

DIN EN ISO 9698

ICS 13.060.60

Einsprüche bis 2015-04-06
Vorgesehen als Ersatz für
DIN 38404-13:1988-05

Entwurf

**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Tritium –
Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (ISO 9698:2010);
Deutsche Fassung FprEN ISO 9698:2015**

Water quality –
Determination of tritium activity concentration –
Liquid scintillation counting method (ISO 9698:2010);
German version FprEN ISO 9698:2015

Qualité de l'eau –
Détermination de l'activité volumique du tritium –
Méthode par comptage des scintillations en milieu liquide (ISO 9698:2010);
Version allemande FprEN ISO 9698:2015

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-02-06 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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/stellungnahme 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 (Hausanschrift: 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 32 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 9698:2010 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als FprEN ISO 9698:2015 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschusses NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Bezeichnung des Verfahrens:

Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Tritium - Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler

Verfahren DIN EN ISO 9698

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5667-1	siehe	DIN EN ISO 5667-1
ISO 5667-3	siehe	DIN EN ISO 5667-3
ISO 5667-14	siehe	DIN ISO 5667-14
ISO 80000-10	siehe	DIN EN ISO 80000-10
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

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 Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN und von der Wasserchemischen Gesellschaft – eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker – gemeinsam erarbeitete Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung:

Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Tritium - Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler.

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 Stoffkenngößen (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 (Hausanschrift: Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin), Auskunft.

Änderungen

Gegenüber DIN 38404-13:1988-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Titel geändert;
- b) redaktionell überarbeitet.

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*¹⁾

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 5667-14, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 14: Anleitung zur Qualitätssicherung bei der Entnahme und Handhabung von Wasserproben*

1) überarbeitete Fassung DIN EN ISO 5667-3: 2003-03

Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Tritium — Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (ISO 9698:2010)

Qualité de l'eau — Détermination de l'activité volumique du tritium — Méthode par comptage des scintillations en milieu liquide (ISO 9698:2010)

Water quality — Determination of tritium activity concentration — Liquid scintillation counting method (ISO 9698:2010)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: einstufiges Annahmeverfahren
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.5a

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Symbole, Definitionen und Einheiten	6
4 Grundlage des Verfahrens	7
5 Reagenzien und Geräte	7
6 Probenahme und Proben	10
7 Durchführung	10
8 Angabe der Ergebnisse	13
9 Analysenbericht	15
Anhang A (informativ) Numerische Anwendungen	16
Anhang B (informativ) Destillation einer großvolumigen Probe	18
Anhang C (informativ) Verfahren mit internem Standard	21
Anhang D (informativ) Destillation einer kleinvolumigen Probe	23
Anhang E (informativ) Screening-Verfahren für nasse Matrices	26
Literaturhinweise	28

Vorwort

Der Text von ISO 9698:2010 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als FprEN ISO 9698:2015 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zum einstufigen Annahmeverfahren vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 9698:2010 wurde vom CEN als FprEN ISO 9698:2015 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Das in der Umwelt vorhandene Tritium ist sowohl natürlichen als auch anthropogenen Ursprungs. Als Folge atmosphärischer Kernwaffenversuche, der Emissionen kerntechnischer Anlagen und der Isotopenanwendung und -verarbeitung gelangen relativ große Mengen Tritium in die Umwelt. Trotz der geringen Dosen, in denen Tritium auftritt, ist die Überwachung der Aktivitätskonzentration von Tritium in der Umwelt notwendig, um dessen Ausbreitung in der Hydrosphäre und der Biosphäre verfolgen zu können.

WARNUNG — 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 sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

WICHTIG — Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Internationalen Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Tritium in natürlichen Wasserproben oder von tritiiertem Wasser ($[^3\text{H}]\text{H}_2\text{O}$) mithilfe eines Flüssigszintillationszählers fest.

Die Auswahl des analytischen Verfahrens, ob mit oder ohne Destillation der Wasserprobe vor der Bestimmung, hängt vom Ziel der Messung sowie von den Eigenschaften der Probe ab (siehe [1], [2], [3]).

Bei der Direktmessung von Rohwasserproben mithilfe des Flüssigszintillationszählers muss das potenzielle Vorhandensein von Beta-Strahlen emittierenden Radionukliden berücksichtigt werden. Um bei Feststellung solcher Radionuklide Störungen mit diesen zu vermeiden, wird die Tritiumquantifizierung nach der Probenbehandlung durch Destillation durchgeführt (siehe [4], [5], [6], [7]). Drei Destillationsverfahren werden in den Anhängen B, D und E beschrieben.

Dieses Verfahren eignet sich nicht für die Analyse von organisch gebundenem Tritium. Diese Bestimmung erfordert weitere chemische Aufarbeitung (wie eine chemische Oxidation oder Verbrennung).

Unter geeigneten technischen Voraussetzungen liegt die Nachweisgrenze bei gerade einmal 1 Bq l^{-1} . Aktivitätskonzentrationen von Tritium unter 106 Bq l^{-1} können ohne Probenverdünnung bestimmt werden. Eine vorherige Anreicherung kann die Nachweisgrenze beträchtlich senken (siehe [8], [9]).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 5667-1, *Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques*

ISO 5667-3, *Water quality — Sampling — Part 3: Guidance on the preservation and handling of water samples*

ISO 5667-14, *Water quality — Sampling — Part 14: Guidance on quality assurance of environmental water sampling and handling*

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

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

ISO/IEC Guide 98-3:2008, *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*

ISO/IEC Guide 99:2007, *International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM)*

3 Symbole, Definitionen und Einheiten

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Symbole, Begriffe und Einheiten nach ISO 80000-10, ISO/IEC-Leitfaden 98-3 und ISO/IEC-Leitfaden 99 und die folgenden Symbole.

$\beta_{\max}$	Maximalenergie für die Beta-Emission, in 1 000 Elektronvolt
V	Volumen der Messprobe, in Liter
m	Masse der Messprobe, in Kilogramm
ρ	Dichte der Probe, in Gramm je Liter
c_A	Aktivitätskonzentration, in Becquerel je Liter
a	Aktivität je Masseinheit, in Becquerel je Kilogramm
A	Aktivität der Kalibrierprobe, in Becquerel
t_0	Messzeit des Nulleffekts, in Sekunden
t_g	Messzeit der Probe, in Sekunden
t_s	Messzeit der Kalibrierung, in Sekunden
n	Anzahl der Wiederholungen
r_{0i}	Zählrate des Nulleffekts in der Wiederholung i , je Sekunde
r_0	durchschnittliche Nulleffektzählrate für i Wiederholungen, je Sekunde
r_{gi}	Zählrate der Proben in der Wiederholung i , je Sekunde
r_g	durchschnittliche Zählrate der Proben für i Wiederholungen, je Sekunde
r_s	Zählrate der Kalibrierung, je Sekunde
ε	Nachweiseffizienz (Zählausbeute)
ε_q	gemessene Effizienz für jede Arbeitsnorm zur Ermittlung der Quenchkurve
f_q	Quenchfaktor
$u(c_A)$	Standardunsicherheit in Bezug auf das Messergebnis, in Becquerel je Liter
U	erweiterte Messunsicherheit nach folgender Berechnung: $U = k \cdot u(c_A)$, mit $k = 1, 2, \dots$, 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 Vertrauensbereichs, in Becquerel je Liter