwertszeiten
von ^{90}Sr , ^{90}Y und ^{89}Sr**

	^{90}Sr	^{90}Y	^{89}Sr
Betaenergie	196 keV	926,7 keV	584,6 keV
Halbwertszeit	28,8 Jahre	2,67 Tage	50,6 Tage

^{89}Sr und ^{90}Sr können direkt gemessen werden. ^{90}Sr kann über die Messung seines Tochterprodukts ^{90}Y ermittelt werden. Alle Messungen basieren auf einer chemischen Trennung, gefolgt von einer Betazählung des Elements unter Verwendung eines Proportionalzählers (PC) oder eines Flüssigszintillationszählers (LSC) (siehe Tabelle 2).

In einem vorherigen Schritt wird Strontium aus einer Bodenprüfprobe mittels der Säuremethode abgetrennt und befindet sich in der Aufschlusslösung. Der Tracer oder der Träger wird am Beginn dieses Schrittes des Verfahrens hinzugefügt und, wenn es die Zeit erlaubt, gewöhnlich bis zu einem Tag abgewartet, bis man das Gleichgewicht vor dem Beginn des Strontium-Aufschlusses erhält.

Ein Strontium-Trennverfahren für Bodenproben ist in Abschnitt 6 beschrieben.

4.2 Chemische Trennung

Nach dem Aufschluss der Bodenprobe muss das Strontium durch Ausfällen oder durch chromatographische Abtrennung über ein spezifisches Harz, z. B. Kronen-Ether-Harz, aus der Aufschlusslösung isoliert werden. Yttrium kann durch Ausfällen oder Flüssig-Flüssig-Extraktion isoliert werden.

Der Trennschritt sollte zu der höchstmöglichen Menge an reinem Element führen. Das gewählte Verfahren muss deshalb selektiv sein und eine hohe radiochemische Ausbeute liefern. Da Radioisotope von Thorium, Blei und Wismut mit hoher Aktivität im Boden vorkommen, müssen sie eliminiert werden, weil sie im Messschritt die Erkennung der Emission von ^{90}Sr , ^{90}Y oder ^{89}Sr stören können. Weitere Bodenbestandteile, die sich störend auswirken können, wie z. B. Erdalkalielemente, Calcium für Strontium, Transuran- und Lanthanidelemente für Yttrium, müssen ebenfalls eliminiert werden, da sie die chemische Ausbeute der Extraktion verringern.

Die Ausbeute der radiochemischen Trennung wird mit Hilfe eines Trägers, wie z. B. stabiles Sr oder Y, oder mit einem radioaktiven Tracer wie ^{85}Sr ermittelt. Empfohlen wird die Methode der Atomabsorptionsspektroskopie (AAS) oder der Atomemissionsspektroskopie (ICP-AES) oder Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) zur Messung des inaktiven Trägers und die Gammaspektrometrie zur Messung des ^{85}Sr . Die Träger lassen sich auch mit gravimetrischen Verfahren bestimmen, doch können in den Auslauglösungen enthaltene inaktive Elemente, im Wesentlichen Erdalkalielemente, eine zu hohe radiochemische Ausbeute vortäuschen, was insbesondere für die Strontiummessung zutrifft.

Wenn stabiles Strontium als Träger hinzugegeben wird, muss dessen ursprüngliche Konzentration vor der Zugabe des Trägers in der Prüfprobe bekannt sein, um die Berechnung einer zu hohen Ausbeute der radiochemischen Trennung zu vermeiden.

Die drei gebräuchlichen Techniken für die chemische Trennung sind: Fällung, Flüssig-Flüssig-Extraktion und chromatographische Trennung unter Verwendung von selektivem Kronen-Ether Harz [4], [5], [6]. In den Abschnitten 7, 8 und 9 ist für jeden dieser Techniken ein Verfahren beschrieben.

4.3 Nachweis

4.3.1 Allgemeines

Empfohlen wird die Verwendung eines Flüssigszintillationszählers, abhängig von der Verträglichkeit des Szintillationscocktails und der Probe, da er Energiespektren liefert und Störungen durch unerwünschte Radionuklide erkennen kann. Bei der Flüssigszintillationszählung kann ebenso Wasser als Lösungsmittel verwendet werden, um Cerenkov-Photonen zu messen. Jedoch tritt bei der Flüssigszintillationszählung optisches und chemisches Quenching^{N2} auf. Andererseits unterscheidet ein Proportionalzähler nicht zwischen den Emissionen verschiedener Betastrahler, dagegen kann Alpha-Kontamination ausgeschlossen werden, und er wird nicht durch den Cerenkov-Effekt oder vom Quenching der Proben beeinflusst. Bei der Verwendung eines Proportionalzählers wird empfohlen, die Reinheit des Fällungsprodukts durch Verfolgen der Änderung der Aktivität von ⁹⁰Y oder ⁸⁹Sr über einen angemessenen Zeitraum zu überprüfen, auch wenn dieses Verfahren zeitaufwändig ist.

4.3.2 Vorbereitung der Prüfproben für die Flüssigszintillationszählung

Die Prüfprobe wird mit dem Szintillationscocktail in einem Messprobenfläschchen (Vial) zu einer homogenen Probe (Szintillationsquelle) vermischt. Die von der Prüfprobe emittierten Betateilchen übertragen ihre Energie auf die Moleküle des Szintillationscocktails, welche dabei angeregt werden. Photonen werden beim Übergang vom angeregten in den Grundzustand emittiert und mittels Photoelektronenvervielfacherröhren (Photomultiplier-Röhren) detektiert. Für eine korrekte Durchführung der Messungen mit Flüssigszintillationszählung müssen die Empfehlungen der ISO 19361 berücksichtigt werden.

Der Sr- oder Y-Niederschlag wird aufgelöst und mit dem Cocktail (Szintillationsflüssigkeit) vermischt. Das Volumen der Lösung hängt vom verwendeten Messgerät (Größe der Messfläschchen) und dem verwendeten speziellen Szintillationscocktail ab.

Die Kalibrierprobe muss aus einer bekannten Menge Tracer (⁹⁰Sr, ⁸⁹Sr, ⁹⁰Sr+⁹⁰Y oder ⁹⁰Y) mit derselben Geometrie und chemischen Zusammensetzung wie die zu messende Quelle hergestellt werden. Methoden, welche die Kalibrierung mit verschiedenen Radionukliden erlauben, sind ebenfalls verfügbar.

Die Blindprobe sollte nach dem gleichen Verfahren hergestellt werden, wobei mit einer Prüfmenge ohne ⁹⁰Sr (oder direkt mit demineralisiertem Wasser) zu beginnen ist.

4.3.3 Vorbereitung der Prüfprobe für die Proportionalzählung

Der Proportionalzähler misst direkt die Betastrahlung einer Prüfprobe, die in Form einer dünnen Schicht hergestellt wurde, um die Selbstabsorptionseffekte minimal zu halten.

Der Sr- oder Y-Niederschlag wird nach Filterung als Rückstand auf dem Filter oder durch direktes Eindampfen auf einer Testschale aus nichtrostendem Stahl abgeschieden.

Die Filter- oder Schalendurchmesser sollten der Detektorgröße entsprechen, d. h. dem Detektordurchmesser und den Abmessungen des Probenhalters.

Die Kalibrierprobe muss aus einer bekannten Menge Tracer (⁹⁰Sr, ⁸⁹Sr, ⁹⁰Sr+⁹⁰Y oder ⁹⁰Y) mit derselben Geometrie und chemischen Zusammensetzung wie die zu messende Quelle hergestellt werden.

Die Blindprobe sollte nach dem gleichen Verfahren hergestellt werden, wobei mit einer unbelasteten Prüfmenge (oder direkt mit demineralisiertem Wasser) zu beginnen ist.

^{N2} Nationale Fußnote: Prozesse zwischen Probenmaterial und Szintillationscocktails, die die Emissionseigenschaften des Szintillationscocktails beeinflussen. Die Folge ist im Allgemeinen eine Verringerung der Zählausbeute.