

Verfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Radon-222 im Trinkwasser

H-Rn-222-TWASS-01

Bearbeiter:

C. Scholtysik

P. Hofmann

M. Beyermann

C. Lucks

Leitstelle für die Überwachung der Radioaktivität in Trinkwasser,
Grundwasser, Abwasser, Klärschlamm, Abfälle und Abwasser aus
kerntechnischen Anlagen

Verfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Radon-222 im Trinkwasser

1 Anwendungsbereich

Das Isotop Radon-222 (Rn-222) ist ein Alphastrahlung emittierendes natürliches Edelgas mit einer Halbwertszeit von etwa 3,8 Tagen und Teil der U-238-Zerfallsreihe.

Das hier beschriebene Verfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Rn-222 ist für klare und farblose Wasserproben beliebiger Herkunft, insbesondere Trink-, Grund-, Quell- und Oberflächenwasser gemäß § 162 Strahlenschutzgesetz [1] geeignet. Die Einhaltung einer Nachweisgrenze in Höhe von $10 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ [2] wird bei Anwendung dieses Verfahrens unter üblichen Randbedingungen, insbesondere bei kurzen Wartezeiten zwischen Probeentnahme und Messung, ohne Schwierigkeiten sichergestellt. Eine radiochemische Probenaufbereitung ist dabei nicht erforderlich.

2 Probeentnahme

Zur Bestimmung der Rn-222-Aktivitätskonzentration nach dem hier beschriebenen Verfahren ist nur ein geringes Probenvolumen von etwa 10 ml bis 500 ml erforderlich.

Die Vorgehensweise bei der Probeentnahme richtet sich nach den örtlichen Gegebenheiten und den Vorgaben der Untersuchungs- bzw. Messstelle. Es gibt dabei zwei Möglichkeiten:

- Zur Probeentnahme aus einem laminar fließenden Wasservolumen werden Einwegspritzen verwendet, an deren Ende ein etwa 5 cm langer Silikonschlauch angebracht wird. Dies ist in Abbildung 1a dargestellt. Die Messpräparate können dabei bereits unmittelbar nach der Probeentnahme vor Ort nach dem in Abschnitt 3.2 beschriebenen Verfahren hergestellt werden.
- Kann die Wasserprobe nicht sofort für die Messung vorbereitet werden, wird ein hinreichendes Volumen (üblicherweise 500 ml) randvoll (ohne Luftvolumen) in einen geeigneten, gasdichten Probenbehälter aus Glas oder Polyethylenterephthalat (PET) gefüllt. Aus dieser Probenflasche wird später die zu messende Teilprobe mit einer geeigneten Pipette oder Einwegspritze entnommen. Das Messpräparat wird wie oben beschrieben hergestellt.

Anmerkung:

Untersuchungsergebnisse zur Eignung verschiedener Behältermaterialien und -verschlüsse finden sich in Anhang A.

Weitere Hinweise zur Probeentnahme sowie zum Transport und zur Aufbewahrung von Proben sind der Vorbemerkung H-VORBEMERK-TWASS-02 zu entnehmen.

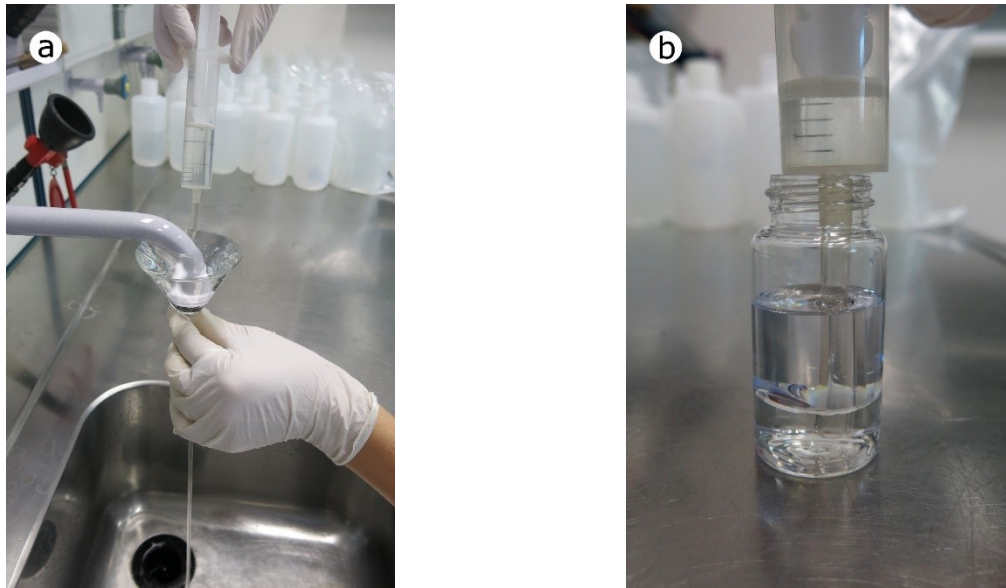


Abb. 1: a) Probeentnahme aus einem laminar fließenden Wasservolumen mittels einer Einzigspritze mit 5 cm langen Silikonschlauchaufsatz;
b) Vorsichtiges Unterschichten der zu messenden Wasserprobe unter den Szintillationscocktail im Glaszählfläschchen.

3 Analyse

3.1 Prinzip des Verfahrens

Zur Bestimmung der Rn-222-Aktivitätskonzentration wird ein Aliquot der zu untersuchenden Wasserprobe ohne vorherige Aufbereitung mit einem handelsüblichen Szintillationscocktail gemischt und die Messprobe nach Einstellung des radioaktiven Gleichgewichtes zwischen Rn-222 und seinen kurzlebigen Folgeprodukten im Flüssigkeits-szintillationszähler (LSC) gemessen.

3.2 Probenvorbereitung

Zur Herstellung eines Messpräparats werden, wie in Abbildung 1b dargestellt, 10 ml des Probenwassers in ein Zählfläschchen aus Glas oder Polytetrafluorethylen-beschichtetem Polyethylen hoher Dichte (PTFE-HDPE) gegeben, das zuvor mit 10 ml eines nicht mit Wasser mischbaren Szintillationscocktails gefüllt wurde, der sich zur Extraktion von Radon eignet. Nach Erreichen des radiochemischen Gleichgewichts zwischen Rn-222 und seinen Folgenukliden, wird das Messpräparat in einem LSC gemessen.

Anmerkung:

Zählfläschchen ausschließlich aus Polyethylen (PE) sind für diese Messung nicht geeignet, weil Rn-222 durch die Wandung diffundieren kann.

3.3 Radiochemische Trennung

Eine radiochemische Trennung ist nicht erforderlich.

4 Messung der Aktivität

4.1 Allgemeines

Rn-222 ist Teil der Zerfallsreihe des natürlich vorkommenden U-238 (Abbildung 2). Die Aktivität von Rn-222 wird mittels einer LSC-Messung bestimmt. Dabei ist ein Messfenster vorzugeben, das den Energiebereich aller Aktivitätsbeiträge, die aus Rn-222 und seinen kurzlebigen, Alpha- und Betastrahlung emittierenden Folgenukliden resultieren, umfasst. Die Parameter des Messfensters werden mithilfe des Impulshöhenspektrums eines Kalibrierpräparats ermittelt.

Anmerkung:

Eine Optimierung des Messfensters ist durch die „Figure of Merit“, dem Quotienten aus dem Quadrat der Nachweiswahrscheinlichkeit ε und der Nulleffektzählrate R_0 im Messfenster, möglich [3].

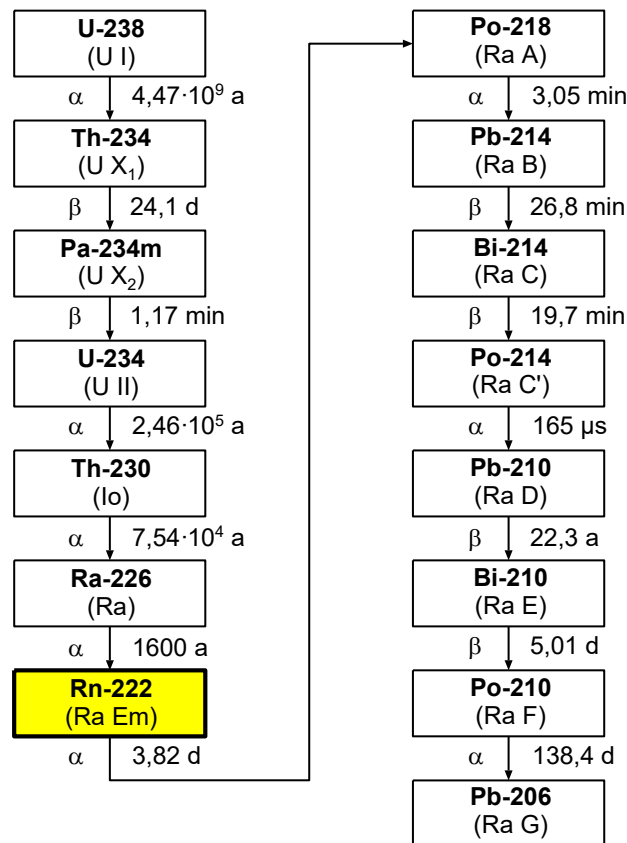


Abb. 2: Uran-238-Zerfallsreihe; Zerfallsprozesse mit Emissionsintensitäten kleiner als 0,1 % wurden nicht dargestellt. Die historischen Bezeichnungen der einzelnen Isotope sind in Klammern angegeben.

4.2 Kalibrierung

Zur Herstellung eines Kalibrierpräparats werden 10 ml einer Ra-226-Standardlösung in einem gläsernen 20 ml Zählfläschchen mit 10 ml des in Abschnitt 3.2 verwendeten Szintillationscocktails überschichtet. Das Zählfläschchen ist fest zu verschließen und zur Einstel-

lung des radioaktiven Gleichgewichts zwischen Ra-226 und Rn-222 mit dem Verschluss nach unten stehend für mindestens 30 Tagen im Kühlschrank aufzubewahren.

Anmerkung:

Die Zählfläschchen werden mit dem Verschluss nach unten stehend aufbewahrt, um Verluste von Radon und Wasserdampf durch den Verschluss des Zählfläschchens zu vermeiden. Die auf diese Weise gelagerten Kalibrierpräparate können so bis zu drei Jahre verwendet werden.

Die Kalibrierpräparate werden wie in Abschnitt 3.2 beschrieben hergestellt und kräftig geschüttelt. Zur Einstellung des radioaktiven Gleichgewichtes zwischen Rn-222 und dessen kurzlebigen Folgeprodukten wird mindestens vier Stunden gewartet, wobei die Präparate kühl und im Dunkeln zu lagern sind, um chemische Lumineszenzeffekte zu vermeiden. Anschließend wird das Kalibrierpräparat mit einer Messdauer zwischen 600 s und 1800 s im LSC gemessen. Ein Impulshöhenspektrum eines Kalibrierpräparates ist in Abbildung 3 beispielhaft dargestellt.

Anmerkung:

Bei der Auswertung der Messung des Kalibrierpräparats ist keine Zerfallskorrektur anzuwenden. Die Aktivitäten von Rn-222, das in der organischen Phase nach dem Schütteln abklingt, und Rn-222, das in der wässrigen Phase aus Ra-226 nachgebildet wird, sind identisch. Da das nachgebildete Rn-222 auch ohne Schütteln sehr schnell und nahezu quantitativ in die organische Phase diffundiert, müssen bei der Messung der Kalibrierpräparate die Zeitspanne zwischen dem Schütteln des Präparats und dem Beginn der Messung sowie die Messdauer unberücksichtigt bleiben.

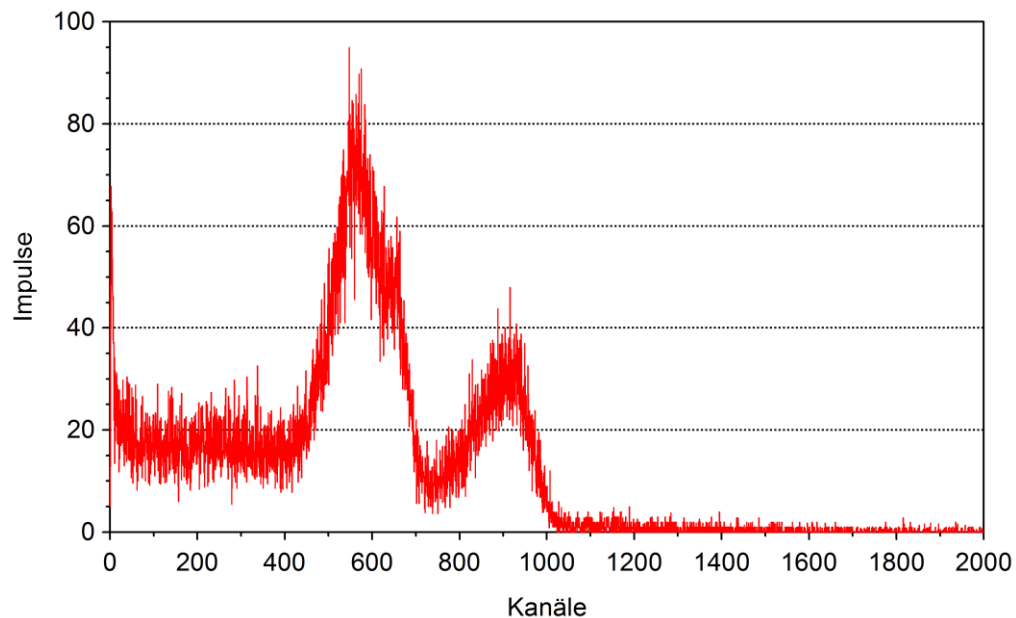


Abb. 3: Beispiel für ein Impulshöhenspektrum eines Kalibrierpräparates für dessen Herstellung der Szintillationscocktail MaxiLight™ verwendet wurde.

Der Kalibrierfaktor φ_A wird nach Gleichung (1) berechnet:

$$\varphi_A = \frac{c_s \cdot V_s}{R_s - R_0} \quad (1)$$

Dabei bedeuten:

- c_s Aktivitätskonzentration der Ra-226-Standardlösung, in $\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$;
 V_s Volumen der eingesetzten Standardlösung, in l;
 R_s Bruttozählrate der Standardlösung, in s^{-1} ;
 R_0 Nulleffektzählrate, in s^{-1} .

Um die Unsicherheit des Kalibrierfaktors abzuschätzen, empfiehlt es sich, mindestens drei Kalibrierpräparate unterschiedlicher Ra-226-Aktivität herzustellen und zu messen.

Anmerkung:

Da bei dieser Messung die kurzlebigen Folgeprodukte miterfasst werden, ergibt sich ein auf Rn-222 bezogener Kalibrierfaktor φ_A kleiner als eins, was einer Nachweiswahrscheinlichkeit ε größer als eins entspricht.

4.3 Messung

Die Messpräparate werden wie in Abschnitt 3.2 beschrieben hergestellt und kräftig geschüttelt. Zur Einstellung des radioaktiven Gleichgewichtes zwischen Rn-222 und dessen kurzlebigen Folgeprodukten wird mindestens vier Stunden gewartet, wobei die Präparate kühl und im Dunkeln zu lagern sind, um chemische Lumineszenzeffekte zu vermeiden. Anschließend wird das Messpräparat mit einer Messdauer zwischen 600 s und 1800 s im LSC gemessen. Wegen der Halbwertszeit des Rn-222 von etwa 3,8 Tagen sollte mit der Messung innerhalb eines Tages begonnen werden.

Anmerkung:

Ist eine längere Aufbewahrung der Messpräparate nicht zu vermeiden, sollten diese immer mit dem Verschluss nach unten stehend dunkel und kühl gelagert werden.

5 Berechnung der Analysenergebnisse

5.1 Ergebnisgröße

Die Rn-222-Aktivitätskonzentration c zum Zeitpunkt der Probeentnahme wird nach Gleichung (2) berechnet:

$$c = \varphi \cdot (R_b - R_0) = \varphi \cdot R_n \quad (2)$$

mit

$$\varphi = \frac{\varphi_A}{V} \cdot e^{-\frac{\ln 2}{t_{\text{Rn-222}}} t_A} = \frac{\varphi_A}{V} \cdot f_1 \quad (3)$$

In den Gleichungen (2) und (3) bedeuten:

- R_b Bruttozählrate des Messpräparats, in s^{-1} ;
 R_n Nettozählrate des Messpräparats, in s^{-1} ;
 f_1 Zerfallskorrektionsfaktor für Rn-222;

t_A	Zeitspanne zwischen Probeentnahme und Mitte der Messung, in s.
$t_{\text{Rn-222}}$	Halbwertszeit des Rn-222, in s;
V	Probenvolumen, in l;
φ	verfahrensbezogener Kalibrierfaktor, in Bq·s·l ⁻¹ ;
φ_A	aktivitätsbezogener Kalibrierfaktor, in Bq·s;

5.2 Standardunsicherheit der Ergebnisgröße

Unsicherheitsbeiträge aus der Probeentnahme werden im Rahmen dieser Messanleitungen nicht berücksichtigt, da diese von vielen, oft nicht quantifizierbaren Faktoren abhängen können.

Die kombinierte, relative Standardunsicherheit der Rn-222-Aktivitätskonzentration wird nach Gleichung (4) berechnet:

$$u_{\text{rel}}(c) = \frac{u(c)}{c} = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(R_n) + u_{\text{rel}}^2(\varphi)} \quad (4)$$

Der relative, statistische Unsicherheitsbeitrag der Nettozählrate R_n bzw. die Typ-A-Unsicherheit wird entsprechend Gleichung (5) erhalten:

$$u_{\text{rel}}(R_n) = \frac{u(R_n)}{R_n} = \frac{1}{R_n} \cdot \sqrt{\frac{R_b}{t_m} + \frac{R_0}{t_0}} \quad (5)$$

Die relative Standardunsicherheit des verfahrensbezogenen Kalibrierfaktors $u_{\text{rel}}(\varphi)$ bzw. die Typ-B-Unsicherheit wird nach Gleichung (6) ermittelt.

$$u_{\text{rel}}(\varphi) = \frac{u(\varphi)}{\varphi} = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(\varphi_A) + u_{\text{rel}}^2(V)} \quad (6)$$

In den Gleichungen (4) bis (6) bedeuten:

$u_{\text{rel}}(x)$	relative Standardunsicherheit der betrachteten Größe x ;
$u(x)$	Standardunsicherheit der betrachteten Größe x ;
t_m	Messdauer des Messpräparats, in s;
t_0	Messdauer der Nulleffektmessung, in s.

Die relative Standardunsicherheit des aktivitätsbezogenen Kalibrierfaktors $u_{\text{rel}}(\varphi_A)$ wird mit 15 % abgeschätzt und berücksichtigt Unsicherheiten in Bezug auf die Aktivität des Kalibrierstandards, auf die Repräsentativität der Probe und auf die Extraktion des Radons in die organische Phase des Szintillationscocktails. Die relative Standardunsicherheit des Probenvolumens $u_{\text{rel}}(V)$ entspricht der Unsicherheit bei Entnahme des Probenvolumens mit einer Spritze oder Pipette und beträgt etwa 3 %. Die relative Standardunsicherheit des Zerfallskorrektionsfaktor f_1 wird vernachlässigt.

6 Charakteristische Grenzen des Verfahrens

Die Berechnung der charakteristischen Grenzen erfolgt entsprechend der Normenreihe DIN EN ISO 11929 [4]. Für weiterführende Betrachtungen wird auf die Allgemeinen Kapitel CHAGR-ISO-01 und CHAGR-ISO-02 dieser Messanleitungen verwiesen [5, 6].

6.1 Erkennungsgrenze

Die Erkennungsgrenze der Rn-222-Aktivitätskonzentration c^* wird nach Gleichung (7) berechnet:

$$c^* = k_{1-\alpha} \cdot \varphi \cdot \sqrt{R_0 \cdot \left(\frac{1}{t_m} + \frac{1}{t_0} \right)} \quad (7)$$

Dabei ist $k_{1-\alpha}$ die Quantile der Standardnormalverteilung für den Fehler 1. Art.

6.2 Nachweisgrenze

Die Nachweisgrenze der Rn-222-Aktivitätskonzentration $c^\#$ wird nach Gleichung (8) ermittelt:

$$c^\# = c^* + k_{1-\beta} \cdot \sqrt{[c^\# \cdot u_{\text{rel}}(\varphi)]^2 + \varphi^2 \cdot \left[\frac{c^\#}{t_m \cdot \varphi} + R_0 \cdot \left(\frac{1}{t_m} + \frac{1}{t_0} \right) \right]} \quad (8)$$

Die iterativ lösbare Gleichung (8) kann nach Quadrierung und Anwendung der Lösungsformel für quadratische Gleichungen in die explizite Gleichung (9) umgewandelt werden:

$$c^\# = \frac{c^* \cdot \psi}{\theta} \cdot \left[1 + \sqrt{1 - \frac{\theta}{\psi^2} \cdot \left(1 - \frac{k_{1-\beta}^2}{k_{1-\alpha}^2} \right)} \right] \quad (9)$$

mit den Hilfsgrößen:

$$\theta = 1 - k_{1-\beta}^2 \cdot u_{\text{rel}}^2(\varphi) \quad (10)$$

$$\psi = 1 + \frac{k_{1-\beta}^2}{2 \cdot c^*} \cdot \frac{\varphi}{t_m} \quad (11)$$

Dabei ist $k_{1-\beta}$ die Quantile der Standardnormalverteilung für den Fehler 2. Art.

6.3 Grenzen des Überdeckungsintervalls

Eine Betrachtung der Grenzen des Überdeckungsintervalls ist nicht erforderlich.

7 Rechenbeispiel

Die Auswertung kann manuell (siehe Abschnitt 7.1) oder softwaregestützt mit Excel® oder UncertRadio (siehe Abschnitt 7.2) erfolgen. Ein Excel®-Tabellenblatt sowie eine Projektdatei zum Programm UncertRadio sind auf der Internetseite dieser Messanleitung abrufbar.

Für das Rechenbeispiel werden nachstehende Zahlenwerte verwendet:

R_b	=	$0,40 \text{ s}^{-1}$;	t_m	=	1800 s ;
R_0	=	$0,30 \text{ s}^{-1}$;	t_0	=	6000 s ;
t_A	=	$108,0 \cdot 10^3 \text{ s}$;	$t_{\text{Rn-222}}$	=	$330,32 \cdot 10^3 \text{ s}$;
V	=	$0,010 \text{ l}$;	$u_{\text{rel}}(V)$	=	$0,03$;
φ_A	=	$0,30 \text{ Bq} \cdot \text{s}$;	$u_{\text{rel}}(\varphi_A)$	=	$0,15$.

7.1 Manuelle Auswertung

Bei der manuellen Auswertung werden die Zwischenergebnisse und das Endergebnis mit vier signifikanten Stellen gerundet angegeben.

Der verfahrensbezogene Kalibrierfaktor wird nach Gleichung (3) berechnet:

$$\varphi = \frac{0,30 \text{ Bq} \cdot \text{s}}{0,010 \text{ l}} \cdot e^{-\frac{\ln 2}{330,32 \cdot 10^3 \text{ s}} \cdot 108,0 \cdot 10^3 \text{ s}} \approx 37,63 \text{ Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{l}^{-1}$$

Damit wird die Aktivitätskonzentration von Rn-222 nach Gleichung (2) erhalten:

$$c \approx 37,63 \text{ Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{l}^{-1} \cdot (0,40 \text{ s}^{-1} - 0,3 \text{ s}^{-1}) \approx 3,763 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

Für die Berechnung der Standardunsicherheit werden zunächst die Werte der relativen Standardunsicherheiten der Nettozählrate und des verfahrensbezogenen Kalibrierfaktors nach den Gleichungen (5) und (6) berechnet:

$$u_{\text{rel}}(R_n) = \frac{1}{0,10 \text{ s}^{-1}} \cdot \sqrt{\frac{0,40 \text{ s}^{-1}}{1800 \text{ s}} + \frac{0,30 \text{ s}^{-1}}{6000 \text{ s}}} = 0,1650$$

$$u_{\text{rel}}(\varphi) = \sqrt{0,15^2 + 0,03^2} = 0,1530$$

Mit diesen Werten und nach Umstellung von Gleichung (4) wird die Standardunsicherheit der Aktivitätskonzentration wie folgt ermittelt:

$$u(c) \approx 3,763 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1} \cdot \sqrt{0,165^2 + 0,153^2} \approx 0,8467 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

Die Rn-222-Aktivitätskonzentration in der Probe beträgt damit

$$c = (3,763 \pm 0,847) \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

Mit dem Wert $k_{1-\alpha}$ von 3 wird nach Gleichung (7) folgende Erkennungsgrenze erhalten:

$$c^* \approx 3 \cdot 37,63 \text{ Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{l}^{-1} \cdot \sqrt{0,30 \text{ s}^{-1} \cdot \left(\frac{1}{1800 \text{ s}} + \frac{1}{6000 \text{ s}} \right)} \approx 1,662 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

Mit einem Wert von 1,645 für $k_{1-\beta}$ und den nach den Gleichungen (10) und (11) ermittelten Werten für die Hilfsgrößen θ und ψ

$$\theta \approx 1 - 1,645^2 \cdot 0,153^2 \approx 0,9367$$

$$\psi \approx 1 + \frac{1,645^2}{2 \cdot 1,662 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}} \cdot \frac{37,63 \text{ Bq} \cdot \text{s} \cdot \text{l}^{-1}}{1800 \text{ s}} \approx 1,017$$

berechnet sich die Nachweisgrenze nach Gleichung (9):

$$c^{\#} \approx \frac{1,662 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1} \cdot 1,017}{0,9367} \cdot \left[1 + \sqrt{1 - \frac{0,9367}{1,017^2} \cdot \left(1 - \frac{1,645^2}{3^2} \right)} \right] \approx 2,897 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

Anmerkung:

Bei einem Probevolumen von 0,010 l sind Nachweisgrenzen von ca. 3 Bq·l⁻¹ realistisch. Durch eine Verlängerung der Messdauer kann die Nachweisgrenze weiter gesenkt werden.

7.2 Softwaregestützte Auswertung

7.2.1 Ansicht des Excel®-Tabellenblatts

Verfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Radon-222 im Trinkwasser

H-Rn-222-TWASS-01

Version November 2024

Missanleitungen für die Überwachung radioaktiver Stoffe in der Umwelt und externer Strahlung (ISSN: 1865-8725)

PROBENBEZEICHNUNG:

Trinkwasser

ANALYT: Rn-222

#Anzahl der Eingangsgrößen	8
k_alpha	3
k_beta	1,645
gamma	0,05

Erstellen von
Excel-Variablen

Anwender:	Definition Größen / Excel-Variablen
	Eingabe Excel-Formeln
	Eingabe Werte Eingangsgrößen
Excel-VBA:	#Schlüsselwörter
	Werte aus VBA

DATENEINGABE						UNSICHERHEITSBUDGET		
	#Werte der Eingangsgrößen	Einheit	Excel-Variablen	Eingabewerte	abs. StdUns.	partielle Ableitungen	Unsicherh.- Budget	Budget in %
p 1	#Bruttoimpulsanzahl Nb	Nb		720	26,83	0,020906061	0,56096849	43,89815783
p 2	Messdauer	tm		1,800E+03	0	-0,00836242	0	0
p 3	Nulleffektzählrate	R0		3,000E-01	7,071E-03	-37,6309101	0,26609072	9,877085515
p 4	Messdauer Nulleffekt	t0		6,000E+03	0	0	0	0
p 5	Halbwertszeit Rn-222	_tRn222		3,303E+05	0	-2,5818E-06	0	0
p 6	Sammelzeitraum	tA		1,080E+05	0	7,89651E-06	0	0
p 7	Volumen Aliquot	V		1,000E-02	3,000E-04	-376,308724	0,11289262	1,777871837
p 8	aktivitätsbezogener Kalibrierfaktor (Liste hier verlängerbar)	_phiA		3,000E-01	4,500E-02	12,54363669	0,56446365	44,44688482
MODELL								
Abgeleitete Größen				Erg = phi * Rn (Formeln)				
h 1	#Bruttozählrate Rb	1/s	Rb		0,4			
h 2	Zerfallskorrektionsfaktor Rn-222 (Liste hier verlängerbar)		_f1		1,254			
#Nettozählrate Rn								
		1/s	Rn		0,1000			
#Kalibrierfaktor, verf.-bez.								
		Bq*s/l	phi		37,63			
#Ergebniswert								
		Bq/l	Erg		3,763	2,8968536	<-- von VBA modifizierb. Ergebniswert	
#kombin. Stdunsicherheit								
		Bq/l	uErg		0,847			
#Erkennungsgrenze								
		Bq/l			1,662			
#Nachweisgrenze								
		Bq/l			2,897			

WEITERE ABGELEITETE GRÖßEN

Hilfsgröße Omega		Omega	1,000
Bester Schätzwert	Bq/l	BestWert	3,763
Stdunsicherheit des b. Schätzwerts	Bq/l		0,847
u. Grenze d. Überdeckungsintervalls	Bq/l		2,104
o. Grenze d. Überdeckungsintervalls	Bq/l		5,423

Rechnen!

Sicherung: Originalwert von Nb

720

Das zugehörige Excel®-Tabellenblatt ist auf der Internetseite dieser Missanleitung verfügbar.

7.2.2 Ansicht der UncertRadio-Resultatseite

UncertRadio: Calculation of uncertainty budget and detection limits - H-Rn-222-TWASS-01_V2024-11.bxp

Datei Bearbeiten Optionen Hilfe

Verfahren Gleichungen Werte, Unsicherheiten Unsicherheitsbudget **Resultate** Text Editor

Gesamtes Messergebnis für c :

Wert der Ergebnisgröße:	3,7631	Bq/l
erweiterte (Std.-)Unsicherheit:	0,84667	Bq/l
relative erw. (Std.-)Unsicherheit:	22,499	%
Beste Schätzwerte nach Bayes: ☐ min. Überdeck.-Intervall		
Wert der Ergebnisgröße:	3,7631	Bq/l
erweiterte (Std.-)Unsicherheit:	0,84663	Bq/l
untere Bereichsgrenze:	2,1037	Bq/l
obere Bereichsgrenze:	5,4225	Bq/l

Erweiterungsfaktor k: 1,0
Wahrscheinlichkeit (1-gamma): 0,950

Erkennungs- und Nachweisgrenze für c :

Erkennungsgrenze (EKG):	1,662	Bq/l	Iterationen: 1
Nachweisgrenze (NWG):	2,897	Bq/l	Iterationen: 5

k_alpha=3,000, k_beta=1,645 Methode: ISO 11929:2019, iterativ

Monte Carlo Simulation:

Anzahl der simul. Messungen: 100000 ☐ min. Überdeck.-Intervall
Anzahl der Runs: 1

	relSD%:
primärer Messwert:	3,7620 Bq/l 0,072
Unsichh. primärer Messwert:	0,85441 Bq/l 0,224
Wert der Ergebnisgröße:	3,7620 Bq/l 0,072
erweiterte Unsicherheit:	0,85441 Bq/l 0,224
relative erw. (Std.-)Unsicherheit:	22,711 %
untere Bereichsgrenze:	2,2314 Bq/l 0,323
obere Bereichsgrenze:	5,5654 Bq/l 0,130
Erkennungsgrenze (EKG):	1,7834 Bq/l 0,873
Nachweisgrenze (NWG):	2,9530 Bq/l 0,555

aktiver Run: 1 IT: 11 Start MC

Die zugehörige UncertRadio-Projektdatei ist auf der Internetseite dieser Messanleitung verfügbar.

8 Verzeichnis der Chemikalien und Geräte

8.1 Chemikalien

Die verwendeten Chemikalien sollen analysenrein sein.

- Ra-226-Standardlösung;
- Szintillationscocktail: z. B. Ultima Gold F™, MaxiLight™, Opti-Fluor O™;

Anmerkung:

In der Literatur [7] ist ein Verteilungskoeffizient von 48 für den Szintillationscocktail Opti-Fluor O™ angegeben.

- Wasser, entemanert: aus deionisiertem Wasser:

Durchleiten von Stickstoff oder radonfreier Luft durch deionisiertes Wasser; die Dauer hängt u. a. vom Verhältnis zwischen dem durchgeleiteten Luftvolumen und dem Wasservolumen ab.

8.2 Geräte

Für das Verfahren wird folgende Ausstattung benötigt:

- übliche Ausrüstung eines radiochemischen Labors;
- Einwegspritzen, Nennvolumen 20 ml;
- Silikonschlauch;
- Zählfläschchen aus K-40-armen Glas oder Polytetrafluorethylen-beschichtetem Polyethylen hoher Dichte (PTFE-HDPE), Nennvolumen 20 ml;
- Flüssigkeitsszintillationszähler (LSC).

Anhang A

Dichtheit von Probeentnahmegefäßen

A.1 Einleitung

Für die Rn-222-Probeentnahme wurden an zwei verschiedenen Materialien für Probeentnahmegefäße (PET-Veral-Flasche und Glas-Sirup-Flasche) mit verschiedenen Verschlüssen (Aluminium beschichteter Schraubdeckel und konischer PE-Schraubdeckel) Dichtheitsprüfungen durchgeführt.

A.2 Durchführung

In den jeweiligen Flaschen wurden Wässer mit einer Rn-222-Aktivitätskonzentration von $(673 \pm 75) \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ bis zu 13 Tage bei Raumtemperatur aufbewahrt. Alle drei bzw. vier Tage wurde eine Dreifachbestimmung durchgeführt, um die Rn-222-Aktivitätskonzentrationen zu ermitteln. Die entsprechenden Mittelwerte aus den Dreifachbestimmungen sind in Abbildung A1 dargestellt.

Zusätzlich wurde ein Postversandszenario simuliert, indem die Flaschen innerhalb eines Zeitraums von drei Tagen mit Unterbrechungen für insgesamt etwa 13 Stunden auf einer Schüttelmaschine geschüttelt wurden. Anschließend wurde die Rn-222-Aktivitätskonzentration in einer Dreifachbestimmung ermittelt.

Die jeweilige Probeentnahme und Messung erfolgten wie in den Abschnitten 2, 3.2 und 4.3 beschrieben.

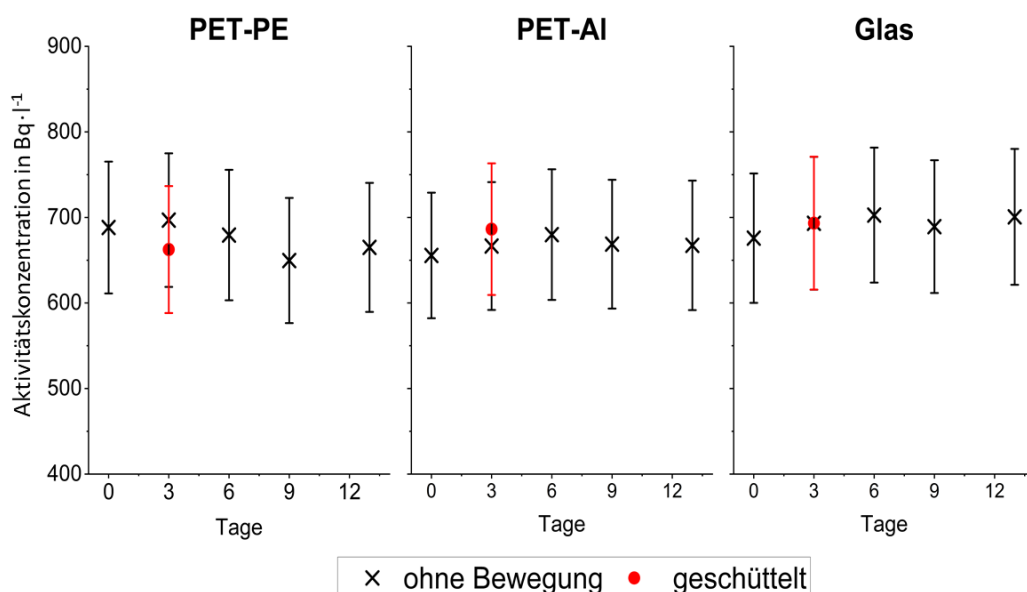


Abb. A1: Messergebnisse der Rn-222-Aktivitätskonzentration in Abhängigkeit von der Standzeit der Probe, dem Probeentnahmegefäß und dem Verschluss.

Literatur

- [1] *Gesetz zum Schutz vor der schädlichen Wirkung ionisierender Strahlung (Strahlenschutzgesetz - StrlSchG)* vom 27. Juni 2017 (BGBl. I S. 1966), zuletzt geändert durch die Bekanntmachung vom 3. Januar 2022 (BGBl. I S. 15).
- [2] *Verordnung über die Qualität von Wasser für den menschlichen Gebrauch (Trinkwasserverordnung - TrinkwV)* vom in der Fassung der Bekanntmachung vom 10. März 2016. Bundesgesetzblatt, Teil I Nr. 12, S. 459.
- [3] L'Annunziata, M. F., Kessler, M. J.: *Chapter 7 - Liquid Scintillation Analysis: Principles and Practice* In: L'Annunziata, M. F. (Hrsg.): *Handbook of Radioactivity Analysis* Amsterdam: Academic Press, 2012, 3. Auflage, S. 423-573.
- [4] Normenreihe DIN EN ISO 11929:2021, *Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Überdeckungsintervalls) bei Messungen ionisierender Strahlung – Grundlagen und Anwendungen (Teile 1 bis 3)*.
- [5] Kanisch, G., Aust, M.-O., Bruchertseifer, F., et al.: *Bestimmung der charakteristischen Grenzen bei der Aktivitätsbestimmung radioaktiver Stoffe – Teil 1: Grundlagen*. CHAGR-ISO-01, Version Mai 2022. In: Bundesministerium für Umwelt, Klimaschutz, Naturschutz und nukleare Sicherheit (Hrsg.): *Messanleitungen für die Überwachung radioaktiver Stoffe in der Umwelt und externer Strahlung*. ISSN 1865-8725. Verfügbar unter: <https://www.bundesumweltministerium.de/WS1517>. [Letzter Zugriff am 15.11.2024].
- [6] Kanisch, G., Aust, M.-O., Bruchertseifer, F., et al.: *Bestimmung der charakteristischen Grenzen bei der Aktivitätsbestimmung radioaktiver Stoffe – Teil 2: Anwendungsbeispiele*. CHAGR-ISO-02, Version Juni 2024. In: Bundesministerium für Umwelt, Klimaschutz, Naturschutz und nukleare Sicherheit (Hrsg.): *Messanleitungen für die Überwachung radioaktiver Stoffe in der Umwelt und externer Strahlung*. ISSN 1865-8725. Verfügbar unter: <https://www.bundesumweltministerium.de/WS1517>. [Letzter Zugriff am 15.11.2024].
- [7] Zouridakis, N., Ochsenkühn, K. M., Savidou, A.: *Determination of uranium and radon in potable water samples*. *Journal of Environmental Radioactivity*, 2002, Vol. 61 (2), S. 225-232.