DIN EN ISO 13304-2

DIN

ICS 13.280; 17.240

Einsprüche bis 2022-10-05

Entwurf

Strahlenschutz – Mindestanforderungen an die Elektronenspinresonanz (EPR-Spektroskopie) für die retrospektive Dosimetrie ionisierender Strahlung – Teil 2: Ex-vivo-Dosimetrie des menschlichen Zahnschmelzes (ISO 13304-2:2020); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 13304-2:2022

Radiological protection – Minimum criteria for electron paramagnetic resonance (EPR) spectroscopy for retrospective dosimetry of ionizing radiation – Part 2: Ex vivo human tooth enamel dosimetry (ISO 13304-2:2020); German and English version prEN ISO 13304-2:2022

Radioprotection – Critères minimaux pour la spectroscopie par résonance paramagnétique électronique (RPE) pour la dosimétrie rétrospective des rayonnements ionisants – Partie 2: Dosimétrie ex vivo à partir de l'émail dentaire humain (ISO 13304-2:2020); Version allemande et anglaise prEN ISO 13304-2:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-08-05 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 nar@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 Radiologie (NAR), Alexander-Wellendorff-Str. 2, 75172 Pforzheim.

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 60 Seiten

DIN-Normenausschuss Radiologie (NAR)

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 13304-2:2020 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 85 „Nuclear energy, nuclear technologies, and radiological protection“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 13304-2:2022 durch das Technische Komitee CEN/TC 430 „Kernenergie, Kerntechnik und Strahlenschutz“ übernommen, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 080-00-01 AA „Dosimetrie“ im DIN-Normenausschuss Radiologie (NAR).

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

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

ISO 5725 (alle Teile)	siehe	DIN ISO 5725 (alle Teile)
ISO 11929-1	siehe	DIN EN ISO 11929-1
ISO 13304-1	siehe	DIN EN ISO 13304-1*
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025
ISO/IEC 17043	siehe	DIN EN ISO/IEC 17043

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

* Zur Zeit Entwurf.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

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

DIN EN ISO 13304-1, *Strahlenschutz — Mindestanforderungen an die Elektronenspinresonanz (EPR-Spektroskopie) für die retrospektive Dosimetrie ionisierender Strahlung — Teil 1: Allgemeine Grundsätze*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

DIN EN ISO/IEC 17043, *Konformitätsbewertung — Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen*

DIN ISO 5725 (alle Teile), *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen*

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09

– Leerseite –

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09

– Entwurf –

August 2022

prEN ISO 13304-2

Strahlenschutz – Mindestanforderungen an die Elektronenspinresonanz (EPR-Spektroskopie) für die retrospektive Dosimetrie ionisierender Strahlung – Teil 2: Ex-vivo-Dosimetrie des menschlichen Zahnschmelzes (ISO 13304-2:2020)

Radiological protection – Minimum criteria for electron paramagnetic resonance (EPR) spectroscopy for retrospective dosimetry of ionizing radiation – Part 2: Ex vivo human tooth enamel dosimetry (ISO 13304-2:2020)

Radioprotection – Critères minimaux pour la spectroscopie par résonance paramagnétique électronique (RPE) pour la dosimétrie rétrospective des rayonnements ionisants – Partie 2: Dosimétrie ex vivo à partir de l'émail dentaire humain (ISO 13304-2:2020)

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09

Inhalt

		Seite
Europäisches Vorwort		4
Vorwort		5
Einleitung		6
1	Anwendungsbereich	7
2	Normative Verweisungen	7
3	Begriffe	7
4	Geräte	11
4.1	Spezifikationen für EPR-Spektrometer	11
4.2	Empfindlichkeit des Spektrometers	11
4.3	Mikrowellenbrücke	12
4.4	Magnetfeld	12
4.5	Mikrowellenresonator	12
5	Vorbereitung von Zahnschmelzproben	12
5.1	Allgemeines	12
5.2	Anwendbare Korngröße	13
6	Messung des EPR-Spektrums	14
6.1	Beschreibung des Spektrums	14
6.2	Anwendbare Messparameter und -bedingungen	14
6.2.1	Allgemeines	14
6.2.2	Mikrowellenleistung	15
6.2.3	Magnetisches Zentralfeld	15
6.2.4	Magnetfeld-Durchlaufbreite	15
6.2.5	Magnetfeld-Durchlaufzeit	15
6.2.6	Zeitkonstante des Signalkanalempfängers	16
6.2.7	Auflösung des EPR-Spektrums	16
6.2.8	Umwandlungszeit der Frequenzerfassung	16
6.2.9	Amplitude der Magnetfeldmodulation	16
6.2.10	Anzahl der Spektrenakkumulationen	16
6.2.11	Positionierung und Einsetzen von Proben	17
6.2.12	Abhängigkeit der EPR-Signalintensität von der Probenmasse	17
6.2.13	Verwendung von Standardproben	17
6.2.14	Anzahl der Messwiederholungen	18
7	Bewertung der RIS-Intensität	18
7.1	Allgemeines	18
7.2	Intrinsische EPR-Signale von Mikrowellenresonator und Probenröhrchen	20
8	Bestrahlung von Zahnschmelz-Kalibrierproben für geringe lineare Energieübertragung (LET, en: linear energy transfer)	20
9	Umrechnung der RIS-Intensität in eine Schätzung der Energiedosis	20
10	Berechnung der Unsicherheit bei der Dosisabschätzung	22
11	Minimale nachweisbare Dosis	23
12	Vertraulichkeit und ethische Betrachtungen	24
13	Labor-Sicherheitsanforderungen	24
13.1	Allgemeines	24
13.2	Anforderungen an die Magnetfeldsicherheit	24
13.3	Anforderungen an elektromagnetische Frequenzen	25
13.4	Chemische Sicherheitsanforderungen	25
13.5	Gesundheitsrisiken durch Zahnproben	25
13.6	Optische Sicherheitsanforderungen	25
14	Verantwortung des Kunden	25
15	Verantwortung des Dienstleistungslabors	25
16	Qualitätssicherung und Qualitätskontrolle (QA und QC)	25

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09

16.1 Allgemeines 25
16.2 Leistungsprüfungen 26
16.2.1 Allgemeines 26
16.2.2 Leistungsüberprüfungen durch Vergleiche zwischen Laboren 26
16.2.3 Leistungsüberprüfungen der Probenvorbereitung 26
16.2.4 Leistungsüberprüfung der allgemeinen Bedingungen im Messlabor 27
16.2.5 Leistungsüberprüfung des EPR-Spektrometers 27
17 Sammlung/Auswahl und Identifizierung von Proben 28
18 Transport und Lagerung von Proben 28
19 Mindestanforderungen an die Dokumentation 28
Literaturhinweise 29

Bilder

Bild 1 — Beispiel eines EPR-Spektrums einer Zahnschmelzpulverprobe (Korngröße 0,1 mm bis 0,6 mm) mit einer im Zahnschmelz Energiedosis von 1 Gy (fette Linie). Die dargestellten Komponenten des BGS (gestrichelte Linie) und des RIS (durchgezogene Linie) sind simulierte Pulverspektren [10] 14
Bild 2 — Graphische Veranschaulichung der Definitionen der Erkennungsgrenze (kritische Amplitude I_{CL}) und kritische Dosis D_{CL}, Erkennungsgrenze der Signalamplitude I_{DL} und der Energiedosis D_{DL} 24

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 13304-2:2020 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 85 „Nuclear energy, nuclear technologies“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 13304-2:2022 durch das Technische Komitee CEN/TC 430 „Kernenergie, Kerntechnik und Strahlenschutz“ übernommen, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 13304-2:2020 wurde von CEN als prEN ISO 13304-2:2022 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 85, *Nuclear energy, nuclear technologies, and radiological protection*, Unterkomitee SC 2, *Radiological protection,* erarbeitet.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 13304 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09

Einleitung

Die paramagnetische Elektronenresonanz (EPR, en: electron paramagnetic resonance) oder Elektronenspinresonanz (ESR) ist ein Ansatz für die retrospektive Dosimetrie der Exposition gegenüber ionisierender Strahlung in allen Situationen, in denen die dosimetrischen Informationen für eine Person möglicherweise unvollständig oder unbekannt sind. Die EPR ist ein Werkzeug zur retrospektiven Bewertung von Dosen, das auch für akute und lang andauernde Expositionen in der Vergangenheit oder in jüngster Zeit relevant ist. Mit der EPR geschätzte Dosen wurden verwendet, um die biologische Wirkung ionisierender Strahlung mit der empfangenen Dosis zu korrelieren, um andere Dosimetrietechniken oder -methoden zu validieren, um Opfer zu behandeln oder um forensische Gutachten für Justizbehörden zu erstellen.

Die EPR-Dosimetrie beruht auf den grundlegenden Eigenschaften ionisierender Strahlung: der Erzeugung ungepaarter Elektronen-Spezies (z. B. Radikale) proportional zur Energiedosis. Mit der EPR-Technik können ungepaarte Elektronen, die ausreichend stabil sind, um nach ihrer Erzeugung beobachtet zu werden, spezifisch und empfindlich nachgewiesen werden. Die Menge der nachweisbaren ungepaarten Elektronen ist proportional zur Gesamtmenge, die erzeugt wurde, und damit zur Energiedosis. Diese Spezies können mit Mikrowellen interagieren, die das EPR-Signal erzeugen, und daher sollte die Beziehung zwischen der Intensität des EPR-Signals und der Strahlendosis bestimmt werden.

Am häufigsten wurde die EPR in der retrospektiven Dosimetrie bei kalzifiziertem Gewebe eingesetzt, insbesondere bei Zahnschmelz. Die EPR-Dosimetrie ist eine der bevorzugten Methoden für die retrospektive Bewertung der Dosen, die der betroffenen Bevölkerung durch die Atomwaffenexposition in Japan, nach dem Unfall in Tschernobyl und durch die Freisetzung radioaktiver Stoffe in der Anlage in Majak im Südural entstanden sind.

Dieses Dokument enthält einen Leitfaden für die Durchführung von ex-vivo-Messungen an menschlichen Zahnschmelzproben mittels X-Band-EPR zur Dosisbewertung unter Verwendung dokumentierter und validierter Verfahren. Es werden die Mindestanforderungen für die Rekonstruktion der Energiedosis in Zahnschmelz beschrieben, indem die technischen Aspekte der Vorbereitung von Zahnschmelzproben, der Aufzeichnung von EPR-Spektren, der Bewertung des strahleninduzierten EPR-Signals, der Umrechnung der EPR-Ausbeute in die Dosis und der Durchführung von Eignungsprüfungen genau festgelegt werden. Die retrospektive Dosisermittlung mittels EPR ist von Bedeutung für die Strahlenwirkungsforschung, die Validierung radioepidemiologischer Dosimetriesysteme, das medizinische Management und medizinische/rechtliche Anforderungen.

Ein Teil der Informationen in diesem Dokument ist auch in anderen internationalen Richtlinien und wissenschaftlichen Veröffentlichungen enthalten, in erste Linie in der Reihe technischer Berichte der Internationalen Atomenergiebehörde (IAEA — International Atomic Energy Agency) zum Einsatz der EPR-Dosimetrie mit Zahnschmelz zur retrospektiven Dosisbewertung, („Use of electron paramagnetic resonance dosimetry with tooth enamel for retrospective dose assessment“ [1]). In diesem Dokument werden allerdings die Mess- und Dosisrekonstruktionsverfahren sowie die Bewertung der Leistung erweitert und standardisiert.

Dieses Dokument entspricht der Norm ISO 13304-1 [2], wobei die spezifischen Anforderungen der X-Band-EPR-Dosimetrie mit menschlichem Zahnschmelz besonders berücksichtigt wurden.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09

1 Anwendungsbereich

Zweck dieses Dokuments ist es, Mindestkriterien für die Qualitätssicherung und -kontrolle sowie die Leistungsbewertung festzulegen und den Vergleich von Messungen zur Abschätzung der Energiedosis zu erleichtern, die in verschiedenen Labors unter Anwendung der ex-vivo-X-Band-EPR-Spektroskopie am menschlichen Zahnschmelz durchgeführt werden.

Dieses Dokument befasst sich mit der Bestimmung der Energiedosis in Zahnschmelz (Hydroxylapatit). Die Berechnung der Dosis für die Organe oder den Körper wird nicht behandelt.

Dieses Dokument behandelt Folgendes:

a) Verantwortlichkeiten des Kunden und Labors;

b) Vertraulichkeit und ethische Betrachtungen;

c) Sicherheitsanforderungen im Labor;

d) die Messeinrichtung;

e) Probenvorbereitung;

f) Messung von Proben und Auswertung von EPR-Signalen;

g) Kalibrieren der EPR-Dosiswirkung;

h) Dosisunsicherheit und Leistungsprüfung;

i) Qualitätssicherung und -kontrolle.

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).

ISO/IEC 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten 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/

ANMERKUNG Die Definitionen der in diesem Dokument verwendeten Begriffe, die sich auf die Strahlungsmessung und -dosimetrie beziehen, sind mit dem ICRU 60 kompatibel [3].

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09

3.1
Luftkerma
K_a
Summe der anfänglichen kinetischen Energien aller geladenen Teilchen, die durch ungeladene ionisierende Strahlung je Masseneinheit Luft freigesetzt werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese Größe wird zum Kalibrieren von Referenz-Photonenstrahlungsfeldern und Referenzgeräten empfohlen [4].

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Einheit der Luftkerma wird in Gray (Gy) angegeben, was 1 J/kg entspricht.

3.2
Energiedosis
D
Menge der auf ein spezifisches Material je Masseeinheit übertragenen ionisierenden Strahlungsenergie

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Einheit der Energiedosis wird in Gray (Gy) angegeben, was 1 J/kg entspricht.

3.3
Untergrundsignal
BGS, en: background signal
Signal im EPR-Spektrum, das nicht durch ionisierende Strahlung erzeugt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Untergrundsignal (BGS) ist nicht gleichbedeutend mit der Signalkomponente des *strahlungsinduzierten Signals (RIS, en: radiation induced signal)* (3.25), das durch die Untergrundstrahlung der Umgebung erzeugt wird.

3.4
Bias
systematische Abweichung
Abweichung der Ergebnisse oder Interferenzen vom wahren Wert und von der Schätzfunktion

3.5
Kalibrierkurve
mathematische Beschreibung der Dosiswirkungs-Beziehung, die sich aus der in-vitro-Bestrahlung (3.16) von Zahnschmelzproben mit bekannten Dosen ergibt

3.6
Konfidenzintervall
Bereich, in dem der wahre Wert einer statistischen Größe liegt, wenn ein Wert für die Wahrscheinlichkeit angegeben ist

3.7
Erkennungsgrenze
kritischer Wert einer Messgröße zur Quantifizierung der Energiedosis (3.2) in einer Probe, bei dessen Überschreitung eine Exposition festgestellt werden kann

3.8
Nachweisgrenze
kleinster wahrer Wert einer Messgröße zur Quantifizierung der Energiedosis (3.2) in einer Probe, ab dem eine Bestrahlung mit einer bestimmten Wahrscheinlichkeit festgestellt werden kann

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09

3.9
paramagnetische Elektronenresonanz
EPR, en: electron paramagnetic resonance
Elektronenspinresonanz
ESR, en: electron spin resonance
Magnetresonanztechnik zum Nachweis des Nettospins (magnetisches Moment) der ungepaarten Elektronen paramagnetischer Zentren (3.22) in der Materie

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Begriffe EPR und ESR sind gleichwertig und werden häufig verwendet. Gelegentlich wird auch der Begriff Elektronenmagnetresonanz (EMR) verwendet, da er der Kernspinresonanz (NMR) entspricht.

3.10
EPR-Spitze-zu-Spitze-Linienbreite
ΔB_{pp}
Differenz der angelegten Magnetfeldwerte zwischen dem Minimum und dem Maximum der ersten Ableitung eines einzelnen EPR-Signals

3.11
EPR-Signal
erste Ableitung der Mikrowellenabsorption der paramagnetischen Elektronenresonanz eines spezifischen paramagnetischen Zentrums (3.22), gemessen als Funktion des angelegten Magnetfelds

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Fläche unter der Absorptionskurve ist proportional zur Anzahl der ungepaarten Spins des paramagnetischen Zentrums. Die Anzahl der Spins ist daher proportional zum Doppelintegral des EPR-Signals (EPR-Signalintensität) oder dem Produkt aus EPR-Signalamplitude und dem Quadrat der EPR-Spitze-zu-Spitze-Linienbreite.

3.12
EPR-Signalamplitude
A
Spitze-zu-Spitze-Amplitude des EPR-Signals (3.11)

3.13
EPR-Signalintensität
I
Größe, die proportional zur Menge der paramagnetischen Zentren ist, die das EPR-Signal (3.11) erzeugen

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Signalintensität kann durch numerische Doppelintegration des EPR-Signals durch die Ausdehnung des Signals entlang des Magnetfeldes bewertet werden. Die Signalintensität eines spezifischen paramagnetischen Zentrums kann auch durch Vergleich mit einem Referenzspektrum des spezifischen Zentrums mit Hilfe der Methode der kleinsten Quadrate bewertet werden. Das Referenzspektrum kann durch Messung einer Probe einschließlich des spezifischen paramagnetischen Zentrums oder durch mathematische Simulation des Spektrums ermittelt werden.

3.14
EPR-Spektrometer
Gerät zur Messung der resonanten Absorption von elektromagnetischer Energie (Mikrowellen), die aus dem Übergang des Spins ungepaarter Elektronen zwischen verschiedenen Energieniveaus resultiert, bei Anwendung von Mikrowellenfrequenzen auf eine paramagnetische Substanz in Anwesenheit eines Magnetfelds

3.15
Anpassung des EPR-Spektrums
Kurvenanpassung nach der Methode der kleinsten Quadrate eines EPR-Spektrums unter Verwendung eines Satzes von Referenz-EPR-Spektren spezifischer paramagnetischer Zentren

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09

3.16
in-vitro-Bestrahlung/Messung
die Bestrahlung/Messung von Zahnschmelzproben außerhalb des menschlichen Körpers

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Begriff ex-vivo-Dosimetrie bezieht sich auf Proben, die in vitro gemessen, aber im menschlichen Körper bestrahlt wurden.

3.17
lineares Energieübertragungsvermögen
LET
dE/dl
Quotient aus dE/dl, nach der Definition der International Commission on Radiation Units and Measurements (ICRU), wobei dE die durchschnittliche Energie ist, die ein geladenes Teilchen mit einer bestimmten Energie bei der Durchquerung einer Strecke von dl lokal in das Medium einbringt

3.18
Magnetfeld
B
magnetische Flussdichte (Induktion)

Anmerkung 1 zum Begriff: Die SI-Einheit Tesla (T) hat das Gauss (G) ersetzt. 1 T = 10 000 G.

3.19
Mikrowellenbrücke
Gerät zur Erzeugung von Mikrowellen, die dem Mikrowellenresonator zugeführt werden, und zum Nachweis von Mikrowellen, die am Resonator reflektiert wurden

3.20
Mikrowellenresonator
Resonator für elektromagnetische Wellen, bestehend aus einem Metallgehäuse mit geeigneten Maßen, das die elektromagnetischen Felder im Mikrowellenbereich einschließt und die Bildung von stehenden Wellen ermöglicht

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei der EPR-Messung befindet sich die Probe im Inneren des Mikrowellenresonators. Der Begriff Mikrowellenhohlraum ist gleichbedeutend mit Mikrowellenresonator.

3.21
Arbeitsvolumen des Mikrowellenresonators
Volumen im Inneren des Resonators, das sich entlang der vertikalen Resonatorachse um das Zentrum herum erstreckt und in dem die lokale Empfindlichkeit um nicht mehr als 25 % gegenüber der maximalen Empfindlichkeit im Zentrum abnimmt

3.22
paramagnetisches Zentrum
Spezies mit ungepaartem(n) Elektron(en)

Anmerkung 1 zum Begriff: Gepaarte Elektronen haben den gleichen Quantenzustand, aber eine entgegengesetzte Spinausrichtung; ungepaarte Elektronen haben keinen „Partner“ mit dem entgegengesetzten Spin. Befindet sich der ungepaarte Spin an einem Molekül, wird es als Radikal bezeichnet; befindet sich das ungepaarte Elektron in einem Festkörper, wird es als Elektronenzentrum oder Elektronendefektzentrum (Loch) bezeichnet.

3.23
Qualitätssicherung
geplante und systematische Maßnahmen, die notwendig sind, um mit angemessener Zuverlässigkeit sagen zu können, dass ein Prozess, eine Messung oder eine Dienstleistung den gegebenen Anforderungen an die Qualität entspricht

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09

3.24
Qualitätskontrolle
geplante und systematische Maßnahmen zur Überprüfung der Konformität von Systemen und Komponenten mit vorgegebenen Anforderungen

3.25
strahleninduziertes Signal
RIS, en: radiation induced signal
EPR-Signal (3.11), das sich aus paramagnetischen Zentren (3.22) ergibt, die durch ionisierende Strahlung erzeugt werden

3.26
Referenzspektrum
EPR-Einheitsspektrum eines bestimmten paramagnetischen Zentrums (3.22), das zur Bewertung der Intensität des EPR-Spektrums dieses Zentrums in einer untersuchten Probe verwendet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Einheitsspektrum wird aus EPR-Messungen an einer Probe, die das spezifische paramagnetische Zentrum enthält, oder durch mathematische Simulation rekonstruiert.

3.27
retrospektive Dosimetrie
Dosimetrie zur Bewertung der von früheren Expositionen stammenden Dosis

3.28
Standardprobe
Probe zur Überprüfung der Leistungsstabilität des EPR-Spektrometers

Anmerkung 1 zum Begriff: Das EPR-Signal der Standardprobe muss stabil sein, um reproduzierbare Messungen über längere Zeiträume zu ermöglichen.

3.29
Zahnschmelz-Kalibrierproben
aus ganzen Zähnen hergestellte Zahnschmelzpulverproben, die in vitro definierten Energiedosen (3.2) ausgesetzt wurden, oder von nicht exponierten Zähnen mit in-vitro-Exposition des Pulvers zum Kalibrieren der RIS-Dosiswirkung

4 Geräte

4.1 Spezifikationen für EPR-Spektrometer

Die vom Hersteller des Geräts angegebenen Spezifikationen beinhalten

a) Empfindlichkeit,

b) Frequenz- und Leistungsbereich der anwendbaren Mikrowellen,

c) Bereich und Stabilität, Scanbereich und räumliche Homogenität des anwendbaren Magnetfeldes,

d) Amplitude und Frequenz der Magnetfeldmodulation und

e) unbelasteter Qualitätsfaktor (Q-Wert) des Mikrowellenresonators.

4.2 Empfindlichkeit des Spektrometers

Kommerzielle X-Band-EPR-Spektrometer haben in der Regel eine Empfindlichkeit (angegeben durch die minimale nachweisbare Spinanzahl/Signalhalbwertsbreite) von weniger als 1×10^{14} Spins/T [5]. Dies entspricht

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09

der Menge an CO_2-Radikalen, die in 100 mg Zahnschmelz durch eine Strahlungsenergiedosis von weniger als 1 mGy erzeugt wird [6].

4.3 Mikrowellenbrücke

Die Frequenzen der Mikrowellen, die von X-Band-Mikrowellenbrücken verschiedener Lieferanten bereitgestellt werden, liegen je nach Art der angebrachten Mikrowellenresonatoren im Bereich von 9 GHz bis 10 GHz. Es wird eine Mikrowellenbrücke mit automatischer Frequenzregelung (AFC, en: auto frequency control) empfohlen. Die maximale Leistung von Mikrowellenbrücken liegt typischerweise im Bereich von 100 mW bis 200 mW. Für die EPR-Messung von Zahnschmelz sollte die Mikrowellenbrücke eine Mikrowellenleistung von 0,5 mW bis 25 mW bereitstellen können [7].

4.4 Magnetfeld

Für die Messung von Zahnschmelz sollte das statische Magnetfeld (Zentrumsfeld) auf einen Wert eingestellt werden, der einem Landé-Faktor von g = 2,00 (350 mT bei einer Mikrowellenfrequenz von 9,8 GHz) entspricht. Typische Werte für den Magnetfeldscan reichen von 5 mT bis 10 mT [1][7].

Die Auflösung des angelegten Magnetfeldes, seine zeitliche Stabilität und die Homogenität des Probenvolumens bestimmen den maximalen Grad der EPR-Signalverzerrung (Variation der Signallinienbreite). Bei modernen EPR-Spektrometern sind die Werte für die Feldauflösung, die Stabilität je Stunde und die Homogenität über das Probenvolumen alle besser als 5 µT. Daher kann eine EPR-Linie mit einer Breite von 0,5 mT, wie z. B. die $g_{\perp}$ EPR-Signalkomponente des CO_2-Radikals im Zahnschmelz, mit einer Verzerrung von weniger als 1 % für mehrere Messungen innerhalb einer Stunde aufgezeichnet werden.

Es gibt EPR-Spektrometer mit maximalen Werten der Feldmodulationsfrequenz von 50 kHz oder 100 kHz. Für die Messung von Zahnschmelz sollte die maximal verfügbare Modulationsfrequenz mit typischen Werten der Feldmodulationsamplituden im Bereich von 0,15 mT bis 0,5 mT verwendet werden [1][7].

4.5 Mikrowellenresonator

Ein Mikrowellenresonator wird durch seine Resonanzfrequenz und den unbelasteten Qualitätsfaktor Q, ($2\pi \cdot$ gespeicherte/verlorene magnetische Energie) charakterisiert, der linear zur Spektrometerempfindlichkeit beiträgt. Für die Messung von Zahnschmelz liegen die typischen unbelasteten Q-Werte von Resonatoren im Bereich von 2 000 bis 10 000[8].

Die Kopplung von Mikrowellenleistung in den Resonator muss vor Beginn jeder Messung eingestellt werden.

ANMERKUNG Resonatoren mit hohem Q, die dielektrische Materialien enthalten, können zu zusätzlichen intrinsischen Signalen führen. Nachteilige Auswirkungen der zusätzlichen Signale auf das RIS können durch Subtraktion eines gemessenen Leerröhrenspektrums vom Probenspektrum vor der Dosisbewertung verringert werden.

5 Vorbereitung von Zahnschmelzproben

5.1 Allgemeines

Für die Dosimetrie sollte der Zahnschmelz als Pulverproben vorbereitet werden. Für die Analyse von Proben mit vermuteter in-vivo-Exposition müssen dieselben Vorbereitungsbedingungen verwendet werden wie für Proben mit in-vitro-Exposition, die zur Erstellung einer Kalibrierkurve verwendet werden.

Das genaue Protokoll für die Vorbereitung von Zahnschmelzpulverproben muss von jedem Labor unter Berücksichtigung der nachstehend aufgeführten Aspekte festgelegt werden [1]:

a) Die Zähne sollten nach der Extraktion sterilisiert worden sein (siehe 13.5), um eine Infektion des Bedienpersonals zu vermeiden.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09

b) Vor dem Schneiden der Krone sollten Fettanhaftungen entfernt werden (z. B. mit Aceton), und wenn trockene Zähne verwendet werden, sollten sie mindestens einen Tag lang in deionisiertem Wasser eingeweicht werden, um das Dentin aufzuweichen.

c) Alle Schneid- und Bohrarbeiten sollten mit niedriger Drehzahl und/oder Wasserkühlung durchgeführt werden, um Überhitzung zu vermeiden, die zusätzliche EPR-Signale erzeugen kann.

d) Abschneiden der Wurzel mit einem rotierenden zahnmedizinischen Sägeblatt und Entfernen der kranken (dunklen) Teile von der Kronenoberfläche mit einem zahnmedizinischen Bohrer. Dunkle Teile können zusätzliche EPR-Signale aufweisen.

e) Optionales Waschen der Krone (z. B. mit 0,1 mol/l Na_2-EDTA-Lösung), um mögliche Metallkontaminationen auf der Kronenoberfläche zu entfernen.

f) Das Dentin muss entfernt werden, entweder durch Bohren oder durch Einweichen und Denaturierung im Ultraschallbad mit wässriger Alkalilösung (5 mol/l bis 10 mol/l NaOH oder 2 mol/l KOH), gefolgt von einer weiteren Entfernung mit einem Bohrer. Dentinreste verringern die Genauigkeit der EPR-Messung.

g) Zahnschmelzfragmente sollten mit Mörser und Stößel pulverisiert werden, um die Anisotropie der EPR-Spektren zu verringern.

h) Optionales Ätzen der Zahnschmelzkörner, z. B. mit 20%iger Essigsäure (Volumenanteil) zur Beseitigung möglicher, durch das Schleifen entstandener Oberflächenfehler.

i) Um Wasser aus den Proben zu entfernen, sollten die Körner vor dem Trocknen mit Ethanol gewaschen werden. Wasserrückstände in der Probe verringern die Empfindlichkeit der EPR-Messung.

j) Auswahl von Proben mit einem bestimmten Korngrößenbereich durch Sieben (siehe 5.2).

k) Lagerung der Proben in Probenbehältern im Dunkeln bei Raumtemperatur, um UV-erzeugte EPR-Signale zu vermeiden.

l) Nach der Bestrahlung und vor der ersten EPR-Messung müssen die Proben 15 Tage lang bei Raumtemperatur, 10 Stunden lang bei 60 °C oder 2 Stunden lang bei (90-95) °C gelagert werden, um vorübergehende EPR-Signale, die während der Bestrahlung entstehen, zu eliminieren [1][9].

ANMERKUNG Die Behandlung der Zahnkrone mit wässriger alkalischer Lösung verbessert die Sichtbarkeit der Grenzfläche zwischen Zahnschmelz und Dentin und erleichtert das Entfernen des Dentins.

5.2 Anwendbare Korngröße

Zahnschmelzpulverproben werden in der Regel mit einer Korngröße von 0,1 mm bis 1 mm hergestellt.

Die Korngröße sollte größer als 0,2 mm sein, wenn die additive Dosismethode zur Dosiskalibrierung verwendet wird oder die Kalibrierkurve durch in-vitro-Bestrahlung von Pulverproben rekonstruiert wird (siehe Abschnitt 8).

ANMERKUNG Der typischerweise verwendete Bereich der Korngröße wurde als Kompromiss zwischen abnehmender Isotropie und zunehmender Intensität des CO_2-EPR-Signals mit zunehmender Korngröße betrachtet [1]. Die Korngrößenverteilung wird konstant gehalten, um die Variation in der Packungsdichte des Zahnschmelzpulvers und damit in der EPR-Signalintensität zu minimieren.

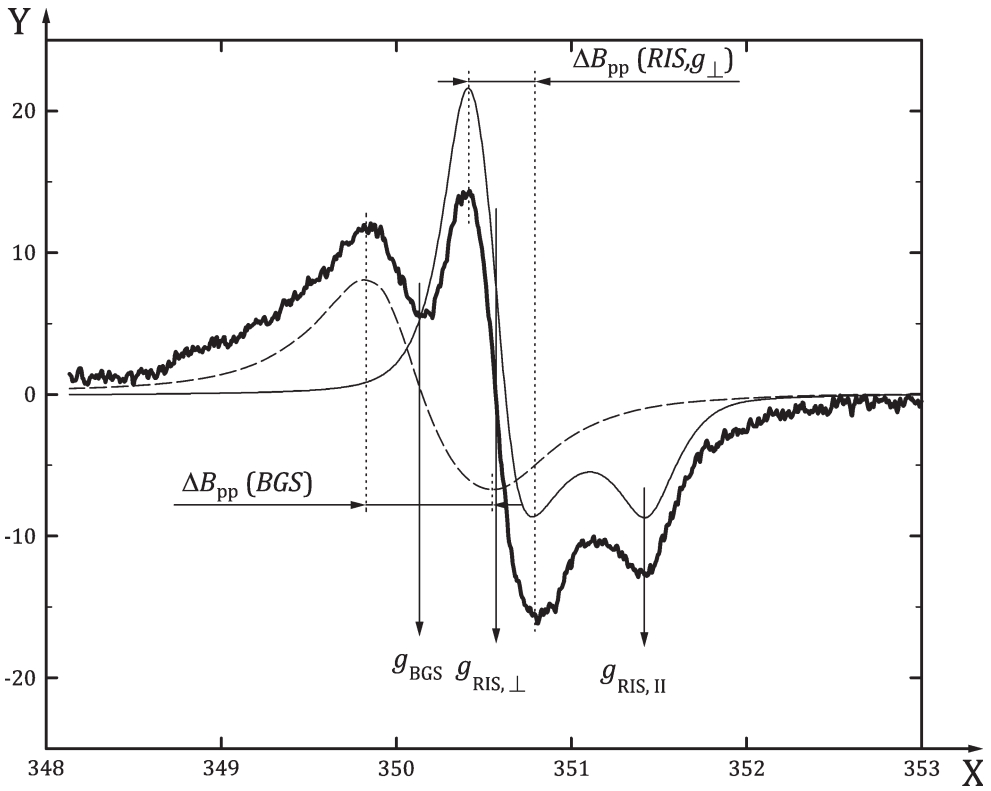
AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09

6 Messung des EPR-Spektrums

6.1 Beschreibung des Spektrums

Das EPR-Spektrum von bestrahltem Zahnschmelz besteht in erster Näherung aus zwei Hauptkomponenten – dem Hintergrundsignal (BGS) und dem strahlungsinduzierten Signal (RIS). Diese Signale überlagern sich (siehe Bild 1). Das asymmetrische RIS mit $g_{\perp}$ = 2,001 8 und $g_{||}$ = 1,997 1 (Signalmaximum bei g = 2,003 2 und Signalminimum bei g = 1,997 1) ist von stabilen CO_2-Radikalen abgeleitet. Die Spitze-zu-Spitze-Linienbreite ΔB_{pp} (RIS,$g_{\perp}$) der $g_{\perp}$-Signalkomponente beträgt 0,5 mT. Die Spitze-zu-Spitze-Linienbreite ΔB_{pp}(BGS) des BGS bei g = 2,004 6 beträgt 0,9 mT. Die Intensität des RIS ist proportional zur Strahlungsenergiedosis und wird zur Dosisbestimmung verwendet.



Legende

X Magnetfeld, B [mT]
Y EPR-Absorption/dB, [a.u.]

Bild 1 — Beispiel eines EPR-Spektrums einer Zahnschmelzpulverprobe (Korngröße 0,1 mm bis 0,6 mm) mit einer im Zahnschmelz Energiedosis von 1 Gy (fette Linie). Die dargestellten Komponenten des BGS (gestrichelte Linie) und des RIS (durchgezogene Linie) sind simulierte Pulverspektren [10]

6.2 Anwendbare Messparameter und -bedingungen

6.2.1 Allgemeines

Die EPR-Messungen müssen bei Raumtemperatur durchgeführt werden. Die gewählten Werte der nachstehend aufgeführten Messparameter und -bedingungen müssen für alle Messungen, die zur Analyse von Proben mit vermuteter in-vivo-Exposition verwendet werden, ebenso beibehalten werden wie für Proben mit in-vitro-Exposition, die zum Kalibrieren des EPR-Signals zur Energiedosis verwendet werden.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13304-2:2022-09