

DIN EN ISO 22515



ICS 13.060.60; 17.240

Einsprüche bis 2019-11-27

Entwurf**Wasserbeschaffenheit –****Eisen-55 –****Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (ISO/DIS 22515:2019);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 22515:2019**

Water quality –

Iron-55 –

Test method using liquid scintillation counting (ISO/DIS 22515:2019);

German and English version prEN ISO 22515:2019

Qualité de l'eau –

Fer-55 –

Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide (ISO/DIS 22515:2019);

Version allemande et anglaise prEN ISO 22515:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-09-27 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 57 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO/DIS 22515:2019 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 22515:2019 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 5667-14	siehe	DIN EN ISO 5667-14
ISO 11885	siehe	DIN EN ISO 11885
ISO 11929*)	siehe	DIN ISO 11929
ISO 15586	siehe	DIN EN ISO 15586
ISO 17294-2	siehe	DIN EN ISO 17294-2
ISO 18589-2	siehe	DIN EN ISO 18589-2 (VDE 0493-4-5892)
ISO 19361	siehe	DIN EN ISO 19361 (VDE 0493-361)
ISO 80000-10	siehe	DIN EN ISO 80000-10
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

*) Neuausgabe in mehreren Teilen erschienen.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 5667-1, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Erstellung von Probenahme-programmen 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 11885, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES)*

DIN EN ISO 15586, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptions-spektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren*

DIN EN ISO 17294-2, *Wasserbeschaffenheit — Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) — Teil 2: Bestimmung von ausgewählten Elementen einschließlich Uran-Isotope*

DIN EN ISO 18589-2 (VDE 0493-4-5892), *Ermittlung der Radioaktivität in der Umwelt — Erdboden — Teil 2: Leitlinie für die Auswahl der Probenahmestrategie, Probenahme und Vorbehandlung der Proben*

DIN EN ISO 19361 (VDE 0493-361), *Nachweis der Radioaktivität — Bestimmung der Aktivität von Betastrahlern — Verfahren mit Flüssigszintillationszählung*

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 — Eisen-55 — Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (ISO/DIS 22515:2019)

Qualité de l'eau — Fer-55 — Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide (ISO/DIS 22515:2019)

Water quality — Iron-55 — Test method using liquid scintillation counting (ISO/DIS 22515:2019)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe, Symbole und Einheiten	9
3.1 Allgemeine Verwendung	9
3.2 Spezifische Begriffe für ^{55}Fe und ^{59}Fe	11
4 Kurzbeschreibung	13
5 Reagenzien	13
5.1 Standardlösungen	13
5.1.1 Standards für Eisen-55 und ^{59}Fe	13
5.1.2 Stabile Eisenstandards	13
5.1.3 Chemischer Quencher	13
5.1.4 Farbquencher	13
5.2 Rückhalteträger	14
5.3 Wasser	14
5.4 Spezifische Reagenzien für die chemische Trennung	14
5.4.1 Stabile Eisenträgerstofflösung	14
5.4.2 Ammoniumhydroxidlösung, $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 4 \text{ mol l}^{-1}$	14
5.4.3 Salpetersäurelösung, $c(\text{HNO}_3) = 7,2 \text{ mol l}^{-1}$	14
5.4.4 Ammoniumhydroxidlösung, $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 6 \text{ mol l}^{-1}$	14
5.4.5 Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 9 \text{ mol l}^{-1}$	14
5.4.6 Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol l}^{-1}$	14
5.4.7 Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol l}^{-1}$	14
5.4.8 Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ mol l}^{-1}$	14
5.4.9 Salpetersäurelösung, $c(\text{HNO}_3) = 8 \text{ mol l}^{-1}$	14
5.4.10 Salpetersäurelösung, $c(\text{HNO}_3) = 2 \text{ mol l}^{-1}$	14
5.4.11 Natriumhydrogenphosphat, $c(\text{Na}_2\text{HPO}_4) = 0,5 \text{ mol l}^{-1}$	15
5.4.12 Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol l}^{-1}$	15
6 Ausrüstung	15
6.1 Laborausrüstungen für die Direktverdampfung	15
6.2 Flüssigszintillationsfläschchen	15
6.3 Messgeräte: Flüssigszintillationszähler	15
7 Probenahme und Probenvorbereitung	15
8 Flüssigszintillations-Einstellung und -Kalibrierung	16
8.1 Fenstereinstellung	16
8.2 Nulleffekt	16
8.3 Kalibrierung	16

9	Durchführung	18
9.1	Vorbereitung	18
9.1.1	Stabiler Eisengehalt [11]	18
9.1.2	Eisentrennung	18
9.2	Vorbereitung der Eisen-55-Probe	19
10	Qualitätskontrolle	19
11	Angabe der Ergebnisse	20
11.1	Eisenrückgewinnung	20
11.2	Aktivitätsberechnung	20
11.3	Messunsicherheiten	21
11.3.1	Nachweiswahrscheinlichkeit für ^{55}Fe	21
11.3.2	Nachweiswahrscheinlichkeit für ^{59}Fe	21
11.3.3	Eisenrückgewinnung	22
11.3.4	Aktivität für ^{55}Fe	22
11.3.5	Erkennungsgrenze und Nachweisgrenze von ^{55}Fe	23
11.4	Grenzen des Vertrauensintervalls	23
12	Analysenbericht	24
Anhang A (informativ) Isolierung und Reinigung von Eisen		25
A.1	Anionenaustausch [11]	25
A.2	Extraktionschromatographie [13]	25
Anhang B (informativ) Analyse Flussdiagramm		26
Literaturhinweise		27

Tabellen

Tabelle 1 — Allgemeine Symbole und Einheiten	9
Tabelle 2 — Symbole aus ISO 11929:2010	10
Tabelle 3 — Spezifische Symbole und Einheiten für die ^{55}Fe-Analyse	11
Tabelle 4 — Zählbedingungen	16

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 22515:2019) 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.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 22515:2019 wurde von CEN als prEN ISO 22515:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

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/SC3, *Water quality*, Unterkomitee SC 3, *Radioactivity measurements* erarbeitet.

Einleitung

In der Umwelt tritt Radioaktivität aus verschiedenen natürlichen und anthropogenen Quellen auf. So können Gewässer (z. B. Oberflächenwasser, Grundwasser, Meerwasser) Radionuklide aus natürlichen oder künstlichen Quellen oder beidem 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 , ^{210}Po und ^{210}Pb können aufgrund von natürlichen Ursachen in Wasser nachgewiesen werden (z. B. Desorption aus dem Boden oder Auswaschung durch Regenwasser) oder sie können durch technologische Prozesse freigesetzt werden, bei denen natürlich vorkommende radioaktive Materialien verarbeitet werden (z. B. im Bergbau und durch die Verarbeitung von Mineralsanden oder Phosphatdüngerproduktion und -verwendung);
- künstliche Radionuklide wie die Transuran-Elemente (Americium, Plutonium, Neptunium, Curium), ^3H , ^{14}C , ^{90}Sr und Gamma-emittierende Radionuklide sind auch in natürlichen Gewässern zu finden. Kleine Mengen dieser Radionuklide können ebenfalls als Ergebnis genehmigter betrieblicher Freisetzungen in die Umwelt über Einleitungen aus Einrichtungen zur Gewinnung nuklearer Energie vorkommen. Einige dieser Radionuklide, die in Medizin- oder Industrieanwendungen verwendet werden, werden nach Gebrauch auch in die Umwelt abgegeben. Anthropogene Radionuklide sind auch in Gewässern durch radioaktive Niederschläge in der Vergangenheit zu finden, die durch die Explosion von Atomanlagen in der Atmosphäre und durch Unfälle wie in Tschernobyl und Fukushima verursacht wurden.

Die Aktivitätskonzentration von Radionukliden in Gewässern kann je nach den lokalen geologischen Merkmalen und klimatischen Bedingungen variieren und kann lokal und zeitlich durch Freisetzung aus kerntechnischen Einrichtungen während geplanter, bestehender und notfallbedingter Expositionen erhöht sein [1]. Trinkwasser kann daher Radionuklide in Aktivitätskonzentrationen enthalten, die eine Gefahr für die menschliche Gesundheit darstellen könnten.

Die in Abwässern vorhandenen Radionuklide werden in der Regel kontrolliert, bevor sie in die Umwelt [2] und in die Gewässer eingeleitet werden. Trinkwässer werden auf ihre Radioaktivität hin überwacht, wie von der Weltgesundheitsorganisation (WHO) [3] empfohlen, so dass angemessene Maßnahmen ergriffen werden können, um sicherzustellen, dass es keine gesundheitlichen Auswirkungen für die Öffentlichkeit gibt. Nach diesen internationalen Empfehlungen enthalten nationale Vorschriften in der Regel zulässige Grenzwerte für Radionuklidkonzentrationen für Abwässer, die in die Umwelt eingeleitet werden, und Radionuklidorientierungswerte für Gewässer und Trinkwasser für geplante, bestehende und notfallbedingte Expositionssituationen. Die Einhaltung dieser Grenzwerte kann anhand von Messergebnissen mit den damit verbundenen Unsicherheiten beurteilt werden, wie in ISO/IEC Guide 98-3 und ISO 5667-20 [4] angegeben.

Je nach Expositionssituation gibt es unterschiedliche Grenzwerte und Orientierungswerte, die zu einer Maßnahme zur Verringerung des Gesundheitsrisikos führen würden. Zum Beispiel sind die Orientierungswerte im Trinkwasser nach den WHO-Richtlinien während einer geplanten oder bestehenden Situation für Trinkwasser $1\,000\text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ für die ^{55}Fe -Aktivitätskonzentration.

ANMERKUNG 1 Der Orientierungswert ist die Aktivitätskonzentration bei der Aufnahme von 2 l d^{-1} Trinkwasser für ein Jahr, die zu einer effektiven Dosis von $0,1\text{ mSv a}^{-1}$ für die Bevölkerung führt. Diese effektive Dosis bedeutet ein sehr geringes Risiko für nachweisbare schädliche Gesundheitsauswirkungen [3].

Für den Fall eines nuklearen Notfalls wird in den Leitlinienwerten des Codex Alimentarius der WHO [5] erwähnt, dass die Aktivitätskonzentration für ^{55}Fe nicht größer als $10\,000\text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ sein darf.

ANMERKUNG 2 Die Leitlinienwerte des Codex Alimentarius (en: Codex Guidelines Levels, GLs) gelten für Radionuklide in für die menschliche Ernährung bestimmten Lebensmitteln, die international gehandelt werden und nach einem nuklearen oder radiologischen Notfall kontaminiert worden sind. Diese Leitlinienwerte gelten für Lebensmittel nach der Rekonstituierung bzw. im verzehrfertigen Zustand, d. h. sie gelten nicht für getrocknete oder konzentrierte Lebensmittel und basieren auf einem Eingreifschwellenwert von 1 mSv je Jahr für die Bevölkerung (Kinder und Erwachsene) [5].

So kann das Prüfverfahren so angepasst werden, dass die Bestimmung der charakteristischen Grenzen, die Erkennungsgrenze, die Nachweisgrenze und die Unsicherheiten sicherstellen, dass die Prüfergebnisse der Aktivitätskonzentration der Radionuklide unter den von einer nationalen Behörde sowohl für geplante/bestehenden Situationen als auch für notfallbedingte Expositionssituationen festgelegten Orientierungswerten liegen [6] [7].

In der Regel können die Prüfverfahren so angepasst werden, dass die Aktivitätskonzentration der Radionuklide entweder in den Abwässern vor der Zwischenspeicherung oder im Ablauf vor der Einleitung in die Umwelt gemessen wird. Die Prüfergebnisse ermöglichen es dem Anlagebetreiber, zu prüfen, dass die Radioaktivitätskonzentrationen der Abwässer/flüssigen Ableitungen vor ihrer Einleitung die zulässigen Grenzwerte nicht überschreiten.

Das/die in diesem Dokument beschriebene(n) Prüfverfahren darf/dürfen sowohl in geplanten, bestehenden und notfallbedingten Expositionssituationen als auch für Abwässer und Abläufe mit spezifischen Modifikationen verwendet werden, die die Gesamtunsicherheit, die Nachweisgrenze und den Schwellenwert erhöhen könnten.

Das/die Prüfverfahren darf/dürfen für Wasserproben nach korrekter Probenahme, Probenvorbehandlung und Probenvorbereitung angewendet werden (siehe entsprechende Teile der Reihe ISO 5667).

Dieses Dokument wurde als Antwort auf den Bedarf von Prüflaboren entwickelt, die diese Messungen durchführen, die in einigen Fällen von nationalen Behörden gefordert werden, da diese 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.

WARNUNG — Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, geeignete Verhaltensregeln zur Sicherheit und Gesundheit festzulegen und die Gültigkeit etwaiger anderer Einschränkungen zu bestimmen.

WICHTIG — Es ist unbedingt erforderlich, dass Untersuchungen nach diesem Dokument von entsprechend geschultem Fachpersonal durchgeführt werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Prüfverfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Eisen-55 (^{55}Fe) in Proben aller Arten von Wasser mittels Flüssigszintillationszählverfahren (LSC) fest. Bei Verwendung der derzeit verfügbaren Flüssigszintillationszähler können mit diesem Prüfverfahren die ^{55}Fe -Aktivitätskonzentrationen im Bereich von unter 30 mBq l^{-1} bis 120 mBq l^{-1} gemessen werden. Diese Werte lassen sich bei einer Messdauer zwischen 7 200 s und 10 800 s bei einem Probenvolumen von 0,5 l bis 1,5 l erreichen. Höhere Aktivitätskonzentrationen können entweder durch Verdünnen der Probe oder Verwenden kleinerer Probenaliquote oder durch beides gemessen werden.

ANMERKUNG Es handelt sich um Anhaltswerte. Einzelne Laboratorien sollten eigene Leistungsparameter festlegen.

Der Einsatzbereich hängt von der Menge gelösten Materials im Wasser und von der Leistungsfähigkeit der Messgeräte (Zählrate des Nulleffekts und Zählausbeute) ab.

Es liegt in der Verantwortung des Labors, sicherzustellen, dass das Prüfverfahren für die zu messenden Wasserproben geeignet ist.

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 and sampling techniques*

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

ISO 7870-2, *Control charts — Part 2: Shewhart control charts*

ISO/IEC 11929, *Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the confidence interval) for measurement of ionizing radiation — Fundamentals and application*

ISO 11885, *Water quality — Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES)*

ISO 15586, *Water quality — Determination of trace elements using atomic absorption spectrometry with graphite furnace*

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

ISO 17294-2, *Water quality — Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) — Part 2: Determination of selected elements including uranium isotopes*

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

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

3 Begriffe, Symbole und Einheiten

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

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/>

3.1 Allgemeine Verwendung

Tabelle 1 — Allgemeine Symbole und Einheiten

Symbol	Einheit	Bemerkungen
$r_{b(A)}$	s^{-1}	Zählrate des Reagenzien-Blindwerts für den Energiebereich (2 bis 20) keV
$r_{b(B)}$	s^{-1}	Zählrate des Reagenzien-Blindwerts für den Energiebereich (20 bis 3 000) keV
$r_{0(A)}$	s^{-1}	Detektor-Nulleffekt für den Energiebereich (2 bis 20) keV
$r_{0(B)}$	s^{-1}	Detektor-Nulleffekt für den Energiebereich (20 bis 3 000) keV
t_b	s	Nulleffekt-Messdauer
V_s	l	Probenvolumen
$u_{(V_s)}$	l	Messunsicherheit beim Probenvolumen
ε	$s^{-1} \cdot Bq^{-1}$	Allgemeiner Term für Nachweiswahrscheinlichkeit
Q_p	keine	Flüssigszintillations-Quench-Parameter
$f(Q_p)$	nicht zutreffend	Empirische Funktion, durch die ein Quench-Parameter, Q_p , mit einer Nachweiswahrscheinlichkeit, ε , verknüpft wird.
E	keV	Betateilchenenergie
$S(E)$	nicht zutreffend	Energieverteilung von Betateilchen, die von einem bestimmten Radionuklid emittiert werden
$1/2_m$	nicht zutreffend	Freier Parameter des Flüssigszintillationszählverfahrens

Tabelle 2 — Symbole aus ISO 11929:2010

Begriffe aus ISO 11929:2010	
y	Ermittelter Wert des Schätzwerts der Messgröße
$u(y)$	Standardunsicherheit des Schätzwerts der Messgröße
w	Multiplikator, bestehend aus Nachweiswahrscheinlichkeit, Zerfall, Probenmenge, der $r_{net,A(Fe)}$ so auf C_{Fe-55} abstimmt, dass $w = \frac{C_{Fe-55}}{r_{net,A(Fe)}}$
$u(w)$	Messunsicherheit für Multiplikator w , wobei: $u(w) = w \cdot \sqrt{\left(\frac{u(r_{net,A(Fe)})}{r_{net,A(Fe)}}\right)^2 + \left(\frac{u(C_{Fe-55})}{C_{Fe-55}}\right)^2}$
α	Wahrscheinlichkeit des Fehlers der ersten Art
$k_{1-\alpha}$	Quantile der Standardnormalverteilung für die Wahrscheinlichkeiten $1 - \alpha$
β	Wahrscheinlichkeit des Fehlers der zweiten Art
$k_{1-\beta}$	Quantile der Standardnormalverteilung für die Wahrscheinlichkeiten $1 - \beta$
k	Erweiterungsfaktor ($k = 2$ ist mit einem Vertrauensniveau von etwa 95,5 % für eine Gauß-Verteilung verknüpft)
y^*	Erkennungsgrenze
$y^\#$	Nachweisgrenze
$y^\triangleleft$	Untere Vertrauensgrenze für y
$y^\triangleright$	Obere Vertrauensgrenze für y
Φ	Verteilungsfunktion der Standardnormalverteilung
ω	Verteilungsfunktion von y , wobei die Standardmessunsicherheit $u(y)$ ist
c_A	Konzentration der Messgröße
$u(c_A)$	Messunsicherheit der Konzentration der Messgröße
$c_a^\triangleleft$	Untere Vertrauensgrenze für c_A
$c_a^\triangleright$	Obere Vertrauensgrenze für c_A

3.2 Spezifische Begriffe für ^{55}Fe und ^{59}Fe

Tabelle 3 — Spezifische Symbole und Einheiten für die ^{55}Fe -Analyse

Symbol	Einheit	Bemerkungen
$C_{Fe(n)}$	$\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	Natürliche Eisenmassekonzentration der Probe
$u_{(C_{Fe(n)})}$	$\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	Messunsicherheit der natürlichen Eisenmassekonzentration der Probe
A_{Fe-55}	$\text{Bq}\cdot\text{g}^{-1}$	Aktivitätskonzentration der ^{55}Fe -Kalibrierstandardlösung
$u_{(A_{Fe-55})}$	$\text{Bq}\cdot\text{g}^{-1}$	Messunsicherheit der Aktivitätskonzentration der ^{55}Fe -Kalibrierstandardlösung
$m_{s(Fe-55)}$	g	Masse der verwendeten ^{55}Fe -Kalibrierstandardlösung
$u_{(m_{s(Fe-55)})}$	g	Messunsicherheit der Masse der verwendeten ^{55}Fe -Kalibrierstandardlösung
$r_{s(Fe-55,A)}$	s^{-1}	Brutto-Zählrate der ^{55}Fe -Kalibrierquelle in Bereich A
$t_{s(Fe-55)}$	s	Messdauer der ^{55}Fe -Kalibrierquelle
$\varepsilon_{Fe(A)}$	$\text{s}^{-1}\cdot\text{Bq}^{-1}$	Nachweiswahrscheinlichkeit von ^{55}Fe im Energiebereich (2 bis 20) keV
$u_{(\varepsilon_{Fe(A)})}$	$\text{s}^{-1}\cdot\text{Bq}^{-1}$	Messunsicherheit der Nachweiswahrscheinlichkeit von ^{55}Fe im Energiebereich (2 bis 20) keV
A_{Fe-59}	$\text{Bq}\cdot\text{g}^{-1}$	Aktivitätskonzentration der ^{59}Fe -Kalibrierstandardlösung
$u_{(A_{Fe-59})}$	$\text{Bq}\cdot\text{g}^{-1}$	Messunsicherheit der Aktivitätskonzentration der ^{59}Fe -Kalibrierstandardlösung
$m_{s(Fe-59)}$	g	Masse der verwendeten ^{59}Fe -Kalibrierstandardlösung
$u_{(m_{s(Fe-59)})}$	g	Messunsicherheit der Masse der verwendeten ^{59}Fe -Kalibrierstandardlösung
$r_{s(Fe-59,A)}$	s^{-1}	Brutto-Zählrate der ^{59}Fe -Kalibrierquelle in Bereich A
$t_{s(Fe-59)}$	s	Messdauer der ^{59}Fe -Kalibrierquelle
$\varepsilon_{Hi(A)}$	$\text{s}^{-1}\cdot\text{Bq}^{-1}$	Nachweiswahrscheinlichkeit von ^{59}Fe im Energiebereich (2 bis 20) keV
$u_{(\varepsilon_{Hi(A)})}$	$\text{s}^{-1}\cdot\text{Bq}^{-1}$	Messunsicherheit der Nachweiswahrscheinlichkeit von ^{59}Fe im Energiebereich (2 bis 20) keV
$\varepsilon_{Hi(B)}$	$\text{s}^{-1}\cdot\text{Bq}^{-1}$	Nachweiswahrscheinlichkeit von ^{59}Fe im Energiebereich (20 bis 2 000) keV
$u_{(\varepsilon_{Hi(B)})}$	$\text{s}^{-1}\cdot\text{Bq}^{-1}$	Messunsicherheit der Nachweiswahrscheinlichkeit von ^{59}Fe im Energiebereich (20 bis 2 000) keV
$r_{s(Fe-59,B)}$	s^{-1}	Brutto-Zählrate der ^{59}Fe -Kalibrierquelle in Bereich B
$C_{c(Fe)}$	$\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	Massenkonzentration des stabilen Eisenträgerstoffs
$u_{(C_{c(Fe)})}$	$\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	Messunsicherheit der Massenkonzentration des stabilen Eisenträgerstoffs
$m_{c(Fe)}$	g	Masse des verwendeten stabilen Eisenträgerstoffs
$u_{(m_{c(Fe)})}$	g	Messunsicherheit der Masse des verwendeten stabilen Eisenträgerstoffs
$C_{s(Fe)}$	$\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	Massenkonzentration des stabilen Eisens in der Ausbeutelösung
$u_{(C_{s(Fe)})}$	$\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	Messunsicherheit der Massenkonzentration des stabilen Eisens in der Ausbeutelösung
$R_{(Fe)}$	keine	Eisenrückgewinnung

Symbol	Einheit	Bemerkungen
$u_{(R_{Fe})}$	keine	Messunsicherheit der Eisenrückgewinnung
$r_{A(Fe)}$	s^{-1}	Brutto-Zählrate der ^{55}Fe -Quelle in Bereich A
$r_{net,A(Fe)}$	s^{-1}	Netto-Zählrate der ^{55}Fe -Quelle in Bereich A
$u_{(r_{net,A(Fe)})}$	s^{-1}	Messunsicherheit der Netto-Zählrate der ^{55}Fe -Quelle in Bereich A
$r_{B(Fe)}$	s^{-1}	Brutto-Zählrate der ^{55}Fe -Quelle in Bereich B
$r_{net,B(Fe)}$	s^{-1}	Netto-Zählrate der ^{55}Fe -Quelle in Bereich B
$u_{(r_{net,B(Fe)})}$	s^{-1}	Messunsicherheit der Netto-Zählrate der ^{55}Fe -Quelle in Bereich B
$t_{(Fe)}$	s	Messdauer der ^{55}Fe -Quelle
c_{Fe-55}	Bq.l^{-1}	Aktivitätskonzentration von ^{55}Fe in der Probe
$u_{(c_{Fe-55})}$	Bq.l^{-1}	Messunsicherheit der Aktivitätskonzentration von ^{55}Fe in der Probe
$m_{Fe(1)}$	g	Masse der rückgewonnenen Lösung für die Probenvorbereitung
$u_{(m_{Fe(1)})}$	g	Messunsicherheit der Masse der rückgewonnenen Lösung für die Probenvorbereitung
$m_{Fe(2)}$	g	Masse der Lösung, die zur Bestimmung des Eisengehalts in der Ausgangslösung verwendet wird
$u_{(m_{Fe(2)})}$	g	Messunsicherheit der Masse der Lösung, die zur Bestimmung des Eisengehalts in der Ausgangslösung verwendet wird
$m_{Fe(3)}$	g	Masse der verdünnten Lösung zur Bestimmung des Eisengehalts
$u_{(m_{Fe(3)})}$	g	Messunsicherheit der Masse der verdünnten Lösung zur Bestimmung des Eisengehalts
$m_{Fe(4)}$	g	Gezählte Lösungsmasse
$u_{(m_{Fe(4)})}$	g	Messunsicherheit der gezählten Lösungsmasse
t_d	s	Zeitraum zwischen Probenahme und Messung
T_{Fe-55}	s	Radioaktive Halbwertszeit von ^{55}Fe
$u_{(T_{Fe-55})}$	s	Messunsicherheit der radioaktiven Halbwertszeit von ^{55}Fe
D_{Fe-55}	keine	Zerfall von ^{55}Fe zwischen Probenahme und Messung; $D_{Fe-55} = e^{\left(\frac{\ln 0.5 \cdot t_d}{T_{Fe-55}}\right)}$
$u_{(D_{Fe-55})}$	keine	Messunsicherheit des Zerfalls von ^{55}Fe zwischen Probenahme und Messung

4 Kurzbeschreibung

Eisen-55 ist ein anthropogenes Radionuklid, das durch Elektroneneinfang mit Energien von 5,9 keV und 6,5 keV und einer Halbwertszeit von 2,747 Jahren [8] zu ^{55}Mn zerfällt, mit der damit verbundenen Emission von Mangan-K- und L-Röntgenstrahlen. ^{55}Fe entsteht durch Neutroneneinfang von ^{54}Fe .

Frisch bestrahltes natürliches Eisen kann wesentliche Mengen von ^{59}Fe enthalten, und die Aktivität dieses Nuklids kann mittels Gammaskpektrometrie geschätzt werden.

Eisen-55 wird mittels Extraktionschromatographie oder Ionenaustausch-Chromatographie von einem Aliquot der Probenmatrix getrennt, und die Aktivität wird getrennt mittels Flüssigszintillationszählverfahren im Vergleich zu geeigneten ^{55}Fe -Kalibrierstandards gemessen.

Um die geringfügige Unreinheit von ^{59}Fe zu berücksichtigen, wird eine Zweikanalzählung in Verbindung mit gammaskpektrometrischen Messungen empfohlen.

Bei Proben mit hohen Aktivitätskonzentrationen ist eine Verdünnung der Probe erforderlich, um eine Harz- und Detektorsättigung während der Trennungs- und Zählsschritte zu verhindern.

ANMERKUNG Ein geeigneter Mineralisierungsschritt ist in ISO 18589-2 [9] festgelegt.

Die Konzentration des stabilen Eisens in der Probe muss bekannt sein, um die Masse des hinzuzugebenden Eisenträgers bestimmen und die chemische Ausbeute bei der Trennung von ^{55}Fe berechnen zu können.

Ein Analyse-Flussdiagramm ist in Anhang B enthalten.

5 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen von anerkannter Analysequalität sein und dürfen, mit Ausnahme der radioaktiven Standardlösungen, keine messbare Alpha- und Beta-Aktivität enthalten.

5.1 Standardlösungen

5.1.1 Standards für Eisen-55 und ^{59}Fe

Diese sollten auf nationale oder internationale Messstandards rückführbar sein und können über eine Reihe von kommerziellen Anbietern und nationalen Messinstituten bezogen werden.

5.1.2 Stabile Eisenstandards

Diese können über eine Reihe von kommerziellen Anbietern in verschiedenen Konzentrationen bezogen werden.

5.1.3 Chemischer Quencher

Es sollte eine geeignete Chemikalie verwendet werden, wie Nitromethan, CH_3NO_2 .

5.1.4 Farbquencher

Es sollte eine geeignete Chemikalie verwendet werden, wie Tartrazin, $\text{C}_{16}\text{H}_9\text{N}_4\text{Na}_3\text{O}_9\text{S}_2$.

5.2 Rückhalteträger

Eine Mischlösung aus Antimon, Caesium, Calcium, Cerium, Chrom, Kobalt, Mangan, Nickel, Ruthenium, Silber, Strontium und Zink mit $10 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ jedes Elements wird vorbereitet. Es ist nicht erforderlich, diese Lösung zu kalibrieren.

5.3 Wasser

Wasser, das Grad 3 nach ISO 3696 entspricht.

5.4 Spezifische Reagenzien für die chemische Trennung

5.4.1 Stabile Eisenträgerstofflösung

Eine Kalibrierlösung mit $10 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$ wird von einem geeigneten Lieferanten bezogen.

5.4.2 Ammoniumhydroxidlösung, $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 4 \text{ mol l}^{-1}$

250 ml konzentrierte Ammoniumhydroxidlösung sind mit Wasser auf 1 l zu verdünnen.

WARNHINWEIS — Es muss ein Augenschutz getragen werden.

5.4.3 Salpetersäurelösung, $c(\text{HNO}_3) = 7,2 \text{ mol l}^{-1}$

450 ml konzentrierte Salpetersäure sind mit Wasser auf 1 l zu verdünnen.

5.4.4 Ammoniumhydroxidlösung, $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 6 \text{ mol l}^{-1}$

500 ml konzentrierte Ammoniaklösung sind mit Wasser auf 1 l zu verdünnen.

5.4.5 Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 9 \text{ mol l}^{-1}$

750 ml konzentrierte Salzsäure sind mit Wasser auf 1 l zu verdünnen.

5.4.6 Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol l}^{-1}$

500 ml konzentrierte Salzsäure sind mit Wasser auf 1 l zu verdünnen.

5.4.7 Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol l}^{-1}$

330 ml konzentrierte Salzsäure sind mit Wasser auf 1 l zu verdünnen.

5.4.8 Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ mol l}^{-1}$

1 ml konzentrierte Salzsäure sind mit Wasser auf 1 l zu verdünnen.

5.4.9 Salpetersäurelösung, $c(\text{HNO}_3) = 8 \text{ mol l}^{-1}$

500 ml konzentrierte Salpetersäure sind mit Wasser auf 1 l zu verdünnen.

5.4.10 Salpetersäurelösung, $c(\text{HNO}_3) = 2 \text{ mol l}^{-1}$

125 ml konzentrierte Salpetersäure sind mit Wasser auf 1 l zu verdünnen.