E DIN EN 18054:2024-03 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2024-02-16

Lebensmittelauthentizität - Bestimmung von C- und/oder N-Isotopenverhältnissen in Lebensmitteln mittels Elementaranalyse mit Isotopenverhältnis-Massenspektrometrie (EA-IRMS); Deutsche und Englische Fassung prEN 18054:2024

Food authenticity - Determination of C and/or N isotope ratios in food by Elemental Analyser - Isotope Ratio Mass Spectrometry (EA-IRMS); German and English version prEN 18054:2024

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	6
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich.....	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Kurzbeschreibung.....	10
4.1 Allgemeines.....	10
4.2 Einführung der Probe	10
4.3 Flash-Verbrennung und Reduktion.....	10
4.3.1 Allgemeines.....	10
4.3.2 Anorganischer Stickstoff.....	11
4.4 Gastrennung.....	11
4.5 Messung mit Massenspektrometer.....	11
4.6 Korrekturen der anfänglichen Isotopen-Delta-Werte	12
4.7 Normierung.....	12
5 Reagenzien	12
6 Prüfeinrichtung.....	13
7 Durchführung	14
7.1 Voraussetzungen	14
7.2 Probenvorbereitung.....	14
7.3 Sequenzplanung.....	15
7.4 Prüfungen des Messgeräts.....	15
7.4.1 Allgemeines.....	15
7.4.2 Hintergründe	15
7.4.3 Stabilität des Arbeitsgases	15
7.4.4 Linearität (Änderung der Amplitude in Abhängigkeit vom gemessenen Isotopen-Delta-Werts) des Arbeits-/Flaschengases.....	16
7.4.5 Kalibrierung des „Magnetsprungs“ (nur bei Dual-Isotopen-Delta-Messungen).....	16
7.5 Instrumentelles Verfahren.....	16
7.6 Datenverarbeitung.....	17
7.6.1 Allgemeines.....	17
7.6.2 Zurückweisung von einzelnen Durchläufen innerhalb einer Sequenz.....	17
7.6.3 Aufzuzeichnende Daten.....	17
7.6.4 Bewertung von und Korrekturen an rohen Isotopen-Delta-Werten	18
7.6.5 Zurückweisung von einzelnen Proben innerhalb einer Sequenz.....	20
7.6.6 Zurückweisung ganzer Sequenzen	20
8 Präzision	21

8.1	Allgemeines.....	21
8.2	Wiederholpräzision.....	21
8.3	Vergleichpräzision.....	22
8.4	Unsicherheit.....	23
Anhang A (informativ) Ringversuch-Verfahrensvalidierung.....		24
A.1	Untersuchungsplan und Verfahrensleistung	24
A.2	Datenverarbeitung	24
A.3	Ergebnisse für $\delta^{13}\text{C}_{\text{VPDB}}$	24
A.4	Ergebnisse für $\delta^{15}\text{N}_{\text{Air-N}_2}$	27
Anhang B (informativ) Beispiel für die Datenverarbeitung		30
B.1	Allgemeines.....	30
B.2	Anforderungen.....	30
B.3	Beschreibung.....	30
B.4	Prüfdatensatz	30
B.5	Überprüfung der Ausgangsdaten.....	32
B.5.1	Unzureichende Chromatographie	32
B.5.2	Peak-Fläche	32
B.5.3	Differenz im Isotopen-Delta-Wert der Parallelprobe	33
B.6	Datenverarbeitung	33
B.6.1	Allgemeines.....	33
B.6.2	Eingabe von Daten	33
B.6.3	Korrektur der Blindprobe.....	33
B.6.4	Korrektur der Masse/Linearität	34
B.6.5	Korrektur von Memory/Carryover	34
B.6.6	Korrektur der Drift.....	34
B.6.7	Normierung.....	35
B.7	Beispielergebnisse.....	35
Literaturhinweise		36
Bilder		
Bild A.1	— Standardabweichungen der Wiederholpräzision und Vergleichpräzision des Kohlenstoff-Isotopen-Delta-Werts gegen den Massenanteil des Kohlenstoffs, in Prozent ...	27
Bild A.2	— Standardabweichungen der Wiederholpräzision und Vergleichpräzision des Stickstoff-Isotopen-Delta-Werts gegen den Massenanteil des Stickstoffs, in Prozent	29
Tabellen		
Tabelle 1	— Massenanteile und Wiederholpräzision von Isotopen-Delta-Werten für Kohlenstoff und Stickstoff aus exemplarischen Lebensmittelmatrices, die in die Ringversuch-Verfahrensvalidierung einbezogen wurden	21
Tabelle 2	— Massenanteile und Vergleichpräzision von Isotopen-Delta-Werten für Kohlenstoff und Stickstoff aus exemplarischen Lebensmittelmatrices, die in die Ringversuch-Verfahrensvalidierung einbezogen wurden	22
Tabelle A.1	— Ergebnisse der Ringversuch-Verfahrensvalidierung für Kohlenstoff-Isotopen-Delta-Werte	25
Tabelle A.2	— Ergebnisse der Ringversuch-Verfahrensvalidierung für Stickstoff-Isotopen-Delta-Werte	28
Tabelle B.1	— Prüfdatensatz	31