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 $\delta^{13}C_{VPDB}$ ... 24
A.4 Ergebnisse für $\delta^{15}N_{Air\text{-}N2}$ ... 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