

DIN EN ISO 9698

ICS 13.060.60; 13.280

Einsprüche bis 2017-05-24
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 9698:2015-12

Entwurf**Wasserbeschaffenheit –****Tritium –**
**Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (ISO/DIS 9698:2017);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 9698:2017**

Water quality –

Tritium –

Test method using liquid scintillation counting (ISO/DIS 9698:2017);
German and English version prEN ISO 9698:2017

Qualité de l'eau –

Tritium –

Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide (ISO/DIS 9698:2017);
Version allemande et anglaise prEN ISO 9698:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-03-24 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, 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 65 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 9698:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

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

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN ISO 9698 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Bezeichnung des Verfahrens:

Tritium — Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (C 13):

Verfahren DIN EN ISO 9698 — C 13

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 5667-5	siehe	DIN ISO 5667-5
ISO 5667-6	siehe	DIN EN ISO 5667-6
ISO 5667-7	siehe	DIN 38402-22
ISO 5667-9	siehe	DIN 38402-16
ISO 5667-10	siehe	DIN 38402-11
ISO 5667-14	siehe	DIN EN ISO 5667-14
ISO 7870-2	siehe	E DIN ISO 7870-2
ISO 11929	siehe	DIN ISO 11929
ISO 19361	siehe	DIN ISO 19361
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 DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW) und von der Wasserchemischen Gesellschaft – eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker – gemeinsam erarbeitete Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung:

Tritium - Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (C 13).

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

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

Allgemeine Angaben (Gruppe A)

Sensorische Verfahren (Gruppe B)

Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)

Anionen (Gruppe D)

Kationen (Gruppe E)

Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F)

Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)

Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)

Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)

Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)

Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)

Einzelkomponenten (Gruppe P)

Schlamm und Sedimente (Gruppe S)

Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Telefon 030 2601-2448, oder die Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin (Hausanschrift: Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin), Auskunft.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 9698:2015-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Titel geändert;
- b) Einleitung erweitert;
- c) Normative Verweisungen angepasst;
- d) Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 38402-11, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 11: Probenahme von Abwasser (A 11)*

DIN 38402-16, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme aus dem Meer (A 16)*

DIN 38402-22, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme von Kühlwasser für den industriellen Gebrauch (A 22)*

DIN EN ISO 5667-1, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Erstellung von Probenahmeprogrammen und Probenahmetechniken*

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Konservierung und Handhabung von Wasserproben*

DIN EN ISO 5667-6, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 6: Anleitung zur Probenahme aus Fließgewässern*

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

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 5667-5, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 5: Anleitung zur Probenahme von Trinkwasser aus Aufbereitungsanlagen und Rohrnetzsystemen*

E DIN ISO 7870-2, *Regelkarten — Teil 2: Shewhart-Regelkarten (ISO 7870-2:2013); Text Deutsch und Englisch*

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

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

Wasserbeschaffenheit — Tritium — Verfahren mit dem Flüssigszintillationszähler (ISO/DIS 9698:2017)

Qualité de l'eau — Tritium — Méthode d'essai par comptage des scintillations en milieu liquide (ISO/DIS 9698:2017)

Water quality — Tritium — Test method using liquid scintillation counting (ISO/DIS 9698:2017)

ICS:

Deskriptoren:

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

STD Version 2.8f

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	9
4 Symbole und Einheiten	9
5 Grundlage des Verfahrens	10
6 Reagenzien und Geräte	10
6.1 Reagenzien	10
6.1.1 Wasser für die Blindprobe	10
6.1.2 Lösung für die Kalibrierprobe	11
6.1.3 Szintillationslösung	11
6.1.4 Quenching-Mittel	12
6.2 Geräte	12
7 Probenahme und Proben	13
7.1 Probenahme und Probenahmetransport	13
7.2 Probenlagerung	13
8 Durchführung	13
8.1 Probenvorbereitung	13
8.1.1 Allgemeines	13
8.1.2 Unmittelbares Verfahren	13
8.1.3 Destillation	14
8.2 Herstellung der zu messenden Quellen	14
8.3 Zählverfahren	14
8.3.1 Allgemeines	14
8.3.2 Prüfung und Kalibrierung	14
8.3.3 Messbedingungen	15
8.3.4 Prüfung auf Störungen	16
9 Angabe der Ergebnisse	16
9.1 Allgemeines	16
9.2 Berechnung der Aktivitätskonzentration	17
9.3 Erkennungsgrenze	17
9.4 Nachweisgrenze	18
9.5 Grenzen des Vertrauensintervalls	18
9.6 Berechnungen anhand der Aktivität je Masseinheit	18
10 Analysenbericht	19
Anhang A (informativ) Numerische Anwendungen	20
Anhang B (informativ) Destillation einer großvolumigen Probe	21
B.1 Grundlage des Verfahrens	21
B.2 Reagenzien und Geräte	21

B.2.1	Reagenzien.....	21
B.2.2	Geräte.....	22
B.3	Destillation	22
B.3.1	Allgemeines	22
B.3.2	Probenvorbereitung.....	22
B.3.3	Verwerfen.....	23
B.3.4	Abfüllung	23
B.3.5	Prüfung.....	23
B.4	Messung	23
Anhang C (informativ) Verfahren mit internem Standard		24
C.1	Grundlage des Verfahrens.....	24
C.2	Probenvorbereitung.....	24
C.3	Zählverfahren	25
C.4	Angabe der Ergebnisse	25
Anhang D (informativ) Destillation einer kleinvolumigen Probe.....		26
D.1	Grundlage des Verfahrens.....	26
D.2	Reagenzien und Geräte.....	26
D.2.1	Reagenzien.....	26
D.2.2	Geräte.....	27
D.3	Destillation	27
D.4	Probenvorbereitung.....	27
D.4.1	Allgemeines	27
D.4.2	Oxidation in einem alkalischen Medium	27
D.4.3	Neutralisierung	28
D.4.4	Abfüllung	28
D.4.5	Prüfung.....	28
D.5	Herstellung der zu messenden Quellen	28
Anhang E (informativ) Vereinfachte Destillation		29
E.1	Grundlage des Verfahrens.....	29
E.2	Reagenzien und Geräte.....	29
E.2.1	Reagenzien.....	29
E.2.2	Geräte.....	29
E.3	Destillation	30
E.3.1	Vorbereitung	30
E.3.2	Bildung von Linseneis und Abfüllung des destillierten Wassers.....	30
E.4	Herstellung der zu messenden Quellen	30
Literaturhinweise.....		31

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 9698:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 9698:2015 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 9698:2017 wurde vom CEN als prEN ISO 9698:2017 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 Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 147, *Water quality*, Unterkomitee SC 3, *Radioactivity measurements*.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (2010), [Abschnitt(e) / Unterabschnitt(e) / Tabelle(n) / Bilde(r) / Anhang/Anhänge], die technisch überarbeitet wurde.

Einleitung

Radioaktivität aus natürlich vorkommenden und anthropogenen Quellen ist in der gesamten Umwelt vorhanden. Daher können Wasserkörper (z.B. Oberflächengewässer, Grundwässer, Meerwasser) Radionuklide aus natürlichen oder anthropogenen Quellen enthalten:

- Radionuklide, einschließlich Kalium-40, Tritium, Kohlenstoff-14, und solche aus der Thorium- und Uran-Zerfallsreihe, insbesondere Radium-226, Radium-228, Uran-234, Uran-238, Blei-210, können in Wässern auf Grund natürlicher Ursachen auftreten (z. B. Desorption aus Böden und Auswaschung durch Regenwasser) oder können durch technologische Prozesse unter Verwendung von natürlich auftretende radioaktive Materialien freigesetzt werden (z.B. Abbau und Aufbereitung von Mineralsanden oder Produktion und Anwendung von Phosphat-Düngern);
- anthropogene Radionuklide, wie Elemente der Transurane (Americium, Plutonium, Neptunium, Curium), Tritium, Kohlenstoff-14, Strontium 90 und gamma-strahlende Radionuklide, können ebenfalls in natürlichen Wässern als Ergebnis genehmigter betrieblicher Freisetzungen geringen Umfangs in die Umwelt über Einleitungen aus Einrichtungen zur Gewinnung nuklearer Energie vorkommen. Radionuklide werden ebenfalls über die medizinische und industrielle Anwendung in ungekapselter Form in die Umwelt freigesetzt. Sie werden im Wasser auch als Ergebnis von Kontaminationen durch Fallouts aus der Explosion von Nuklearwaffen in der Atmosphäre und Störfällen, wie solchen, die in Chernobyl und Fukushima erfolgt waren, gefunden.

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

Radioaktivitäten flüssiger Einleitungen werden üblicherweise vor der Einleitung in die Umwelt kontrolliert [2] und die Radioaktivität von Wasserkörpern und Trinkwasser wird nach den Empfehlungen der World Health Organization (WHO) überwacht. Dies sorgt dafür, dass geeignete Maßnahmen zur Vermeidung negativer Wirkungen auf die Gesundheit der Bevölkerung sichergestellt werden. Über die Einhaltung dieser internationalen Empfehlungen, erfolgen Festlegungen zur Genehmigung von Radionuklidkonzentrationsgrenzwerten für die Freisetzung durch Einleitungen in die Umwelt, und Radionuklid-Richtwerte für Wasserkörper und Trinkwasser üblicherweise durch nationale Gesetze für geplante, tatsächliche und notfallbedingte Expositionssituationen. Die Übereinstimmung mit solchen Grenzwerten kann mittels Messergebnissen und den dazu gehörenden Messunsicherheiten, entsprechend ISO/IEC Guide 98-3 und ISO 5667-20 [4] geprüft werden.

Die Grenzwerte und Richtwerte, die für Maßnahmen zur Verminderung von Gesundheitsrisiken gelten, variieren in Abhängigkeit von der Expositionssituation. Zum Beispiel beträgt der Tritium-Richtwert der WHO¹⁾ für Trinkwasser 10 000 Bq/l. Für den Fall einer nuklearen Notfallsituation sieht der WHO-Codex-Richtwerte²⁾ vor, die 1 000 Bq/l in Babynahrung und 10 000 Bq/l in Nahrungsmitteln außer Babynahrung an organisch gebundenem Tritium nicht überschreiten sollten.

Deshalb muss das Prüfverfahren dahingehend angepasst werden, ob seine Anwendung im Rahmen einer geplanten Routine-Situation oder einer Notfallsituation erfolgt, da während einer Notfallsituation eine große Anzahl von Proben schnell zu untersuchen ist. Die Prüfverfahren sind so anzupassen, dass ihre charakteristischen Werte, Entscheidungsschwellenwert, Bestimmungsgrenze und die Messunsicherheiten, die Verifizierung sicherstellen, dass die Radionuklidkonzentrationen unterhalb der Richtwerte liegen, die von nationalen Behörden zur Einhaltung in geplanten Routine-Situationen oder in Notfallsituationen festgelegt sind [6], [7], [8].

Üblicherweise können die Prüfverfahren für die Messung der Aktivitätskonzentration der Radionuklide entweder in Abwasser vor der Endlagerung und Einleitungen vor deren Freisetzung in die Umwelt angepasst werden. Die Untersuchungsergebnisse setzen den Betreiber der Anlage/Einrichtung in die Lage, nationale Gesetze einzuhalten, indem vor der Freisetzung von Abwasser/Einleitungen verifiziert wird, dass Radioaktivitätskonzentrationen unterhalb behördlicher Grenzen liegen.

Die in dieser Norm beschriebenen Prüfverfahren dürfen in geplanten Routine-Situationen und in Notfallsituationen sowohl für Abwasser als auch Einleitungen mit besonderen Modifikationen angewendet werden, die die gesamte Messunsicherheit, die Bestimmungsgrenze und Schwellenwerte verbessern.

Die Prüfverfahren können für Wasserproben nach geeigneter Probenahme, Probenbehandlung und Aufbereitung der Untersuchungsprobe (siehe den Ad-hoc-Teil in ISO 5667).

Eine Internationale Norm für ein Verfahren zur Prüfung von Tritium-Aktivitätskonzentrationen in Wasserproben ist wichtig für Prüflabore, die diese Messungen durchführen, die manchmal von nationalen autorisierten Stellen gefordert werden, und Labore eine besondere Akkreditierung für die Messung von Radionukliden in Trinkwasserproben erlangen müssen.

Die Internationale Norm gehört zu einer Reihe von Internationalen Normen über Prüfverfahren für die Messung von Aktivitätskonzentrationen von Radionukliden in Wasserproben.

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

2) Die Codex-Richtwertstufen (GLs) gelten für Radionuklide in Nahrungsmitteln für den menschlichen Verzehr und internationalen Handel, die in der Folge eines nuklearen oder radiologischen Notfalls kontaminiert wurden. Diese Richtwertstufen gelten für Nahrungsmittel nach Aufbereitung oder wie für den Verzehr vorbereitet, d. h. nicht für getrocknete oder konzentrierte Nahrungsmittel, und beruhen auf einem Ausnahme-Eingreifschwollenwert von 1 mSv je Jahr. Dokumente enthalten Werte zu Aktivitätskonzentrationen in Nahrungsmitteln, einschließlich Getränken, die zu einer effektiven Dosis von 1 mSv/a bei Menschen führen (Kinder und Erwachsene). Die Richtwertstufen wurden gegen altersabhängige Aufnahmedosis-Koeffizienten, definiert als Effektive Folgedosis für jedes Radionuklid, die den "International Basic Safety Standards" [5] entnommen wurden. Die Codex GLs sind Bestandteile des General Standard for Contaminants and Toxins in Food and Feeds [6].

WARNUNG — Anwender dieser Internationalen Norm sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument 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 die Bedingungen für die Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Tritium in Proben aus Meer-, Oberflächen-, Grund-, Regenwasser 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 [20], [21], [22].

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 [23], [24], [25], [26]). Die Anhänge B, D und E beschreiben drei Destillationsverfahren.

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

Unter geeigneten technischen Voraussetzungen kann die Nachweisgrenze bei 1 Bq l^{-1} liegen. Aktivitätskonzentrationen von Tritium unter 10^6 Bq l^{-1} können ohne Probenverdünnung bestimmt werden. Eine vorherige Anreicherung kann die Nachweisgrenze beträchtlich senken ([27], [28]).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden in diesem Dokument solcher Art zitiert, dass einige Teile oder der gesamte Inhalt Anforderungen dieses Dokuments enthalten. 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 80000-10, *Quantities and units — Part 10: Atomic and nuclear physics*

ISO 11929:2010, *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 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 Begriffe

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

3.1

Ausfluss

Wasser oder Abwasser abgeleitet aus einem Haltebecken wie zum Beispiel Aufbereitungsanlage, Industrieprozess oder Klärteich

3.2

Industrieabwasser

abgeleitetes Wasser, welches es in einem Industrieprozess genutzt oder produziert wurde und keinen unmittelbaren Nutzen für diesen Prozess mehr hat

3.3

Filtration

Verfahren, bei dem Wasser durch eine Schicht porösen Materials hindurchgeleitet wird, um partikuläres Material zu entfernen

4 Symbole und Einheiten

$\beta_{\max}$	Maximalenergie für die Beta-Emission, in Kiloelektronvolt (keV)
V	Volumen der Messprobe, in Liter
m	Masse der Messprobe, in Kilogramm
ρ	Dichte der Probe, in Kilogramm 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	Messdauer des Nulleffekts, in Sekunden
t_g	Messdauer der Probe, in Sekunden
t_s	Messdauer der Kalibrierung, in Sekunden
r_0	Zählrate des Nulleffekts, je Sekunde
r_g	Zählrate der Proben, je Sekunde
r_s	Zählrate der Kalibrierung, je Sekunde
ε	Zählausbeute
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
$c_A^\triangleleft, c_A^\triangleright$	untere und obere Grenze des Vertrauensbereichs, in Becquerel je Liter

5 Grundlage des Verfahrens

Die Wasserprobe wird mit dem Szintillationscocktail zusammen in einem Messfläschchen zu einem homogenen Medium vermischt. Die vom Tritium emittierten Elektronen übertragen ihre Energie an das Szintillationsmedium. Die durch diesen Vorgang angeregten Moleküle kehren durch Emission von Photonen in ihren Grundzustand zurück. Diese Photonen werden mithilfe von Photodetektoren nachgewiesen.

Die von den Photodetektoren emittierten elektrischen Impulse werden verstärkt, sortiert (um Zufallsereignisse auszuschließen) und mithilfe von elektronischen Systemen und Datenanalysesoftware analysiert. Nach Korrektur hinsichtlich der Nulleffektzählrate und der Zählkreisbeute ermöglicht die Zählrate dieser Photonen die Bestimmung der Aktivität der Probe.

Zur Bestimmung der Zählrate des Nulleffekts wird eine Blindprobe in gleicher Weise vorbereitet wie die Messprobe. Die Blindprobe wird mit Referenzwasser der niedrigsten verfügbaren Aktivität vorbereitet. Dieses Wasser wird manchmal auch als „totes Wasser“ bezeichnet.

Zur Bestimmung der Zählkreisbeute ist es notwendig, eine Wasserprobe mit einer bekannten Tritiumaktivität unter identischen Bedingungen wie die der Testprobe zu messen. Dieses Wasser muss eine Verdünnung dieser Mischung mit hergestellt mit Referenzwasser sein.

Für die Herstellung der Blindprobe, der Messprobe und der Kalibrierprobe gelten die folgenden Bedingungen:

- gleicher Szintillationscocktail;
- gleicher Typ des Messfläschchens;
- gleiche Einfüllgeometrie;
- gleiches Verhältnis zwischen Messanteil und Szintillationscocktail;
- Temperaturstabilität der Bestimmungsgeräte;
- Aufnahme des Werts des Quenchanzeigeparameters in die Kalibrierungskurve.

Wenn bestimmte Bedingungen eines chemischen Quenches, die Messergebnisse beeinflussen, wird empfohlen die Zählraten mit Hilfe einer Quenchkurve zu korrigieren. Dabei ist es wichtig, ein chemisches Quenching-Mittel, in Übereinstimmung für das in der Probe vermutete Quenching, zu verwenden. Dieses Verfahren ist nicht auf Farb-Quench-Proben anwendbar.

Bei hochaktiven und hochgequenchten Proben oder Farb-Quench-Proben ist unter Umständen die Verwendung eines Verfahrens mit internem Standard hilfreich, siehe Anhang C.

6 Reagenzien und Geräte

Nur Reagenzien mit dem Reinheitsgrad „zur Analyse“ verwenden.

6.1 Reagenzien

6.1.1 Wasser für die Blindprobe

Das für die Blindprobe verwendete Wasser muss möglichst frei von chemischen Verunreinigungen sein, um Quenching zu vermeiden, frei von radioaktiven Verunreinigungen sein (siehe [22]) und im Verhältnis zu den zu messenden Aktivitäten nur eine unbedeutende Aktivitätskonzentration von Tritium aufweisen.

So kann eine Wasserprobe mit einer niedrigen Aktivitätskonzentration von Tritium beispielsweise von (tiefem) Grundwasser entnommen und in einer gut verschlossenen Borosilikatglasflasche im Dunkeln bei gleichbleibender Temperatur (ISO 5667-3) aufbewahrt werden. Diese blindwertfreie Wasserprobe muss von tritiumhaltigen Stoffen physisch getrennt aufbewahrt werden.

Es wird empfohlen, eine geeignete Wassermenge für Blindproben vorrätig zu halten und daraus nach Bedarf die unmittelbar benötigten Mengen zu entnehmen. Dabei sollte die Verunreinigung mit Tritium (beispielsweise durch Wasserdampf in der Luft oder durch Tritiumproben, wie Uhren mit Leuchtzifferblatt oder Gaschromatographen) oder mit anderen radioaktiven Stoffen vermieden werden.

Die Aktivitätskonzentration von Tritium ($t = 0$), in Bq l^{-1} in diesem Wasser bestimmen und das Datum ($t = 0$) der Bestimmung (siehe Abschnitt 4, „Anmerkung“) aufzeichnen.

Da die Aktivität bei Werten von etwa 1 Bq l^{-1} nicht mehr zu vernachlässigen ist, muss auch eine Blindprobe herangezogen werden, um eine tritiumfreie Probe sicherzustellen. Die Aktivitätskonzentration von Tritium in der Blindprobe kann durch Anreicherung und nachfolgende Flüssigszintillationszählung oder durch Messung der ^3He -Anteile durch Massenspektrometrie bestimmt werden. Es wird empfohlen, Blindwertwasser mit einer Aktivitätskonzentration von weniger als $0,5 \text{ Bq l}^{-1}$ zu verwenden.

Bei ausreichend großen Wassermengen für Blindproben, z. B. 10 l bis 20 l, die gut verschlossen aufbewahrt werden, sollte die Aktivitätskonzentration von Tritium auch über Jahre stabil bleiben. Dennoch wird empfohlen, diese Aktivitätskonzentration in bestimmten Zeitabständen, z. B. einmal jährlich zu bestimmen.

6.1.2 Lösung für die Kalibrierprobe

Zur Vermeidung einer Querkontamination die benötigte Menge einer konzentrierten Tritium($[\text{}^3\text{H}]\text{H}_2\text{O}$)-Standardlösung an einem geeigneten Ort vorbereiten, wiegen und in einen gewogenen Messkolben (z. B. 100 ml) abfüllen. Dieser Ort muss von dem Bereich räumlich getrennt sein, in dem die Tritiumanalyse durchgeführt wird. Die Aktivitätskonzentration von Tritium muss so viele Impulse ergeben, dass die gewünschte Messungenauigkeit nach der Verdünnung mit Blindwertwasser und gründlicher Mischung erreicht werden kann. Danach die Aktivitätskonzentration der erhaltenen Lösung für die Kalibrierprobe berechnen ($t = 0$). Das Datum, an dem die Standardlösung hergestellt wurde ($t = 0$), aufzeichnen.

Die Aktivitätskonzentration von Tritium in der Kalibrierlösung zum Zeitpunkt t der Probenmessung muss hinsichtlich des radioaktiven Zerfalls korrigiert werden.

6.1.3 Szintillationslösung

Der Szintillationscocktail wird nach den Eigenschaften der zu analysierenden Probe und den Merkmalen der Messgeräte ausgewählt (siehe [30]).

Es wird empfohlen, einen hydrophilen Szintillationscocktail zu verwenden, wenn natürliche Wasserproben oder Abwasser gemessen werden sollen.

Die Eigenschaften des Szintillationscocktails müssen sicherstellen, dass die Mischung im vorgegeben Mischverhältnis bei der Temperatur des Zählsystems homogen und stabil bleibt.

Für eine direkte Messung von Rohwasser als partikelhaltige Suspension wird die Verwendung eines Szintillationscocktails empfohlen, der eine gelartige Mischung ergibt.

Folgende Vorgehensweise wird empfohlen:

- die Szintillationslösung im Dunkeln aufbewahren und insbesondere unmittelbar vor der Verwendung direkte Sonneneinstrahlung oder fluoreszierendes Licht vermeiden, damit keine störenden Lumineszenzen auftreten und;
- die vom Lieferanten des Szintillationscocktails angegebenen Lagerbedingungen einhalten.

Die Mischungen (Szintillationscocktail und Messprobe) sollten als Chemieabfälle entsorgt werden. Je nach Radioaktivität kann sogar eine Entsorgung nach den Vorschriften für radioaktiven Abfall erforderlich sein.

6.1.4 Quenching-Mittel

Beispiele für chemische Quenching-Mittel sind: Salpetersäure, Aceton, chlororganische Verbindungen, Nitromethan, usw..

ANMERKUNG Einige Quenching-Mittel sind gefährlich oder giftig.

6.2 Geräte

6.2.1 Allgemeines

Es müssen Laborgeräte wie Pipetten und Waagen verwendet werden, mit denen die erwarteten bzw. vereinbarten Zielsetzungen der Datenqualität erreicht und die mit den Messungen einhergehenden Messunsicherheiten quantifiziert werden können.

Bei der Herstellung der Messprobe ist die exakte Mengendosierung des flüssigen Szintillationscocktails wesentlich, um eine konsistente Datenqualität zu erhalten.

6.2.2 Flüssigszintillationszähler

Flüssigszintillationszähler, vorzugsweise mit einem automatischen Probenwechsler. Es wird empfohlen, während der Messung die Temperatur nach den Angaben des Herstellers konstant zu halten. Je nach zu erreichender Nachweisgrenze ist unter Umständen ein Flüssigszintillationszähler mit einer Low-Level-Konfiguration erforderlich. Das in dieser Internationalen Norm festgelegte Verfahren bezieht sich auf die häufig verwendeten Flüssigszintillationszähler mit Messfläschchen für etwa 20 ml. Werden andere Messfläschchen mit geeigneten Zählern verwendet, muss das beschriebene Verfahren entsprechend angepasst werden.

6.2.3 Messfläschchen

Es gibt unterschiedliche Szintillationsfläschchen aus einer ganzen Reihe von Werkstoffen. Am häufigsten werden Glas- und Polyethylenfläschchen verwendet. Glasfläschchen erlauben eine Sichtprüfung des Szintillationsmediums, weisen aber wegen des Vorhandenseins von ^{40}K einen inhärenten Nulleffekt auf. Einige in den Szintillationscocktails enthaltene organische Lösemittel diffundieren durch das Polyethylen und beschleunigen die Zersetzung der Mischung.

Weitere Fläschchentypen sind Folgende:

- Glasfläschchen mit einem niedrigen ^{40}K -Anteil weisen einen geringeren Nulleffekt als übliche Glasfläschchen auf.
- Bei der Bestimmung sehr geringer Tritiumkonzentrationen wird dringend empfohlen, Fläschchen aus Polytetrafluorethylen (PTFE) oder Polyethylen mit einer PTFE-Beschichtung auf der Innenseite zu verwenden. Organische Lösemittel diffundieren langsamer durch PTFE als durch Polyethylen. Diese Fläschchen werden für eine lange Messdauer zur Messung sehr geringer Aktivitäten verwendet.

Im Allgemeinen sind diese Fläschchen für den einmaligen Gebrauch gedacht. Falls sie wiederverwendet werden, ist es erforderlich, dass sie mit einem effizienten Verfahren gereinigt werden.

Damit keine störenden Lumineszenzen auftreten, sollten die Messfläschchen im Dunkeln aufbewahrt und insbesondere unmittelbar vor der Verwendung keiner direkten Sonneneinstrahlung oder fluoreszierendem Licht ausgesetzt werden.

Auf Toluol basierte Szintillationslösungen können Polyethylen physisch verformen und sollten daher nicht zusammen mit Polyethylen-Messfläschchen verwendet werden. Die Diffusion organischer Lösemittel in und durch Polyethylen-schichten ist auch ein schwerwiegender Nachteil von Polyethylenfläschchen.

7 Probenahme und Proben

7.1 Probenahme und Probenahmetransport

Die Bedingungen bei der Probennahme müssen mit ISO 5667-1 und die der Aufbewahrung sowie Handhabung von Wasserproben mit ISO 5667-3 übereinstimmen. Weitere Informationen zur Probennahme verschiedener Wasserarten können in den entsprechenden Teilen von ISO 5667 [10],[11],[12],[13],[14],[15],[16],[17] und zur Qualitätssicherung von umweltrelevanter Wasserprobenahme und Handhabung in ISO 5667-14 [18] nachgelesen werden.

Wegen des hohen chemischen Quencheffekts durch Säuren sowie des potenziellen Vorhandenseins von Tritium in Säuren, wie in ISO 5667-3 festgelegt, wird nicht empfohlen, die Proben mit Säure zu versetzen.

Es ist wichtig, dass das Labor eine repräsentative, durch Transport oder Lagerung nicht veränderte Probe in einem unbeschädigten Behälter erhält. Um Beeinträchtigungen der Probe zu vermeiden, wird empfohlen, Kunststoffbehälter für Abflüsse und Glasbehälter für andere Probenarten zu verwenden. Die Glasbehälter reduzieren das Risiko von Querkontaminierung. Kunststoffbehälter schränken den Bruch und das Verschütten von Abflüssen ein, welche eine hohe Aktivitätskonzentration von Radionukliden enthalten können.

Bei niedrigen Aktivitätsmessungen ist es wichtig, bei der Probenahme jeglichen Kontakt zwischen der Probe und der Atmosphäre zu vermeiden.

Es wird empfohlen, die Behälter vollständig zu füllen um den Tritiumaustausch mit der Luftfeuchtigkeit so gering wie möglich zu halten.

7.2 Probenlagerung

Bei Bedarf, sind Proben nach ISO 5667-3 zu lagern. Falls die Lagerdauer die nach ISO 5667-3 empfohlenen drei Monate überschreitet, wird empfohlen die Proben in Glasbehältern aufzubewahren.

Es wird empfohlen, Proben von Abflüssen getrennt nach hoher, mittlerer und niedriger Tritiumaktivitätskonzentration zu lagern.

8 Durchführung

8.1 Probenvorbereitung

8.1.1 Allgemeines

Die Umgebungsluft des Labors, in dem die Proben vorbereitet werden, muss im Hinblick auf Tritium überwacht werden, um das Risiko einer Querkontaminierung, insbesondere bei der Vorbereitung von Abflussproben zu bestimmen. Ein Überwachungsprogramm sollte Bestandteil des Labor-Qualitätssystems sein, um das Risiko durch Querkontamination zu minimieren (z. B. Messung kondensierter Feuchtigkeit, offener Wasseroberflächen bei geöffneten Flaschen usw.).

8.1.2 Unmittelbares Verfahren

Die Messung der Messprobe erfolgt üblicherweise in Rohwasser, ohne dass Schwebstoffe zuvor entfernt werden. Falls die Aktivität einer gefilterten oder zentrifugierten Probe gemessen werden soll, so müssen die Schwebstoffe möglichst schnell nach der Probenahme entfernt werden (siehe ISO 5667-3).

8.1.3 Destillation

Beispiele für Destillationsverfahren werden in den Anhängen B, D und E beschrieben.

Bei der Destillation darf keine isotopische Fraktionierung auftreten [31]. Die Ausbeute des Destillationsverfahrens muss durch Analyse einer zertifizierten Tritium-Standardlösung oder mindestens einer bekannten Aktivitätskonzentration in Wasser so geprüft werden, wie die Teilprobe.

Destillation oder andere physisch-chemische Aufbereitungen des Wassers sind nicht geeignet, wenn gleichzeitig ^3H und ^{14}C gemessen werden.

8.2 Herstellung der zu messenden Quellen

Eine bekannte Menge der Messprobe und des Szintillationscocktails werden in das Messfläschchen gegeben.

Nach Verschließen des Messfläschchens ist es gründlich zu schütteln, um eine homogene Mischung zu erhalten.

Die Bezeichnung der Probe muss auf dem Verschluss angegeben werden. Die Lagerzeit hängt von der Szintillationsmischung, der Stabilität der Mischung und der Art der Probe ab. Es wird empfohlen, die Messung durchzuführen, sobald alle Auswirkungen einer Photolumineszenz oder statischer Elektrizität vernachlässigbar geworden sind, z. B. nach 12 h.

Zur Verringerung von Auswirkungen durch Photolumineszenz wird empfohlen, die zuvor genannten Arbeitsschritte bei gedämpftem Licht durchzuführen (vorzugsweise Licht von einer Glühlampe, UV-freie LED oder rotes Licht). Außerdem sollte eine direkte Sonneneinstrahlung oder fluoreszierendes Licht vermieden werden.

Um elektrostatische Aufladung zu reduzieren, kann der Verschluss mit einem antistatischen Mittel besprüht oder mit einem feuchten Papiertuch abgewischt werden.

8.3 Zählverfahren

8.3.1 Allgemeines

Die Messbedingungen (Messdauer, Blindprobe, Anzahl der Messzyklen oder Wiederholungen) anhand der zu erreichenden Messunsicherheit und Nachweisgrenze festlegen.

8.3.2 Prüfung und Kalibrierung

Die statistische Prüfung des Bestimmungssystems muss anhand der Messung eines geeigneten Referenznulleffekts und der Referenzquellen überwacht werden. Diese werden für gewöhnlich vom Gerätehersteller, z. B. nach ISO 7870-2 [19] bereitgestellt.

Die Messung der Blindprobe vor jeder Analyse oder jeder Messreihe unter repräsentativen Bedingungen jedes Messtyps durchführen (Abschnitt 4).

Die korrekte Funktion des Zählers muss regelmäßig durch konstante Quellen, die die Energiespannweite abdecken, geprüft werden.

Der Hintergrund wird vor jeder Messung oder jeder Probenmessereihe, unter den Bedingungen die repräsentativ für den jeweiligen Messungstyp sind, gemessen.

Bei einer direkten Messung ist es von grundlegender Bedeutung, für jeden gemessenen Wassertyp eine Quenchkurve zu erstellen. Die Quenchkurve gilt nur für:

- einen bestimmen Messgerätetyp;
- einen bestimmen Szintillationscocktail;
- ein bestimmtes Verhältnis von Messprobe zu Szintillationscocktail.

Die Quenchkurve wird mithilfe einer Reihe von Arbeitsstandards (z. B. 10) ermittelt, die unterschiedliche Quenchzustände darstellen. Die Matrix der Arbeitsstandards entspricht der Matrix der zu messenden Proben (gleiche Szintillationsflüssigkeit, gleiches Verhältnis von Szintillationsflüssigkeit zu Messprobe). Die Arbeitsstandards können wie folgt hergestellt werden:

- in jedes Fläschchen die gleiche Menge einer zertifizierten tritiierten Wasserlösung einfüllen. Die Aktivität des zertifizierten Standards muss für das Zählverhältnis ausreichend sein, um auch bei einem starken Quenchzustand mit einer bekannten statistischen Genauigkeit definiert werden zu können;
- den Standard mit Referenzwasser auffüllen, bis das Volumen der Messprobe erreicht ist;
- den Szintillationscocktail hinzufügen, um das gewünschte Verhältnis zu erhalten;
- mindestens einen Arbeitsstandard ohne weitere Vorbereitung verwenden; in die anderen Arbeitsstandards stufenweise mehr Quench-Mittel einfüllen, um den Quenchzustand in den zu messenden Proben zu simulieren.

Die Quenchkurve zu $\varepsilon \cdot f_q$ wird zur Bestimmung von f_q verwendet.

8.3.3 Messbedingungen

Der verwendete Zählraum muss für das Zählgerät und die Aktivitätsgrade der Proben geeignet sein.

Die Messung wird mithilfe eines Energiefensters durchgeführt, das zwischen der Rauschschwelle des Detektors und dem $\beta_{\max}$ von Tritium (18,6 keV) liegt. Es wird empfohlen, die Breite des Energiefensters auszuwählen, um den Bewertungsfaktor (ε^2/r_0) zu optimieren.

Das Nichtvorhandensein anderer Radionuklide wird durch die Prüfung der Zählrate oberhalb der Maximalenergie $\beta_{\max}$ von Tritium bestätigt.

Um die statistische Verteilung der Zählraten zu prüfen, wird empfohlen, die Zählungen als Wiederholungen anzuordnen: Dabei wird die erste Probe mehrmals nacheinander gezählt (Anzahl der Wiederholungen), danach folgt die zweite Probe in gleicher Weise usw.

Zur Messung niedriger Aktivitäten wird empfohlen, die Zählungen zyklisch zu unterteilen: alle Proben werden einmal gezählt, danach folgt die Zählung des zweiten Zyklus usw.

Diese Unterteilungen der Messdauer ermöglichen die Bestimmung von zufälligen oder vorübergehenden Störungen (Lumineszenz, statische Elektrizität), die das Messgerät nicht automatisch korrigieren kann. Außerdem erlaubt dieses Verfahren die Berücksichtigung von punktuellen oder zyklischen Störungen (z. B. Unterschiede zwischen Tag und Nacht), die auf der Umgebung des Messgeräts beruhen.

8.3.4 Prüfung auf Störungen

8.3.4.1 Störungen durch Lumineszenz

Bei der Bestimmung von Tritium können schwerwiegende Störungen durch eine Reihe von Lumineszenzereignissen auftreten, wie z. B. chemische Lumineszenz, Phosphoreszenz, Tribolumineszenz sowie statische Elektrizität. Es wird daher empfohlen, einen Flüssigszintillationszähler zu verwenden, der diese einzelnen Photonenergebnisse erkennen kann. Derzeit angebotene Geräte können diese Störungen sogar automatisch korrigieren.

Falls eine solche automatische Korrektur nicht zur Verfügung steht, kann z. B. Tritium parallel in Kanal B gemessen werden, der den gleichen unteren Schwellenwert wie der Messkanal A haben muss. Der obere Schwellenwert wird dagegen so angepasst, dass die Zählflasche des Tritiums bei ungefähr zwei Drittel der Zählflasche von Kanal A liegt.

- Ohne Störungen durch Lumineszenzphänomene sollten die Berechnungen für die beiden Messkanäle A und B bei geeigneten Effizienzen für beide Kanäle die gleiche absolute Aktivitätskonzentration von Tritium in einer Probe ergeben.
- Treten dagegen übermäßige Lumineszenzen auf, zeigen die Berechnungen eine deutlich höhere Aktivität für Kanal B als für Kanal A. Dies ist auf zufällig zusammenfallende Mono-Photonenergebnisse zurückzuführen, die das Gerät nicht vom doppelten Photonenimpuls von Tritium unterscheiden kann. Diese Impulse liegen in der Nähe des unteren Schwellenwerts und werden daher auf beiden Kanälen A und B mit der gleichen Zählflasche angezeigt. Das Auftreten einer solchen Abweichung weist auf eine von einer Lumineszenz ausgelöste Störung hin und die betreffenden Daten sollten nicht gewertet werden.

8.3.4.2 Stabilität der Geräte

Nach Einstellung der Messkanäle A und B wird empfohlen, diese auf Stabilität zu prüfen. Dazu werden in jeder Sequenz zwei hermetisch verschlossene, ungequenchte Fläschchen gemessen. Das eine Fläschchen enthält eine Tritium-Standardlösung, das andere blindwertefreies Wasser. Auf diese Weise werden Abweichungen des Geräts von der ursprünglichen Einstellung leicht erkannt. Zur Prüfung wird die Verwendung von Prüftabellen ISO 7820-2 [19] empfohlen.

9 Angabe der Ergebnisse

9.1 Allgemeines

Die Ergebnisse werden im Allgemeinen in Aktivität je Masseneinheit oder Aktivitätskonzentration zusammen mit der dazugehörigen Messunsicherheit ausgedrückt. Der Erweiterungsfaktor wird in der Ergebnisdarstellung angegeben.

Welche Form auch immer gewählt wird, die Ergebnisausgabe ist eine Schätzung des „wahren“ Werts, mit dem eine Unsicherheit assoziiert wurde, und die selbst eine Kombination elementarer Messunsicherheiten ist.

Bei der Messung von Radionukliden mithilfe der Flüssigszintillation werden nur die grundlegenden Unsicherheiten der folgenden Parameter berücksichtigt:

- unbearbeitete Zählwerte und Hintergründe;
- Zählflasche im berücksichtigten Energiefenster für einen bestimmten Anzeigeparameter des Quenchzustands;
- Quenchfaktor, wenn eine Korrektur angewendet wird;
- Volumen oder Masse der Messprobe.

Die anderen Messunsicherheiten können in der ersten Annäherung vernachlässigt werden (Volumen oder Masse der Szintillationsflüssigkeit, Messdauer usw.).