

DIN EN 17462

ICS 65.120

Einsprüche bis 2020-01-29

Entwurf

**Futtermittel: Probenahme- und Untersuchungsverfahren –
Bestimmung der Radionuklide Jod-131, Cäsium-134 und Cäsium-137 in
Futtermittel;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17462:2019**

Animal feeding stuffs: Methods of sampling and analysis –
Determination of the radionuclides Iodine-131, Caesium-134 and Caesium-137 in feed;
German and English version prEN 17462:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-11-29 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 nal@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 Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL),
10772 Berlin, Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 71 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17462:2019) 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.

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

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

ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 19581:2017	siehe	E DIN EN ISO 19581 (VDE 0493 581): 2019-10

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

E DIN EN ISO 19581 (VDE 0493 581):2019-10, *Bestimmung der Radioaktivität — Gammastrahlung emittierende Radionuklide — Schnellverfahren mit Szintillationsdetektor und Gammaskpektrometrie (ISO 19581:2017); Deutsche Fassung prEN ISO 19581:2019*

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

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9p

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	11
6 Sicherheitsvorkehrungen	11
7 Geräte	11
7.1 Allgemeines	11
7.2 Geräte für die Vorbereitung der Prüfmenge	11
7.3 Gammaspektrometrische Geräte	12
7.4 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	24
9.4 Prüfbericht	25
Anhang A (informativ) Liste der möglichen Störgammastrahlen von natürlich vorkommenden Radionukliden sowie von Radionukliden, die in Umgebungsproben unmittelbar nach einem Nuklearunfall oder -vorfall vorhanden sein könnten	26
Anhang B (informativ) Beispiel eines Unsicherheitsbudgets für die Gammaspektrometrie mit einem HPGe-Detektor	27
Anhang C (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs	28
C.1 Allgemeines	28
C.2 Wiederholpräzision	32
C.3 Vergleichpräzision	32
Literaturhinweise	33

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17462:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 327 „Futtermittel – Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

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

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 Futtermitteln ist die hochauflösende Gammaskpektrometrie. Da es sich hierbei um ein sekundäres Messverfahren handelt, das auf der Analyse von Photopeaks 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 Überwachungslaboren.

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 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 6497, *Futtermittel — Probenahme* (ISO 6497)

ISO 11929-1, *Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the coverage interval) for measurements of ionizing radiation — Fundamentals and application — Part 1: Elementary applications*

ISO 20042:2019, *Measurement of radioactivity — Gamma-ray emitting radionuclides — Generic test method using gamma-ray spectrometry*

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 <http://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; 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

Untergrundkontinuum

Ereignisse im Spektrum, die eine glatte Kurve bilden, der die Photopeaks überlagert werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Kontinuum kann aufgrund von Gammastrahlen, die im Inneren der Untersuchungsprobe oder jeglicher Materialien in der Umgebung gestreut werden, von kosmischer Strahlung oder von Radionukliden in den Materialien der Umgebung entstehen.

[QUELLE: ISO 20042:2019, 3.1]

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: ISO 19581:2017, 3.1, siehe [1]]

3.4

Koinzidenzsummation

wahre Koinzidenzsummation

(TCS; en: true coincidence summing)

Kaskadensummation

simultaner Nachweis von zwei oder mehr Gammastrahlen in einem spektrometrischen System aufgrund der Emission einer Kaskade von Gammastrahlen beim Zerfall eines einzelnen Kerns in der Untersuchungsprobe

[QUELLE: ISO 20042:2019, 3.24]

3.5

Totzeit

Zeitspanne während der Erfassung eines Spektrums (Echtzeit), in der keine Impulse aufgezeichnet oder verarbeitet werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Totzeit wird als die Differenz von Echtzeit und Live-Zeit angegeben.

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

[QUELLE: ISO 20042:2019, 3.5]

3.6

Übertragung der Nachweiswahrscheinlichkeit

Übertragung der Zählheusbeute

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

3.7

Vollenergiepeak

(FEP; en: full energy peak)

siehe Photopeak [3.11]

3.8

hohe Energieauflösung

relativer Begriff, der sich im Kontext der Gammaspektrometrie auf die Energieauflösung bezieht, die mit Ge(Li)- oder HPGe-Detektoren erreicht wird

3.9

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 [9]]

3.10

Live-Zeit

Zeitspanne, in der während der realen Zeitdauer der Erfassung Impulse verarbeitet werden

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

[QUELLE: ISO 20042:2019, 3.12]

3.11

Photopeak

Vollenergiepeak

(FEP; en: full energy peak)

Peak, die über dem Untergrundkontinuum eines Gammaskpektrums beobachtet wird und aufgrund von Ereignissen, die die volle Energie des Photons auf das Detektormaterial übertragen, entsteht und üblicherweise eine Gaußsche Form aufweist

[QUELLE: ISO 20042:2019, 3.17]

3.12

Echtzeit

Zeitspanne, in der ein Spektrum erfasst wird

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

[QUELLE: ISO 20042:2019, 3.10]

3.13

Probenhalter

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

3.14

spektrometrisches System

vollständige Geräteeinheit aus Sensor und dazugehöriger impulsverarbeitender Elektronik, die die durch den Sensor registrierten Gammastrahlen in ein Impulshöhenspektrum umwandelt

[QUELLE: ISO 20042:2019, 3.22]

3.15

Prüfmenge

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

[QUELLE: EN ISO 6498:2012, 2.1.4 [9]]

3.16

Untersuchungsprobe

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

[QUELLE: EN ISO 6498:2012, 2.1.3 [9]]

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_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
$\tilde{a}$	wahrer Wert der massenbezogenen Aktivität eines Radionuklids in der Probe bei Energie E	Bq/kg
a_m^*	Erkennungsgrenze	Bq/kg
$a_m^\#$	Nachweisgrenze	Bq/kg
a	annum (Jahr), das tropische Jahr, welches ungefähr 365,242 2 d entspricht	Jahr
d	Tag (1 Tag = 86 400 s)	Tag
ε_E	Nachweiswahrscheinlichkeit bei Energie E für die jeweils verwendeten Messgeometrien und Detektoren	-
$f_{\text{att}(E)}$	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, siehe Gleichung (6)	-
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.	-
λ	Zerfallskonstante eines Radionuklids	s^{-1}
m	Masse der Prüfmenge	kg
m_c	korrigierte Masse der Prüfmenge	kg

Symbol	Bezeichnung der Größe	Einheit
m_f	Frischmasse der Prüfmenge	kg
m_d	Trockenmasse der zur Bestimmung des Feuchtegehalts verwendeten Menge	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	-
$n_{N,E}$	Impulsanzahl in der Nettofläche des Photopeaks im Spektrum der Prüfmenge bei Energie E	-
$n_{b,E}$	Impulsanzahl in der Nettofläche des Photopeaks im Untergrundspektrum bei Energie E	-
P_E	Wahrscheinlichkeit (je 100 Zerfallvorgängen) 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_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
$u_{rel}(A)$	relative Unsicherheit der Aktivität eines Referenzradionuklids, das zum Zeitpunkt der Kalibrierung Photonen der Energie E in der Kalibrierquelle emittiert	-
$u(a_m)$	Standardunsicherheit der massenbezogenen Aktivität	Bq/kg
$U(a_m)$	erweiterte Unsicherheit mit dem Erweiterungsfaktor k , berechnet als $U = k \times u$	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
$\tilde{u}(\tilde{a}_m)$	Standardunsicherheit von a_m in Abhängigkeit von ihrem wahren Wert	Bq/kg
$u_{rel}(\varepsilon_E)$	relative Unsicherheit der Nachweiswahrscheinlichkeit bei Energie E für die jeweils verwendeten Messgeometrien und Detektoren	-
$u_{rel}(f_E)$	relative Unsicherheit des kombinierten Korrekturfaktors für den Gammastrahl mit Energie E unter Berücksichtigung aller notwendigen Korrekturen, siehe Gleichung (5)	-

Symbol	Bezeichnung der Größe	Einheit
$u_{rel}(f_d)$	relative Unsicherheit des Faktors zur Korrektur für den Zerfall zwischen Referenzzeitpunkt und Beginn der Messung und während der Messung	-
$u_{rel}(f_{tcs,E})$	relative Unsicherheit des Faktors zur Korrektur für wahre Koinzidenzsummationseffekte	-
$u_{rel}(m)$	relative Unsicherheit der Masse der Prüfmenge	-
$u(n_{N,E})$	Unsicherheit der Nettoimpulsanzahl im Photopeak bei Energie E im Prüfmengenspektrum	-
$u(n_{b,E})$	Unsicherheit der Nettoimpulsanzahl im Photopeak bei Energie E im Untergrundspektrum	-
$u_{rel}(P_E)$	relative Unsicherheit der Wahrscheinlichkeit (je 100 Zerfallvorgängen) der Emission eines Gammastrahls mit der Energie E durch ein Radionuklid	-
$u(r_{N,E})$	Unsicherheit der Nettozählrate	-
$u_{rel}(r_{N,E})$	relative Unsicherheit der Nettozählrate	-
u_{rand}	zufällige Unsicherheitskomponente	-
u_{sys}	systematische Unsicherheitskomponente	-
u_{tot}	Gesamtunsicherheit, aus zufälliger und systematischer Komponente berechnet	-
$u(w)$	Gesamtstandardunsicherheit des Erweiterungsfaktors w	-
$u_{rel}(w)$	relativer Wert der Gesamtstandardunsicherheit des Erweiterungsfaktors w	-
$v_{605}; v_{796}$	Gewichtungsfaktoren für die Berechnung der massenbezogenen Aktivität von ^{134}Cs bei Verwendung der zwei energiereichsten Gammastrahlen (604,72 keV und 795,86 keV)	-
w	Kalibrierfaktor	-
k	Erweiterungsfaktor	-
T	Temperatur	°C

4.2 Abkürzungen

ALARA	so niedrig wie vernünftigerweise erreichbar (en: As Low As Reasonably Achievable)
CEN	Europäisches Komitee für Normung (fr: Comité Européen de Normalisation)
FEP	Vollenergiepeak (en: Full Energy Peak)
FWHM	volle Halbwertsbreite (en: Full Width at Half Maximum)
HPGe-Detektor	Reinstgermaniumdetektor (en: High Purity Germanium detector)
IEC	Internationale Elektrotechnische Kommission (en: International Electrotechnical Commission)
ISO	Internationale Organisation für Normung (en: International Organisation for Standardization)
TCS	wahre Koinzidenzsummation (en: True Coincidence Summing)

5 Kurzbeschreibung

Eine homogene Prüfmenge wird in einen Messbehälter gegeben. Der Behälter wird vor einem hochauflösenden Detektor (z. B. einem HPGe-Detektor) in eine genau vorgegebene Position gestellt. Die Vollenergiepeaks der emittierten Gammapartikel aus der Prüfmenge werden analysiert und die massenbezogenen Aktivitäten von ^{131}I , ^{134}Cs und ^{137}Cs werden mittels hochauflösender Gammaspektrometrie quantifiziert. Für jeden Detektor und jede Probe, die verwendet werden, muss eine geeignete Kalibrierung der Energie und Nachweiswahrscheinlichkeit angewendet werden.

6 Sicherheitsvorkehrungen

Das ALARA-Prinzip muss jederzeit angewendet werden.

Bei der Handhabung der Proben müssen die lokalen Sicherheitsvorschriften befolgt werden.

Während der Vorbereitung der Prüfmenge muss persönliche Schutzausrüstung, wie Laborkittel, Handschuhe, Augenschutz und persönliche Dosimeter, getragen werden. Die Handschuhe müssen nach der Probenvorbereitung gewechselt werden, um Kreuzkontaminationen zu vermeiden.

Laboratoriumsproben müssen an einem kühlen und dunklen Ort bei einer Temperatur, die weder oberhalb der Raumtemperatur noch unterhalb von 0 °C liegt, gelagert werden. Verderbliche Materialien müssen bei einer Temperatur von $1\text{ °C} < T < 5\text{ °C}$ aufbewahrt werden.

Hierbei muss sorgfältig vorgegangen werden, da bei einer unsachgemäßen Aufbewahrung Jod aus den Materialien austreten kann. Wird vermutet, dass gasförmiges Jod vorhanden ist, müssen luftdicht verschließbare Behälter verwendet werden und Freiräume und Lufteinschlüsse zwischen Probe und Deckel des Behälters müssen vermieden werden. Auch gebundenes Jod kann sich in Gegenwart von Mikroorganismen (durch Methylierung), in sauren Umgebungen oder bei Temperaturen oberhalb von 80 °C schnell verflüchtigen.

7 Geräte

7.1 Allgemeines

Alle während der Probenvorbereitung verwendeten Geräte müssen nach jedem Gebrauch gereinigt werden, um Kreuzkontaminationen zu vermeiden.

7.2 Geräte für die Vorbereitung der Prüfmenge

7.2.1 Allgemeines

In diesem Dokument werden in Bezug auf Geräte für die Vorbereitung der Prüfmenge nur Leitlinien vorgegeben, die in den Anwendungsbereich des Dokuments fallen. Detailliertere Informationen und eine ausführliche Beschreibung können EN ISO 6498 [9] entnommen werden.

7.2.2 Waage

Bei der Vorbereitung der Prüfmenge muss zur Bestimmung der Masse eine Waage verwendet werden, die eine Empfindlichkeit von 0,1 % der Masse der Prüfmenge aufweist und eine Kapazität hat, die mindestens der Feuchtmasse der Prüfmenge entspricht.

7.2.3 Thermostatisch geregelte Wärmekammer

Wenn auf die Trockenmasse normalisierte Ergebnisse erforderlich sind, muss ein Ofen oder eine andere geeignete thermostatisch geregelte Wärmekammer verwendet werden. Das Gerät muss kalibriert werden und muss in der Lage sein, die für die Analyse des Feuchtegehalts des Materials benötigte Temperatur mit einer Unsicherheit von höchstens 2 °C aufrecht zu erhalten.

7.2.4 Geräte für die Teilchengrößenreduktion und die Homogenisierung

Zur Reduzierung der Teilchengröße und Homogenisierung der Prüfmenge sollten Mühlen und Mixwerkzeuge verwendet werden, insbesondere wenn die Teilchengröße des Ausgangsmaterials > 6 mm ist.

7.2.5 Für die Handhabung von trockenen, pulverförmigen Materialien empfohlene Geräte

Es wird empfohlen, einen Ionisator oder ein anderes Gerät zur Reduzierung elektrostatischer Aufladung zu verwenden.

Nach dem Einbringen der Prüfmenge in den Messbehälter könnte zur Verdichtung der Prüfmenge und zum Ausgleich der Füllhöhe ein Klopfergerät oder Rütteltisch verwendet werden.

7.3 Gammaspektrometrische Geräte

Zur Erfassung der Spektren müssen ein Gammaspektrometer mit einem hochauflösenden Detektor (z. B. einem HPGe-Detektor), der an einen Impulsprozessor angeschlossen ist, sowie ein Datenerfassungssystem und ein Computer verwendet werden.

Es wird empfohlen, Detektoren zu verwenden, deren Energieauflösungsvermögen (FWHM) besser als 2,2 keV ist (1 332 keV für den Peak von ^{60}Co) und die ein Peak/Compton-Verhältnis zwischen 50 und 80 für ^{137}Cs aufweisen. Für weitere Informationen siehe IEC 61452 [13].

7.4 Zu verwendende Behälter

7.4.1 Behälter für die Bestimmung des Feuchtegehalts

Es muss ein Behälter verwendet werden, der der Trocknungstemperatur standhalten kann. Der Behälter muss eine Menge der Untersuchungsprobe, wie sie durch die für die Bestimmung des Feuchtegehalts verwendete, relevante ISO-Norm vorgeschrieben wird, fassen können und ermöglichen, dass Wasser verdunsten kann, ohne dass Probenmaterial entweicht.

7.4.2 Messbehälter

Leitlinien in Bezug auf geeignete Behälter für die Prüfmenge werden in ISO 20042 gegeben.

Soll der Messbehälter wiederverwendet werden, muss er zunächst geleert, gereinigt und auf radioaktive Reinheit überprüft werden, da er durch die zuvor gemessene Prüfmenge kontaminiert sein könnte.

8 Durchführung

8.1 Kalibrierung

8.1.1 Allgemeines

Der Gammastrahlendetektor muss für Energie und Nachweiswahrscheinlichkeit kalibriert werden. Die Kalibrierung sollte den Anforderungen von IEC 61452 [13] entsprechend durchgeführt werden.

8.1.2 Energiekalibrierung

Die für die Energiekalibrierung verwendeten Quellen dürfen Punktquellen eines einzelnen Nuklids, das Gammastrahlen verschiedener Energie emittiert (z. B. ^{152}Eu), Punktquellen mehrerer Nuklide oder eine Reihe von Quellen mit Radionukliden, die einen oder mehrere Gammastrahlen emittieren, sein.

Besonders sollte auf das Energieintervall 364 keV bis 796 keV geachtet werden, da die vier Hauptgammastrahlen der drei Radionuklide, die in den Anwendungsbereich dieser Norm fallen, Energien in diesem Intervall aufweisen.

8.1.3 Kalibrierung der Nachweiswahrscheinlichkeit

Die Zählachweiswahrscheinlichkeit für eine Gammastrahlenenergie wird hauptsächlich von folgenden fünf Faktoren beeinflusst:

- der intrinsischen Nachweiswahrscheinlichkeit;
- der Position der Quelle in Bezug zum Detektor;
- den Maßen des Messbehälters;
- Dichte, Matrixzusammensetzung und Füllhöhe der Prüfmenge;
- der Abschirmung (indirekte Beeinflussung durch Minimierung störender Strahlung oder eines Umgebungsuntergrunds).

Die experimentelle Kalibrierung der Nachweiswahrscheinlichkeit sollte mit einer Referenzvolumenquelle (d. h., nicht mit einer Punktquelle), die im gleichen Behälter und in der gleichen Position wie die Prüfmenge gemessen wird, erfolgen. Die Merkmale der Referenzvolumenquelle sollten denen der Prüfmenge möglichst ähneln. Zur Berücksichtigung von unterschiedlichen Merkmalen sollten geeignete Methoden der Übertragung der Nachweiswahrscheinlichkeit (siehe unten) angewendet werden.

Da Aufstockungen zu einer inhomogenen Aktivitätsverteilung führen können, ist die Vorbereitung einer Referenzvolumenquelle im Labor nur möglich, wenn ein zuverlässiges und validiertes Aufstockverfahren vorhanden ist. Blindmaterial kann mit einer aus mehreren Nukliden bestehenden Lösung, mit verschiedenen Einzellösungen, die geeignete Radionuklide enthalten, oder mit einer Lösung aus einem einzigen Nuklid, das verschiedene Gammastrahlen emittiert, aufgestockt werden. Dabei sollte darauf geachtet werden, dass der zu betrachtende Energiebereich (364 keV bis 796 keV) abgedeckt wird.

Die Nettozählrate ($r_{N,E}$) muss nach Gleichung (1) berechnet werden.

$$r_{N,E} = \frac{n_{N,E} - \left(n_{b,E} \times \frac{t_g}{t_b} \right)}{t_g} \quad (1)$$

Dabei ist

- $r_{N,E}$ die Nettozählrate im Vollenergiepeak bei Energie E , in s^{-1} ;
- $n_{N,E}$ die Nettoimpulsanzahl in diesem Peak bei Energie E im Spektrum der Prüfmenge;
- $n_{b,E}$ die Nettoimpulsanzahl in diesem Peak bei Energie E im Untergrundspektrum;
- t_g die Live-Zeit des Spektrums der Prüfmenge, in s;
- t_b die Live-Zeit des Untergrundspektrums, in s.

Die Nachweiswahrscheinlichkeit bei Energie E (ε_E) sollte nach Gleichung (2) berechnet werden.

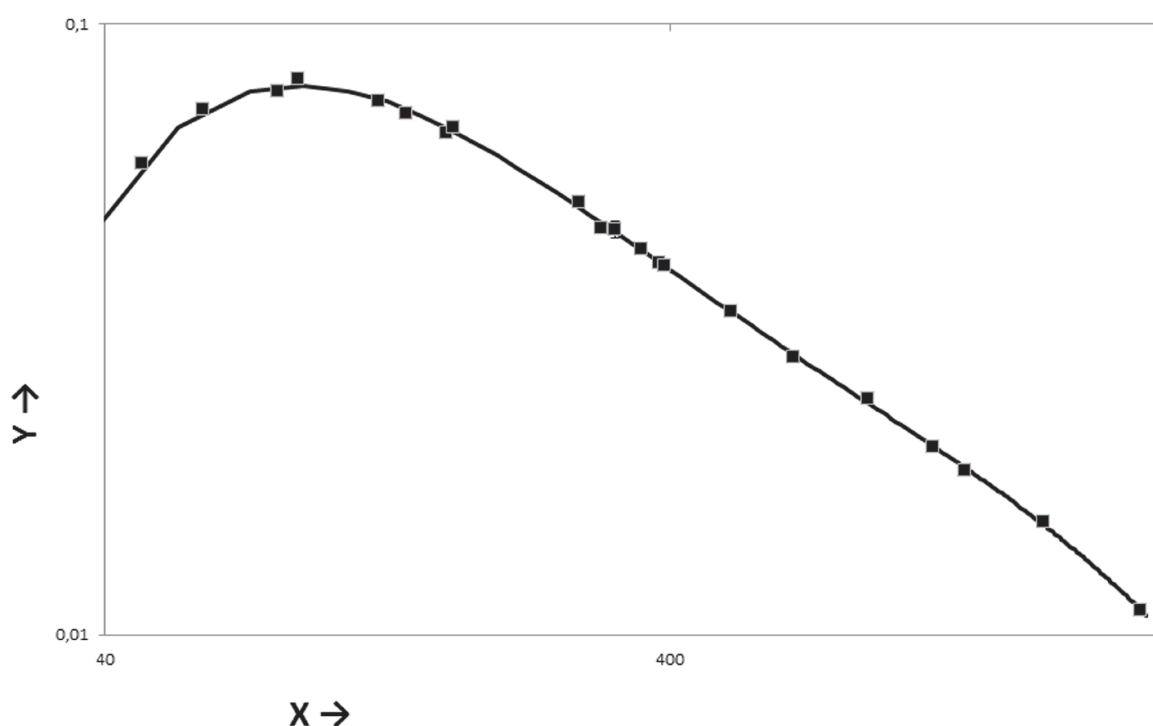
$$\varepsilon_E = \frac{r_{N,E}}{A \times P_E \times f_d \times f_{tcs,E}} \quad (2)$$

Dabei ist

- ε_E die Nachweiswahrscheinlichkeit bei Energie E für die jeweils verwendeten Messgeometrien und Detektoren;
- $r_{N,E}$ die Nettozählrate im Vollenergiepeak bei Energie E , berechnet nach Gleichung (1);

- A die Aktivität des Referenzradionuklids, das Photonen mit der Energie E in der Kalibrierquelle zum Zeitpunkt der Kalibrierung emittiert, in Bq;
- P_E die absolute Wahrscheinlichkeit der Emission eines Photons mit der Energie E , je Zerfall;
- f_d der Faktor zur Korrektur für den Zerfall zwischen Referenzzeitpunkt und Beginn der Messung und während der Messung;
- $f_{tcs,E}$ der Faktor zur Korrektur für wahre Koinzidenzsummationseffekte.

Sobald die Nachweiswahrscheinlichkeiten für die in der Referenzvolumenquelle vorhandenen Radionuklide berechnet wurden, sollten sie in einem Graphen gegen die Energie des emittierten Photons aufgetragen werden. Dann sollte durch eine geeignete Anpassung eine Nachweiswahrscheinlichkeitskurve erstellt werden [2] (Bild 1). Eine Extrapolation ist unzulässig.



Legende

X Energie [keV] Y Nachweiswahrscheinlichkeit

Bild 1 — Beispiel einer Kalibrierkurve für die Nachweiswahrscheinlichkeit von Kieselgel, das mit einer Multigammalösung aufgestockt wurde, mittels eines Polynomfits doppellogarithmisch dargestellt

Im Falle dass die Kalibrierung der Nachweiswahrscheinlichkeit mit einer Quelle, die eine andere Geometrie und/oder Matrixzusammensetzung als die Prüfmenge aufweist, durchgeführt wurde, ist es möglich, die experimentelle Nachweiswahrscheinlichkeitskurve rechnerisch auf die Geometrie der Prüfmenge zu übertragen. Dafür kann ein Labor seine eigenen semi-empirischen Berechnungen entwickeln. Es ist auch möglich, die Übertragung der Nachweiswahrscheinlichkeit mithilfe von Monte-Carlo-Codes zu berechnen. Es gibt allgemeine Codes (z.B. GEANT, PENELOPE, MCNP, EGSnrc), aber auch Codes, die speziell für die Berechnung von Nachweiswahrscheinlichkeiten bei der Gammaspektrometrie entwickelt wurden (z.B. ANGLE, DETEFF, GESPECOR, ETNA, EFFTRAN).

Absolute Werte für die Nachweiswahrscheinlichkeit können nur mithilfe von Monte-Carlo-Simulationen berechnet werden. Dies darf jedoch nicht als vollständiger Beweis für eine Nachweiswahrscheinlichkeitskurve erachtet werden. Der Einsatz dieses Verfahrens ist nur zu empfehlen, wenn das ComputermodeLL sehr gut ausgearbeitet ist und vom Labor validiert wurde. Eine solche Validierung muss auf einem Vergleich der berechneten Nachweiswahrscheinlichkeitswerte mit den experimentellen Werten für mehrere Energien und verschiedene Geometrien beruhen [3].

Nachweiswahrscheinlichkeiten für Gammaenergien, die nicht in der Kalibrierquelle vorhanden sind, sollten mithilfe der durch die Anpassung der Kalibrierkurve erhaltenen Gleichung interpoliert werden. Die durch die Interpolation entstehende, zusätzliche Unsicherheitskomponente muss in der Unsicherheitsabschätzung berücksichtigt werden.

Bei der Analyse des Spektrums müssen für die Prüfmenge und die Kalibrierquelle dieselbe Software und dieselben Einstellungen verwendet werden.

Wenn eine Kalibrierquelle mit kaskadierenden Gammastrahlen verwendet wird, müssen wahre Koinzidenzsummutationskorrekturen durchgeführt werden.

8.2 Vorbereitung der Prüfmenge

Allgemeine Leitlinien zur Probenvorbereitung bei Futtermitteln finden sich in EN ISO 6498 [9]. Spezifische Leitlinien zur Probenvorbereitung für die Gammaskpektrometrie können ISO 20042 entnommen werden.

Wenn es nötig ist, die Masse der Prüfmenge um den Feuchtegehalt, unter Berücksichtigung der Probenmatrix, zu korrigieren, muss ein geeignetes Verfahren wie in ISO 6496 (General) [4], EN ISO 662 (Tierische und pflanzliche Fette und Öle) [5], EN ISO 665 (Ölsamen) [6], ISO 771 (Oilseed residues) [7], EN ISO 712 (Getreide und Getreideerzeugnisse) [8] oder EN ISO 6540 (Mais) [10] beschrieben angewendet werden. Aufgrund der Flüchtigkeit von ^{131}I bei erhöhten Temperaturen muss diese Prüfung mit einer gesonderten Menge des Untersuchungsmaterials (d.h. nicht mit der für die gammaskpektrometrischen Messungen vorgesehenen Prüfmenge) durchgeführt werden.

Die Vorbereitung der Prüfmenge sollte in einem anderen Raum als die Messungen erfolgen, um eine Kontamination der Geräte zu vermeiden.

Um die Korrekturfaktoren so gering wie möglich zu halten, sollten sowohl bei den Messungen mit der Prüfmenge als auch bei der Kalibrierung der Nachweiswahrscheinlichkeit des Detektors vorzugsweise die gleiche Art von Messbehälter und die gleiche Probengröße verwendet werden.

Wird vermutet, dass in der Laboratoriumsprobe flüchtige Radionuklide (z. B. gasförmiges Jod) vorhanden sind, muss ein luftdicht verschließbarer Behälter verwendet werden. Dabei muss der Deckel auf dem Material aufliegen und die Bildung von Lufteinschlüssen zwischen Material und Deckel muss verhindert werden.

Folgende Schritte müssen bei der Vorbereitung einer Prüfmenge zur Messung befolgt werden:

- 1) Der Behälter muss mit der Kennnummer (ID) der Prüfmenge beschriftet werden.
- 2) Die Masse des Behälters einschließlich Deckel und die Innenmaße des leeren Behälters müssen aufgezeichnet werden.
- 3) Die Prüfmenge muss in den Behälter gegeben werden.
- 4) Die Füllhöhe der Prüfmenge muss aufgezeichnet und mit der Füllhöhe der Referenzvolumenquelle der Nachweiswahrscheinlichkeitskalibrierung (falls diese verwendet wird) verglichen werden.

- 5) Der Behälter muss mit einem Deckel verschlossen oder, beim Vorhandensein von flüchtigen Radionukliden, versiegelt werden.
- 6) Kontaminationen an der Außenseite des Behälters müssen vermieden werden oder gegebenenfalls mit einem mit bspw. Isopropanol oder Ethanol befeuchteten Tuch entfernt und trocknen gelassen werden.
- 7) Die Masse des Behälters mit der Prüfmenge muss aufgezeichnet werden und die Masse der Prüfmenge muss berechnet werden.
- 8) Es muss darauf geachtet werden, dass die obere Oberfläche des Materials im Behälter horizontal und stabil ist (z. B. könnte der Behälter auf der Arbeitsbank geklopft werden oder ein Klopfggerät oder Rütteltisch eingesetzt werden).
- 9) Die Dichte des Prüfmengenmaterials muss berechnet werden.

8.3 Aufzeichnen des Spektrums

Der Messbehälter muss vor dem Detektor in eine genau vorgegebene Position gestellt werden, vorzugsweise in die gleiche Position wie die Kalibrierquelle. Der Einsatz eines Probenhalters wird empfohlen.

Die Messung wird begonnen und das Spektrum wird während einer Messdauer, die ausreicht, um eine Nachweisgrenze zu erhalten, die den Kriterien für die Zwecktauglichkeit des Verfahrens entspricht, oder um die erforderliche Genauigkeit zu erhalten, erfasst.

Bei Blindproben sollte die Messdauer mindestens so lang wie die längste bei der Analyse berücksichtigte Messdauer sein.

Tabelle 1 — Empfohlene nukleare Daten für ^{131}I , ^{134}Cs und ^{137}Cs

Radionuklid	Halbwertszeit	Energie des Hauptgammastrahls keV	P_E %
^{131}I	8,023 3 (19) d	364,489 (5)	81,2 (5)
^{134}Cs	2,064 4 (14) a	604,720 (3)	97,63 (8)
		795,86 (1)	85,47 (9)
^{137}Cs	30,05 (8) a	661,657 (3)	84,99 (20)
Die Zahl in Klammern ist der numerische Wert der kombinierten Standardunsicherheit ($k = 1$) und bezieht sich auf die entsprechende letzte Ziffer (oder letzten zwei Ziffern) des angegebenen Ergebnisses.			
ANMERKUNG 1 „a“ bezieht sich in dieser Tabelle auf annum (Jahr), das tropische Jahr, welches ungefähr 365,242 2 d entspricht.			
ANMERKUNG 2 Die Daten in dieser Tabelle stammen aus der DDEP-Datenbank mit Stand vom 12. Februar 2019.			

Weiterführende Informationen zu den nuklearen Daten für ^{131}I , ^{134}Cs und ^{137}Cs können der Webseite des Decay Data Evaluation Project (DDEP) entnommen werden: <http://www.lnhb.fr/nuclear-data/nuclear-data-table/>.

8.4 Analyse des Spektrums

Die Photopeaks, die im Spektrum innerhalb des zu betrachtenden Energiebereichs liegen, sollten durch Anwendung der in 8.1.2 beschriebenen Energiekalibrierung identifiziert werden. Für jeden Photopeak im zu betrachtenden Bereich muss das Radionuklid, dem der Peak zugeordnet wird, in angemessener Weise identifiziert und die dazugehörige Nettofläche der Peaks bestimmt werden.

Die identifizierten und mit der Software angepassten Photopeaks müssen einer Qualitätskontrolle unterzogen werden. Wenn es für notwendig erachtet wird, sollte die Kurvenanpassung von Hand geändert werden.

Mithilfe von Spektrumanalysensoftware wird die Impulsanzahl der Nettofläche ($n_{N,E}$) für jeden zu betrachtenden Photopeak durch Integrieren der Peakfläche und Subtrahieren des Untergrundkontinuums im zu betrachtenden Bereich ermittelt. Falls die Unsicherheit der Impulsanzahl der Nettofläche, die von der Software ermittelt wurde, bei der Unsicherheitsabschätzung verwendet werden soll, ist eine Verifizierung dieser Unsicherheitskomponente erforderlich.

8.5 Qualitätssicherung

Der Detektor sollte auf angemessene Weise gegen natürliche Untergrundstrahlung abgeschirmt werden. Weiterführende Informationen können ISO 20042 entnommen werden.

Der Untergrund sollte vor und nach der Messung einer Reihe von Prüfmengen gemessen werden. Die Zeitspanne einer solchen Messung sollte mindestens so lang wie die der längsten Prüfmengenummessung sein. Wie in Anhang A von ISO 20042:2019 angeraten wird, müssen die Untergrundspektren regelmäßig genau überprüft werden, um die Stabilität des Untergrundes zu kontrollieren. Die Gesamtzählrate jedes einzelnen Spektrums sowie die Peakenergien und die Peakflächen sollten ermittelt werden. Diese Werte sollten mit den vorhergehenden Untergrundspektren verglichen werden und ein Diagramm der Zählrate in Abhängigkeit der Zeit sollte erstellt werden, um die Stabilität des Untergrundes zu kontrollieren. Im Falle einer Kontamination des Detektors sollten der Detektor und/oder die Probenhalter in geeigneter Weise gereinigt werden. Eine Kontamination des Detektors darf auch durch kürzere Messungen und durch eine Bewertung bestimmter zu betrachtender Bereiche des Spektrums überprüft werden.

Um die Stabilität des spektrometrischen Systems sicherzustellen, sollte ein geeignetes Qualitätssicherungsverfahren angewendet werden: Beispielsweise kann eine gesonderte Referenzquelle, die immer in gleicher Weise vor dem Detektor positioniert wird, regelmäßig gemessen werden. Regelmäßige Messungen einer bekannten Quelle, z. B. ^{152}Eu , die in eine genau vorgegebene Position gestellt wird, sind erforderlich, um die Stabilität der Kalibrierung von Energie und Nachweiswahrscheinlichkeit und der Energieauflösung des Detektors zu kontrollieren. Es wird empfohlen, diese Daten zumindest für niedrige, mittlere und hohe Energiepeaks des Spektrums getrennt zu bewerten. Ist ein Radionuklid, das mehr als eine Gammalinie mit einer signifikanten Impulsanzahl in der Kalibrierquelle emittiert, oder ^{134}Cs im Spektrum der Prüfmenge vorhanden, sollten die Ergebnisse der Aktivitätsberechnungen für jede Gammalinie einzeln geprüft und miteinander verglichen werden. Wird ein signifikanter Unterschied zwischen den erhaltenen Ergebnissen beobachtet, sollte der Grund dafür (z. B. Störpeaks, zunehmender Untergrund) untersucht werden.

Immer wenn für die Datenerfassung und -analyse speziell entwickelte Software verwendet wird, sollte diese nach relevanten Softwarenormen wie etwa ISO/IEC/IEEE 12207 [12] geschrieben und geprüft worden sein.

Zeigt das Spektrum keine(n) Peak(s) für das/die zu betrachtende(n) Radionuklid(e), muss die Nachweisgrenze nach den in ISO 11929-1 gegebenen Gleichungen berechnet werden. Liegt die relative Unsicherheit des Kalibrierfaktors $u_{rel}(w)$ unter 15 %, ist eine Berechnung der Nachweisgrenze nach dem von Currie [14] vorgeschlagenen Verfahren ausreichend und könnte als pragmatischer Ansatz genutzt werden. Die Unsicherheitskomponente, $u_{rel}(w)$, entspricht den relativen Gesamtstandardunsicherheiten für alle Faktoren, aus denen sich der Kalibrierfaktor (w) zusammensetzt, wie in Gleichung (3) und Gleichung (4) zu sehen ist.

Blindproben sollten am selben Ort wie die Prüfmengen vorbereitet werden, um den Kontaminationsgrad der zur Vorbereitung genutzten Einrichtungen überwachen zu können. Sie sollten in die gleiche Art Messbehälter gefüllt werden und in der gleichen geometrischen Anordnung wie die Prüfmengen gemessen werden.

Softwareprogramme zur Spektrumanalyse ermitteln automatisch die Nettopeakfläche durch Subtrahieren des Untergrundkontinuums unter dem Peak. Falls sowohl im Untergrundspektrum als auch im Spektrum der Prüfmenge ein Peak der gleichen Energie registriert wird, sollte nur die Nettoimpulsanzahl subtrahiert werden. Es darf nicht das gesamte Untergrundspektrum vom Spektrum der Prüfmenge subtrahiert werden.

Wird zur Berechnung der Aktivitäten ein kommerzielles Softwarepaket verwendet, sollte dieses durch Messen von Referenzproben, die vorzugsweise die zu prüfenden Radionuklide enthalten, validiert werden. Die von der Software verwendeten Zerfallsdaten müssen überprüft werden.

9 Angabe der Ergebnisse

9.1 Berechnung der massenbezogenen Aktivitäten

9.1.1 Allgemeines

Die Nachweiswahrscheinlichkeit (ε_E) für jeden zu betrachtenden Peak muss der Nachweiswahrscheinlichkeitskurve (8.1.3) entnommen werden.

Die für die Berechnungen zu benutzenden Gammaenergien sind in Tabelle 1 aufgeführt. Es wird empfohlen, stets auf die aktuellen Nukleardaten des Decay Data Evaluation Project (DDEP) zurückzugreifen.

Die Nettozählrate ($r_{N,E}$) muss mit Gleichung (1) berechnet werden.

Die massenbezogene Aktivität (a_m) muss für jede der in Tabelle 1 aufgeführten Energien (falls in der Prüfmenge vorhanden) in Bq/kg angegeben und mit Gleichung (3) und Gleichung (4) berechnet werden.

$$a_m = \frac{r_{N,E}}{P_E \times \varepsilon_E \times m \times f_E} = r_{N,E} \times w \quad (3)$$

mit

$$w = \frac{1}{P_E \times \varepsilon_E \times m \times f_E} \quad (4)$$

Dabei ist

a_m	die massenbezogene Aktivität eines Radionuklids in der Probe bei Energie E , in Bq/kg;
P_E	die absolute Emissionswahrscheinlichkeit der Emission eines Gammastrahls bei Energie E durch das jeweilige Radionuklid je Zerfall;
ε_E	die Nachweiswahrscheinlichkeit bei Energie E für die jeweils verwendeten Messgeometrien und Detektoren;
m	die Masse der Prüfmenge, in kg;
f_E	der kombinierte Korrekturfaktor für den Gammastrahl mit der Energie E unter Berücksichtigung aller notwendigen Korrekturen;
w	der Kalibrierfaktor.

Falls es erforderlich ist, die Masse der Prüfmenge (m) um ihren Feuchtegehalt zu korrigieren, muss Gleichung (5) angewendet werden:

$$m_c = m_f \times \left(\frac{m_d}{m_w} \right) \quad (5)$$

Dabei ist

- m_c die korrigierte Masse der Prüfmenge, in kg;
- m_f die Frischmasse der Prüfmenge, in kg;
- m_d die Trockenmasse der zur Bestimmung des Feuchtegehalts verwendeten Menge, in kg;
- m_w die Frischmasse der zur Bestimmung des Feuchtegehalts verwendeten Menge, in kg.

In Gleichung (4) sollte dann die Masse der Prüfmenge (m) durch die korrigierte Masse der Prüfmenge (m_c) ersetzt werden.

Der kombinierte Korrekturfaktor (f_E) muss mit Gleichung (6) berechnet werden.

$$f_E = f_d \times f_{\text{att}(E)} \times f_{\text{tcs},E} \times f_g \quad (6)$$

Dabei ist

- f_E der Korrekturfaktor für den Gammastrahl mit der Energie E unter Berücksichtigung aller notwendigen Korrekturen;
- f_d der Korrekturfaktor 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.

- $f_{\text{att}(E)}$ der Korrekturfaktor für die Schwächungen innerhalb der Prüfmenge (Selbstschwächung);
- $f_{\text{tcs},E}$ der Korrekturfaktor für wahre Koinzidenzsummation;

ANMERKUNG 2 Dieser Faktor ist nur bei ^{134}Cs anwendbar.

- f_g der Korrekturfaktor für Unterschiede in der Geometrie.

Es gilt zu beachten, dass f_g und $f_{\text{att}(E)}$ häufig mithilfe von Monte-Carlo-Codes berechnet werden und daher simultan als ein einziger Korrekturfaktor ausgegeben werden.

9.1.2 Berechnung der Zerfallskorrektur (f_d)

Die Aktivität muss mit Gleichung (7) um den Faktor f_d korrigiert werden.

$$f_d = \frac{1}{f_{d1}} \times \frac{1}{f_{d2}} \quad (7)$$

mit

$$f_{d1} = e^{\lambda t_i} \quad (8)$$

und

$$f_{d2} = \left(\frac{\lambda t_r}{1 - e^{-\lambda t_r}} \right) \quad (9)$$

Dabei ist

f_d der Korrekturfaktor 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} der Korrekturfaktor für den Zerfall zwischen Referenzzeitpunkt und Beginn der Messung;

f_{d2} der Korrekturfaktor für den Zerfall während der Messung;

λ die Zerfallskonstante für das Radionuklid, in s^{-1} ;

t_i die Zeitspanne zwischen Referenzzeitpunkt und Beginn der Messung, in s;

ANMERKUNG 2 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.

t_r die reale Messdauer des Prüfmengenspektrums, in s.

Die Zerfallskonstante (λ) muss ausgehend von der Halbwertszeit ($t_{1/2}$) mit Gleichung (10) berechnet werden.

$$\lambda = \frac{\ln(2)}{t_{1/2}} \quad (10)$$

Dabei ist

λ die Zerfallskonstante für das Radionuklid, in s^{-1} ;

$t_{1/2}$ die Halbwertszeit des Radionuklids, in s.

ANMERKUNG 3 Siehe Tabelle 1.

9.1.3 Korrektur von Geometrieunterschieden (f_g)

Um Korrekturen von Unterschieden in der Geometrie zu berechnen, haben manche Laboratorien ihre eigenen Berechnungsinstrumente (entweder analytische Ausdrücke oder semi-empirische Gleichungen) entwickelt. In den letzten Jahren tendieren viele Laboratorien dazu, Monte-Carlo-Berechnungen dafür zu benutzen (siehe 3.6 und 8.1.3). Jedes Verfahren ist als geeignet anzusehen, sofern es validiert wurde, z. B. bei numerischen Verfahren durch Messen von Referenzquellen.

9.1.4 Berechnung der Korrektur von Selbstschwächung ($f_{\text{att}(E)}$)

Falls die Matrices und/oder die Dichten der Kalibrierquelle und der Prüfmenge nicht übereinstimmen, muss ein geeigneter Korrekturfaktor verwendet werden, um die Unterschiede in der Selbstschwächung der Gammastrahlen in den beiden Matrices zu berücksichtigen. Wie bei der Korrektur der Geometrie (9.1.3) können verschiedene Berechnungsverfahren angewandt werden, solange sie validiert worden sind.