

	Lebensmittel Thermolumineszenzverfahren zum Nachweis von bestrahlten Lebensmitteln, von denen Silikatminerale isoliert werden können Deutsche Fassung EN 1788:2001	DIN EN 1788
ICS 67.050	Foodstuffs — Thermoluminescence detection of irradiated food from which silicate minerals can be isolated; German version EN 1788:2001 Produits alimentaires — Détection par thermoluminescence d'aliments ionisés dont peuvent être extraits des minéraux silicatés; Version allemande EN 1788:2001 Die Europäische Norm EN 1788:2001 hat den Status einer Deutschen Norm. Diese Europäische Norm wurde von der Arbeitsgruppe 8 des Technischen Komitees CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren“ (Sekretariat: DIN) unter intensiver deutscher Beteiligung ausgearbeitet. Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss „Bestrahlte Lebensmittel“ des Normenausschusses „Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte“ (NAL) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V. Änderungen Gegenüber der DIN EN 1788:1997-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen: a) der Titel ist geändert worden; b) der Anwendungsbereich des Verfahrens ist auf Krebs- und Weichtiere, frisches Obst und Gemüse, einschließlich Kartoffeln sowie auf getrocknete Früchte und Gemüse erweitert; c) die Probenaufarbeitungen speziell für diese Lebensmittel sind im Verfahren neu beschrieben; d) neue Erkenntnisse zu den Grenzen des Verfahrens werden erläutert; e) die Validierungsdaten wurden ergänzt. Frühere Ausgaben DIN EN 1788: 1997-03 Fortsetzung 20 Seiten EN Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.	Ersatz für DIN EN 1788:1997-03

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Lebensmittel

Thermolumineszenzverfahren zum Nachweis von bestrahlten
Lebensmitteln, von denen Silikatmineralien isoliert werden können

Foodstuffs — Thermoluminescence detection of irradiated
food from which silicate minerals can be isolated

Produits alimentaires — Détection par
thermoluminescence d'aliments ionisés dont peuvent être
extraits des minéraux silicatés

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 18. August 2001 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 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, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.



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

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Begriffe	4
4 Prinzip	4
5 Chemikalien	5
6 Geräte	5
7 Probenahme-Technik	6
8 Durchführung	6
9 Auswertung	11
10 Grenzen des Verfahrens	11
11 Validierung	12
12 Untersuchungsbericht	13
Anhang A (normativ) Bestimmung von Blindwerten	14
Anhang B (informativ) Praktisches Beispiel zur Auswahl von Temperaturbereichen der TL-Heizeinheit	15
Anhang C (informativ) Beispiele für TL-Glühkurven von verschiedenen TL-Messgeräten	16
Literaturhinweise	18

Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom CEN /TC 275 „Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren“ (Sekretariat: DIN) erarbeitet.

Diese Europäische Norm ersetzt die EN 1788:1996.

Dieses Europäische Dokument muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis **April 2002** und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis **April 2002** zurückgezogen werden.

Dieses Dokument wurde auf der Grundlage einer Vorschrift erarbeitet, die im Rahmen einer von der Kommission der Europäischen Union (XII C.5) unterstützten gemeinsamen Aktion entwickelt wurde. Fachleute und Laboratorien aus EU- und EFTA-Mitgliedsstaaten trugen gemeinsam zur Ausarbeitung dieser Vorschrift bei.

Der Vorgänger dieser Norm ist unter einem Mandat erarbeitet worden, das die Kommission der Europäischen Gemeinschaften und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben.

WARNUNG — Es ist möglich, dass die Anwendung dieser Norm den Einsatz von gefährlichen Arbeitsmitteln, -schritten oder -geräten verlangt. Diese Norm erhebt nicht den Anspruch, dass alle sicherheitsrelevanten Probleme, die mit ihrer Anwendung verbunden sind, berücksichtigt werden. Der Anwender dieser Norm ist dafür verantwortlich, dass geeignete Sicherheitsmaßnahmen vorgenommen werden und dass vor der Untersuchung festgestellt werden muss, inwieweit gesetzliche Vorschriften die Anwendung einschränken.

Der Anhang A ist normativ, die Anhänge B und C sind informativ.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren fest, das zum Nachweis einer Behandlung von Lebensmitteln mit ionisierenden Strahlen durch Messung der Thermolumineszenz (TL) an mineralischen, silikathaltigen Verunreinigungen geeignet ist. Das Verfahren ist auf Lebensmittel anwendbar, von denen eine ausreichende Menge an Silikatmineralien isoliert werden kann.

Das Verfahren wurde in Ringversuchen erfolgreich an Kräutern und Gewürzen bzw. Gewürzmischungen [1] bis [3], an Krebs- und Weichtieren einschließlich Garnelen [4] bis [6] sowohl an frischem als auch an getrocknetem Obst und Gemüse [7] bis [9] sowie an Kartoffeln [10] geprüft. Weitere Untersuchungen [11] bis [46] haben gezeigt, dass das Verfahren auf viele verschiedene Lebensmittel angewandt werden kann.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Spezifikationen und Prüfverfahren (ISO 3696)*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Europäischen Norm gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Thermolumineszenz (TL)

die Lichtemission, die bei der Erhitzung eines festen Materials zusätzlich zu der Planck'schen Strahlung (Temperaturstrahlung des schwarzen Körpers) aufgrund der thermisch stimulierten Freisetzung eingefangener Ladungsträger auftritt

3.2

TL-Intensität

die Lichtmenge, die je Temperatureinheit bei einer gegebenen Heizrate gemessen wird. Das Integral der TL-Intensität über einen definierten Temperaturbereich wird in Photonenzahl oder Coulomb gemessen

3.3

Glühkurve

der Verlauf der TL-Intensität in Abhängigkeit von der Temperatur. Das Integral der Glühkurve wird, abhängig von der Art des Gerätes, in Photonenzahl oder Coulomb angegeben

3.4

Glühkurve 1

die Glühkurve der ersten TL-Messung an den Mineralien der aufgearbeiteten Probe

3.5

Glühkurve 2

die Glühkurve der zweiten TL-Messung derselben Mineralien, nachdem diese zum Zweck der Normalisierung einer definierten Strahlendosis ausgesetzt wurden

3.6

TL-Verhältnis

der Wert des Quotienten aus den Integralen der Glühkurven 1 und 2 über einen definierten Temperaturbereich

3.7

Nachweisgrenze für das Integral der TL-Intensität, (MDL, minimum detectable level)

Die MDL ergibt sich aus dem Mittelwert der Integrale der Glühkurve 1 für Blindproben (Gesamt-Blindwert) plus drei Standardabweichungen über einen definierten Temperaturbereich. (Blindproben sollten parallel mit der Mineralienisolation aufgearbeitet werden, indem mit denselben Lösungen der gleiche Analysengang durchgeführt wird.) Der Gesamt-Blindwert dient auch als Kontrolle, dass Stahlplättchen, Laborgläser und Reagenzien frei von lumineszenzgebenden Verunreinigungen sind (siehe Anhang A).

3.8

Untergrund des TL-Gerätes

das Integral der Glühkurve ohne Stahlplättchen (Leerwert) über einen definierten Temperaturbereich

4 Prinzip

Durch eine Behandlung mit ionisierenden Strahlen wird in den Silikatmineralien, die Lebensmittel verunreinigen, Energie gespeichert, indem Ladungsträger im angeregten Zustand eingefangen werden. Durch kontrolliertes Aufheizen der isolierten Silikatmineralien werden die angeregten Ladungsträger stimuliert, in den Grundzustand zurückzukehren. Der dabei in Form von Licht frei werdende Teil der Energie wird in Abhängigkeit von der Temperatur als Glühkurve aufgezeichnet.

Die Silikatmineralien werden deshalb aus den Lebensmitteln isoliert; dies geschieht meist durch Trennung in einem Dichtegradienten. Um die TL-Intensität nicht abzuschwächen, sollten die isolierten Silikatmineralien möglichst frei von organischen Bestandteilen des Lebensmittels sein. Die Glühkurve 1 der isolierten Mineralien wird aufgezeichnet. Da verschiedene Mineralienarten und/oder -mengen (Quarz, Feldspat u. a.) nach Bestrahlung sehr unterschiedliche TL-Intensitäten zeigen, ist eine Normalisierung der TL-Intensität erforderlich. Dazu werden dieselben Mineralien nach der ersten TL-Messung mit einer definierten Dosis bestrahlt und einer zweiten TL-Messung unterzogen (Glühkurve 2).

Das TL-Verhältnis (Quotient aus den Integralen der Glühkurven 1 und 2) zeigt eine erfolgte Bestrahlung an, da bestrahlte Proben höhere Werte erzielen als unbestrahlte Proben. Die Form der Glühkurven bietet zusätzliche Beweise für die Identifizierung bestrahlter Lebensmittel. Dieses TL-Verfahren basiert auf Silikatmineralien, die von verschiedenen Lebensmitteln isoliert werden können, und ist grundsätzlich von der Art des Lebensmittels unabhängig.

5 Chemikalien

5.1 Allgemeines

Es sind analysenreine Chemikalien zu verwenden. Das Wasser muss mindestens der Qualität 3 nach EN ISO 3696 entsprechen. Die Reagenzien müssen während des Analysengangs von Staubpartikeln frei gehalten werden.

5.2 Natriumpolywolframat-Lösung $\text{Na}_6[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}] \times \text{H}_2\text{O}$, mit einer Dichte von 2 g/ml. Die Lösung kann nach Reinigung wiederverwendet werden [2].

5.3 Salzsäure, Stoffmengenkonzentration $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$ und/oder 4 mol/l bis 6 mol/l (für spezielle Fälle)

5.4 Ammoniumhydroxid-Lösung, z. B. $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 1 \text{ mol/l}$

5.5 Aceton

5.6 Stickstoff, sauerstofffrei, als Inertgas zur Spülung der TL-Messkammer

5.7 Silikonspray (wahlweise)

5.8 Ethanol

6 Geräte

6.1 Allgemeines

Arbeitsflächen und Glasgeräte sollten sorgfältig gereinigt werden. Es werden die übliche Laborausrüstung verwendet und insbesondere folgende Geräte:

6.2 TL-Messgerät,

mit der Option, Glühkurven aufzuzeichnen und Daten auszuwerten. Heizrate: etwa $6 \text{ }^\circ\text{C/s}$; maximal benötigte Temperatur: mindestens $350 \text{ }^\circ\text{C}$; mit einem geeigneten Photomultiplier z. B. mit einer Bi-alkali-Photokathode und Filter gegen die Planck'sche Strahlung. Anwendbare Filterkombinationen sind Corning 7/59[®] + Schott KG 1[®] Filter, Schott BG 39^{®1)} oder gleichwertige.

6.3 Edelstahlplättchen oder -schälchen,

mit einem Durchmesser passend zum TL-Messgerät (üblicherweise etwa 9 mm bis 10 mm) und einer Dicke von 0,25 mm bis 0,5 mm.

6.4 Strahlenquelle,

geeignet, um die Plättchen oder Schälchen mit isolierten Mineralien mit einer definierten Dosis vor der zweiten TL-Messung (Glühkurve 2) zu bestrahlen. In den Ringversuchen an Kräutern und Gewürzen, deren Mischungen [1] bis [3], Krebs- und Weichtiere einschließlich Garnelen [4] bis [6] und an frischem und getrocknetem Obst und Gemüse [7] bis [9] wurden verschiedene ^{60}Co - γ -Strahlenquellen bei einer Dosis von 1 kGy eingesetzt. In dem Ringversuch an Kartoffeln [10] wurden ^{60}Co - γ -Strahlenquellen bei einer Dosis von nur 250 Gy eingesetzt.

1) Corning 7/59[®], Schott KG 1[®] und Schott BG 39[®] sind Beispiele für geeignete handelsübliche Produkte. Diese Information dient lediglich zur Unterrichtung der Anwender dieser Europäischen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieser Produkte durch CEN.