

DIN EN 17462



ICS 65.120

**Futtermittel: Probenahme- und Untersuchungsverfahren –
Bestimmung der Radionuklide Jod-131, Cäsium-134 und Cäsium-137 in
Futtermittel;
Deutsche Fassung EN 17462:2021**

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis –
Determination of the radionuclides Iodine-131, Caesium-134 and Caesium-137 in feed;
German version EN 17462:2021

Aliments des animaux: Méthodes d'échantillonnage et d'analyse –
Détermination des radionucléides iode 131, césium 134 et césium 137 dans les matières
premières et aliments composés pour animaux;
Version allemande EN 17462:2021

Gesamtumfang 36 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 17462:2021) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel – Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 057-03-03 AA „Futtermittel“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) verantwortlich.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 20042:2019	siehe	DIN ISO 20042:2020-05
IEC 61452:1995	siehe	DIN IEC 61452:2019-06

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

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2002)*

DIN ISO 20042 (VDE 0493-2042):2020-05, *Messung der Radioaktivität — Gammastrahlung emittierende Radionuklide — Allgemeines Messverfahren mittels Gammaspektrometrie (ISO 20042:2019)*

DIN IEC 61452:2019-06, *Strahlungsmessgeräte — Messung der Gammastrahlungsemission von Radionukliden - Kalibrierung und Einsatz von Germanium-Spektrometern (IEC 45/859/CD:2018)*

Deutsche Fassung

**Futtermittel: Probenahme- und Untersuchungsverfahren —
Bestimmung der Radionuklide Jod-131, Cäsium-134 und
Cäsium-137 in Futtermittel**

Animal feeding stuffs: Methods of sampling
and analysis —
Determination of the radionuclides Iodine-131,
Caesium-134 and Caesium-137 in feed

Aliments des animaux: Méthodes d'échantillonnage et
d'analyse —
Détermination des radionucléides iode 131, césium 134
et césium 137 dans les matières premières et aliments
composés pour animaux

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 22. Februar 2021 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Symbole und Abkürzungen	8
4.1 Symbole	8
4.2 Abkürzungen	10
5 Kurzbeschreibung	10
6 Sicherheitsvorkehrungen	11
7 Geräte	11
7.1 Allgemeines	11
7.2 Geräte für die Vorbereitung der Prüfmenge	11
7.3 Zu verwendende Behälter	12
8 Durchführung	12
8.1 Kalibrierung	12
8.2 Vorbereitung der Prüfmenge	15
8.3 Aufzeichnen des Spektrums	16
8.4 Analyse des Spektrums	17
8.5 Qualitätssicherung	17
9 Angabe der Ergebnisse	18
9.1 Berechnung der massenbezogenen Aktivitäten	18
9.2 Charakteristische Grenzen	24
9.3 Präzision	25
9.4 Prüfbericht	25
Anhang A (informativ) Liste der möglichen Störgammastrahlen	26
Anhang B (informativ) Beispiel eines Unsicherheitsbudgets in der Gammaspektrometrie unter Verwendung eines HPGe-Detektors	27
Anhang C (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs	28
Literaturhinweise	33

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 17462:2021) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel – Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 2021, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2021 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument wurde im Rahmen eines Normungsauftrages erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelsassoziation CEN erteilt haben.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Dieses Dokument beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Aktivität (Bq/kg) von ^{131}I , ^{134}Cs und ^{137}Cs in Futtermitteln. Die Erarbeitung des Dokuments wurde nach dem Reaktorunfall im Kernkraftwerk Fukushima Daiichi im März 2011 von der Generaldirektion für Gesundheit und Lebensmittelsicherheit (GD SANTE) der Europäischen Kommission initiiert. Dieses Ereignis hatte den Bedarf für normierte Messverfahren für die drei häufigsten radioaktiven Kontaminanten im Nachgang derartiger Nuklearunfälle aufgezeigt.

Das verbreitetste Verfahren zur Identifizierung und Quantifizierung dieser Radionuklide in Futtermittelproben ist die hochauflösende Gammaspektrometrie. Da es sich hierbei um ein sekundäres Messverfahren handelt, das auf der Analyse von Totalabsorptionslinien der emittierten Gammastrahlen beruht, sollte darauf geachtet werden, dass geeignete Kalibrierungen bezüglich Energie und Nachweiswahrscheinlichkeit für den Detektor und die Prüfmenge verwendet werden. Dieses Verfahren zur Bestimmung der massenbezogenen Aktivität wird im vorliegenden Dokument beschrieben.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung der massenbezogenen Aktivität (Bq/kg) von ^{131}I , ^{134}Cs und ^{137}Cs in Futtermitteln in Überwachungs Laboratorien.

Es werden allgemeine Leitlinien zur Herstellung von Futtermittelproben und zur Messung der drei Radionuklide ^{131}I , ^{134}Cs und ^{137}Cs mittels hochauflösender Gammaskpektrometrie dargelegt. Zweck des vorliegenden Dokuments ist die Ergänzung von bereits vorhandenen Normen. Weiterführende Informationen zur Probenvorbereitung, Bestimmung des Feuchtegehalts und Gammaskpektrometrie können den spezifischen Normen, auf die in diesem Dokument verwiesen wird, entnommen werden. Beispielsweise enthält ISO 20042 [4] allgemeine Empfehlungen zur Auswahl von Geräten, zu Detektoren und zur Qualitätssicherung bei der Gammaskpektrometrie.

Das Verfahren wurde in einem Ringversuch mit fünf Futtermittelproben für die Radionuklide ^{131}I , ^{134}Cs und ^{137}Cs umfassend statistisch geprüft und evaluiert. Details zu den erfolgreich geprüften Arbeitsbereichen für jedes der untersuchten Radionuklide sind in Anhang C beschrieben.

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).

EN ISO 662, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Bestimmung des Feuchtegehaltes und des Gehaltes an flüchtigen Bestandteilen (ISO 662)*

EN ISO 665, *Ölsaaten — Bestimmung des Feuchtegehaltes und des Gehaltes an flüchtigen Bestandteilen (ISO 665)*

EN ISO 712, *Getreide und Getreideerzeugnisse — Bestimmung des Feuchtegehaltes — Referenzverfahren (ISO 712)*

EN ISO 6497, *Futtermittel — Probenahme (ISO 6497)*

EN ISO 6540, *Mais — Bestimmung des Feuchtegehalts (von gemahlenen und ganzen Körnern) (ISO 6540)*

EN ISO 11929-1:2019, *Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Überdeckungsintervalls) bei Messungen ionisierender Strahlung — Grundlagen und Anwendungen — Teil 1: Elementare Anwendungen (ISO 11929-1:2019)*

ISO 771, *Oilseed residues — Determination of moisture and volatile matter content*

ISO 6496, *Animal feeding stuffs — Determination of moisture and other volatile matter content*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN ISO 6497 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1

Untergrund

Spektrum, das vom Gammastrahlendetektor aufgezeichnet wird, wenn keine Probe gemessen wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Spektraldaten, einschließlich der Vollenergiepeaks, in einem solchen Spektrum resultieren aus dem radioaktiven Zerfall, der in der Umgebung des Detektors (einschließlich der Wechselwirkungen kosmischer Strahlung) oder im Detektor selbst stattfindet.

3.2

Untergrund-Kontinuum

Ereignisse im Spektrum, die eine glatte Kurve formen, auf der die Totalabsorptionslinien aufsitzen

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Kontinuum kann durch gestreute Gammastrahlen in der Prüfprobe oder jedem umgebenden Material, durch kosmische Strahlung oder durch Radionuklide im umgebenden Material entstehen.

[QUELLE: ISO 20042:2019, 3.1 [4]]

3.3

Blindprobe

Probe, flüssig oder fest, mit sehr geringer bis keiner Aktivität des Probenotyps und interessierenden Bereiches, mit einer im Vergleich zur Prüfprobe möglichst ähnlichen Masse und Zusammensetzung

[QUELLE: EN ISO 19581:2020, 3.1 [1]]

3.4

Totzeit

Zeitspanne während der Aufnahme des Spektrums (Messzeit), während der die Pulse nicht aufgenommen oder verarbeitet werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Totzeit ergibt sich aus Messzeit minus Live-Zeit.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Zeit wird in Sekunden angegeben.

[QUELLE: ISO 20042:2019, 3.5 [4]]

3.5

Übertragung der Zählausbeute

Übertragung der Nachweiswahrscheinlichkeit

Berechnung, durch die der Anwender den Wert der Nachweiswahrscheinlichkeit für einen bestimmten Gammapeak im Spektrum der Prüfmenge bestimmen kann, wenn nur die Nachweiswahrscheinlichkeit einer experimentellen Kalibrierung mit einer Referenzquelle, die eine andere Zusammensetzung, Dichte und/oder Geometrie als die Prüfmenge aufweist, bekannt ist

3.6

hochauflösende Gammaspektrometrie

Energieauflösung, die mit Ge(Li)- oder HPGe-Detektoren erreicht wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese Definition ist spezifisch für die Gammaspektrometrie.

3.7

Laboratoriumsprobe

Probe, die zum Versand an das Laboratorium (aus der Partie) vorbereitet wurde und zur Überprüfung und Untersuchung vorgesehen ist

[QUELLE: EN ISO 6498:2012, 2.1.2 [2]]

3.8

Live-Zeit

Zeitspanne während einer Messzeit, während der Impulse verarbeitet werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Zeit wird in Sekunden angegeben.

[QUELLE: ISO 20042:2019, 3.12 [4]]

3.9

Totalabsorptionslinie

Vollenergiepeak

FEP, en: full energy peak

in einem Gammaskpektrum oberhalb des Untergrund-Kontinuums beobachtete Linie aufgrund von Ereignissen, die die gesamte Energie des Photons im Detektormaterial deponieren, üblicherweise näherungsweise gaußförmig

[QUELLE: ISO 20042:2019, 3.17 [4]]

3.10

Messzeit

Zeitspanne, die zur Erfassung des Spektrums verwendet wurde

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Zeit wird in Sekunden angegeben.

[QUELLE: ISO 20042:2019, 3.19 [4]]

3.11

Probenhalter

Gerät, das speziell für die Platzierung eines bestimmten Probenbehälters in eine genau vorgegebene Position auf einem bestimmten Detektor entwickelt wurde

3.12

Spektrometriesystem

komplette Anordnung von Sensor und impulsverarbeitender Elektronik, die die mittels des Sensors registrierten Gammastrahlen in ein Impulshöhenspektrum umwandelt

[QUELLE: ISO 20042:2019, 3.22 [4]]

3.13

Prüfmenge

Menge an Material, die der Untersuchungsprobe (oder der Laboratoriumsprobe, falls beide identisch sind) entnommen wurde

[QUELLE: EN ISO 6498:2012, 2.1.4 [2]]

3.14

Untersuchungsprobe

Teilprobe oder Probe, die aus der Laboratoriumsprobe hergestellt wurde und aus der Prüfmengen entnommen werden

[QUELLE: EN ISO 6498:2012, 2.1.3 [2]]

3.15

Koinzidenz

TCS, en: true coincidence summing

Koinzidenzsummation

Kaskadensummation

simultane Detektion von zwei oder mehr Gammastrahlen in einem Spektrometriesystem infolge der Emission einer Kaskade von Gammastrahlen eines einzigen Kerns in der Prüfprobe

[QUELLE: ISO 20042:2019, 3.24 [4]]

4 Symbole und Abkürzungen

4.1 Symbole

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Symbole:

Symbol	Bezeichnung der Größe	Einheit
A	Aktivität eines Referenzradionuklids, das zum Zeitpunkt der Kalibrierung Photonen der Energie E in der Kalibrierquelle emittiert	Bq
a	annum (Jahr), das tropische Jahr, welches ungefähr 365,242 2 d entspricht	Jahr
a_m	massenbezogene Aktivität eines Radionuklids in der Probe bei Energie E	Bq/kg
$a_{m,605};$ $a_{m,796}$	massenbezogene Aktivität von ^{134}Cs , die durch Verwendung des Gammastrahls mit der Energie i , welche entweder 604,72 keV oder 795,86 keV beträgt, erreicht wird	Bq/kg
a'_m	massenbezogene Aktivität von ^{134}Cs , die auf der gewichteten Mittelwertberechnung unter Einbezug der zwei wichtigsten Gammastrahlen dieses Radionuklids basiert	Bq/kg
a_m^*	Erkennungsgrenze	Bq/kg
$a_m^\#$	Nachweisgrenze	Bq/kg
$\tilde{a}$	wahrer Wert der massenbezogenen Aktivität eines Radionuklids in der Probe bei Energie E	Bq/kg
d	Tag (1 Tag = 86 400 s)	Tag
$f_{\text{att}(E)}$	Faktor zur Korrektur für die Schwächung von Gammastrahlen innerhalb der Prüfmenge (Selbstschwächung; en: self-attenuation)	—
f_d	Faktor zur Korrektur für den Zerfall zwischen Referenzzeitpunkt und Beginn der Messung und während der Messung ANMERKUNG 1 Letzteres ist bei kurzlebigen Radionukliden wie ^{131}I von Bedeutung.	—
f_{d1}	Faktor zur Korrektur für den Zerfall zwischen Referenzzeitpunkt und Beginn der Messung	—
f_{d2}	Faktor zur Korrektur für den Zerfall während der Messung	—
f_E	kombinierter Korrekturfaktor für den Gammastrahl mit der Energie E unter Berücksichtigung aller notwendigen Korrekturen, wie in Gleichung (6) dargestellt	—
f_g	Korrekturfaktor für Unterschiede in der Geometrie	—
$f_{\text{tcs},E}$	Korrekturfaktor für wahre Koinzidenzsummationseffekte ANMERKUNG 2 Dieser Faktor ist nur bei ^{134}Cs anwendbar.	—
k	Erweiterungsfaktor	—
m	Masse der Prüfmenge	kg
m_c	korrigierte Masse der Prüfmenge	kg
m_d	Trockenmasse der zur Bestimmung des Feuchtegehalts verwendeten Menge	kg
m_f	Frischmasse der Prüfmenge	kg
m_w	Frischmasse der zur Bestimmung des Feuchtegehalts verwendeten Menge	kg
N	Anzahl der Gammastrahlen, die zur Berechnung der massenbezogenen Aktivität von ^{134}Cs verwendet werden	—

Symbol	Bezeichnung der Größe	Einheit
$n_{b,E}$	Impulsanzahl in der Nettofläche der Totalabsorptionslinie im Untergrundspektrum bei Energie E	—
$n_{N,E}$	Impulsanzahl in der Nettofläche der Totalabsorptionslinie im Spektrum der Prüfmenge bei Energie E	—
P_E	Wahrscheinlichkeit (je 100 Zerfallsvorgängen) der Emission eines Gammastrahls mit der Energie E durch ein Radionuklid ANMERKUNG 3 Die Wahrscheinlichkeit kann prozentual (in %) oder in absoluten Werten ausgedrückt werden.	—
$r_{N,E}$	Nettozählrate im Vollenergiepeak bei Energie E	s^{-1}
T	Temperatur	°C
t_b	Live-Zeit des Untergrundspektrums	s
t_g	Live-Zeit des Prüfmengenspektrums	s
t_i	Zeitspanne zwischen Referenzzeitpunkt und Beginn der Messung ANMERKUNG 4 Wenn die Messung vor dem Referenzzeitpunkt begonnen wurde, wird dieser Wert negativ sein; wenn die Messung nach dem Referenzzeitpunkt begonnen wurde, wird der Wert positiv sein.	s
t_r	Echtzeit des Prüfmengenspektrums	s
t_s	Live-Zeit des Kalibrierspektrums	s
$t_{1/2}$	Halbwertszeit eines Radionuklids	s
$U(a_m)$	erweiterte Unsicherheit mit dem Erweiterungsfaktor k , berechnet als $U = k \times u$	Bq/kg
$u(a_m)$	Standardunsicherheit der massenbezogenen Aktivität	Bq/kg
$u(a_{m,605});$ $u(a_{m,796})$	die für die zwei energiereichsten Gammastrahlen (604,72 keV und 795,86 keV) von ^{134}Cs berechneten Standardunsicherheiten der massenbezogenen Aktivität	Bq/kg
$u(n_{b,E})$	Unsicherheit der Nettoimpulsanzahl in der Totalabsorptionslinie bei Energie E im Untergrundspektrum	—
$u(n_{N,E})$	Unsicherheit der Nettoimpulsanzahl in der Totalabsorptionslinie bei Energie E im Prüfmengenspektrum	—
$u(r_{N,E})$	Unsicherheit der Nettozählrate	—
u_{rand}	zufällige Unsicherheitskomponente	—
$u_{\text{rel}}(A)$	relative Unsicherheit der Aktivität eines Referenzradionuklids, das zum Zeitpunkt der Kalibrierung Photonen der Energie E in der Kalibrierquelle emittiert	—
$u_{\text{rel}}(f_d)$	relative Unsicherheit des Faktors zur Korrektur für den Zerfall zwischen Referenzzeitpunkt und Beginn der Messung und während der Messung	—
$u_{\text{rel}}(f_E)$	relative Unsicherheit des kombinierten Korrekturfaktors für den Gammastrahl mit Energie E unter Berücksichtigung aller notwendigen Korrekturen, wie in Gleichung (6) dargestellt	—
$u_{\text{rel}}(f_{\text{tcs},E})$	relative Unsicherheit des Faktors zur Korrektur für wahre Koinzidenzsummeffekte	—
$u_{\text{rel}}(m)$	relative Unsicherheit der Masse der Prüfmenge	—
$u_{\text{rel}}(P_E)$	relative Unsicherheit der Wahrscheinlichkeit (je 100 Zerfallsvorgängen) der Emission eines Gammastrahls mit der Energie E durch ein Radionuklid	—