

DIN EN 13708



ICS 67.050

Entwurf

Einsprüche bis 2019-12-18
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 13708:2002-01

**Lebensmittel –
ESR-spektroskopischer Nachweis von bestrahlten Lebensmitteln, die
kristallinen Zucker enthalten;
Deutsche und Englische Fassung prEN 13708:2019**

Foodstuffs –

Detection of irradiated food containing crystalline sugar by ESR spectroscopy;
German and English version prEN 13708:2019

Produits alimentaires –

Détection par spectroscopie de Résonance Paramagnétique Electronique d'aliments ionisés
contenant des sucres cristallisés;
Version allemande et anglaise prEN 13708:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-10-18 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 24 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 13708:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik - Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-01-02 AA „Bestrahlte Lebensmittel“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

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.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 13708:2002-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) in Abschnitt 8 „Grenzen des Verfahrens“ wurde der Hinweis aufgenommen, dass der Anwendungsbereich dieser Norm nicht für reinen, gemahlenen kristallinen Zucker gilt;
- b) Norm redaktionell überarbeitet und den derzeit gültigen Gestaltungsregeln angepasst.

Lebensmittel — ESR-spektroskopischer Nachweis von bestrahlten Lebensmitteln, die kristallinen Zucker enthalten

*Produits alimentaires — Détection par spectroscopie de Résonance Paramagnétique Electronique d'aliments ionisés
contenant des sucres cristallisés*

Foodstuffs — Detection of irradiated food containing crystalline sugar by ESR spectroscopy

ICS:

Deskriptoren

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

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Prinzip	4
5 Geräte und Hilfsmittel	4
6 Durchführung	5
7 Auswertung	6
8 Grenzen des Verfahrens	7
9 Validierung	8
10 Untersuchungsbericht	9
Anhang A (normativ) Bilder	10
Literaturhinweise	11

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 13708:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik - Horizontale Verfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 13708:2001 ersetzen.

Die Änderung im Vergleich zu dieser 2001 veröffentlichten Version besteht darin, dass Abschnitt 8 (letzter Absatz) nun den Hinweis enthält, dass diese Norm nicht auf reinen, gemahlenen kristallinen Zucker anwendbar ist.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zum Nachweis von mit ionisierender Strahlung behandelten Lebensmitteln, die kristallinen Zucker enthalten, fest. In diesem Verfahren wird das ESR-(Elektronen-Spin-Resonanz-) oder EPR-(Elektronen-Paramagnetische-Resonanz-)Spektrum des Lebensmittels analysiert, siehe [1] bis [7].

Dieses Verfahren wurde im Ringversuch erfolgreich an getrockneten Feigen, getrockneten Mangos, getrockneten Papayas und Rosinen geprüft, siehe [1] bis [3].

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

3 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

4 Prinzip

Mit der ESR-Spektroskopie werden paramagnetische Zentren (z. B. Radikale) nachgewiesen. Sie sind entweder auf die Bestrahlung oder auf andere Verbindungen zurückzuführen. Ein starkes externes Magnetfeld erzeugt eine Differenz zwischen den Energieniveaus der Elektronenspins $m_s = +1/2$ und $m_s = -1/2$. Dies führt zu einer Resonanzabsorption der einstrahlenden Mikrowelle im Spektrometer. ESR-Spektren werden üblicherweise als erste Ableitung des Absorptionssignals in Abhängigkeit von der angewandten Magnetfeldstärke dargestellt.

Die Werte der Magnetfeldstärke und der Mikrowellenfrequenz hängen von der experimentellen Anordnung (Probengröße und Probenhalterung) ab, während ihr Verhältnis, der g -Wert, eine charakteristische Größe des paramagnetischen Zentrums und seiner Umgebung ist. Weitere Informationen, siehe [1] bis [7].

Durch die Einwirkung ionisierender Strahlen werden Radikale erzeugt, die in harten und trockenen Bestandteilen des Lebensmittels nachgewiesen werden können. Die Intensität des erhaltenen Signals steigt in Abhängigkeit von der Konzentration der paramagnetischen Verbindungen und deshalb auch mit der angewandten Dosis.

5 Geräte und Hilfsmittel

Übliche Laborausrüstung und insbesondere Folgendes:

5.1 ESR-Spektrometer (handelsüblich)

mit Magnet, Mikrowellenbrücke, Bedienungskonsole mit Feldsteuerung und Signalkanal sowie einem rechteckigen- oder zylindrischen Resonator

5.2 g-Wert-Messeinrichtung

mit Frequenzzähler und Magnetfeldmesseinheit (Kernresonanzspektroskopie-(NMR-)Gaußmeter). Alternativ können auch andere geräteinterne g-Wert-Messeinheiten verwendet werden.

5.3 ESR-Küvetten,

Innendurchmesser etwa 4,0 mm (z. B. Suprasil®¹-Quarzküvetten)

5.4 Analysenwaage,

geeignet zum Wägen auf ± 1 mg (wahlweise)

5.5 Unterdruck-Wärmeschrank oder Gefriertrockner

5.6 Skalpell

6 Durchführung

6.1 Probenvorbereitung

Probenstücke geeigneter Größe (50 mg bis 100 mg) werden, z. B. mit einem Skalpell, von der Frucht entnommen. Das Mahlen der Proben ist zu vermeiden.

ANMERKUNG Verschiedene Teile der Frucht können unterschiedliche Gehalte an kristallinem Zucker enthalten. Es kann vorteilhaft sein, die Untersuchungsprobe aus dem äußeren Bereich der Früchte zu entnehmen.

Die Einwaage wird direkt in die ESR-Küvette (3.3) überführt und die Messung begonnen.

Wenn die Probe nicht ausreichend getrocknet wurde, können Schwierigkeiten bei der Abstimmung des Spektrometerresonators auftreten. In diesem Fall ist entweder die Probenmenge zu reduzieren oder die Probe weiter zu trocknen. Die Proben sollten in einem Wärmeschrank bei etwa 40° C und reduziertem Druck oder im Gefriertrockner getrocknet werden.

WARNUNG — Zu starkes Aufheizen kann zu einer Erniedrigung des Signals führen.

6.2 ESR-Spektroskopie

6.2.1 Geräteparameter

Zeitkonstante und Aufnahmegeschwindigkeit (Sweep Rate) werden so gewählt, dass sie für ein ESR-Signal mit einer Peak-to-peak-Linienbreite von 0,2 mT bis 0,4 mT geeignet sind. Die nachstehend beispielhaft aufgeführten ESR-Spektrometereinstellungen erwiesen sich dabei als geeignet:

Mikrowellenstrahlung: 9,78 GHz², Leistung 5 mW;

Magnetfeld: 348 mT Zentrum², 10,0 mT bis 20,0 mT Aufnahmebreite;

Signalkanal: 50 kHz oder 100 kHz Modulationsfrequenz;

1 Suprasil® ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Information dient lediglich zur Unterrichtung der Anwender dieser Europäischen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieses Produktes durch CEN.

2 Diese Werte beziehen sich auf die angegebene Mikrowellenfrequenz und das angegebene Magnetfeld; ist die Frequenz höher (niedriger), so ist die entsprechende Magnetfeldstärke größer (kleiner).

0,15 mT bis 0,4 mT Modulationsamplitude;

100 ms bis 200 ms Zeitkonstante³;

Aufnahmegeschwindigkeit 5 mT min⁻¹ bis 10 mT min⁻¹;

Alternativ kann die Messung durch Akkumulation von 3 bis 5 Spektren mit größerer Aufnahmegeschwindigkeit und kleinerer Zeitkonstante durchgeführt werden;

Verstärkung: zwischen 10⁴ und 10⁶;

Temperatur: Umgebungstemperatur.

6.2.2 Probenmessung

Die Untersuchung der nach 6.1 vorbereiteten Proben wird in einer ESR-Küvette (5.3) durchgeführt.

7 Auswertung

7.1 Identifizierung von bestrahlten Proben

7.1.1 Allgemeines

Bestrahlte Lebensmittel, die kristallinen Zucker enthalten, zeigen komplexe ESR-Spektren, die auf strahlungsspezifische Radikale hinweisen. Getrocknete Früchte enthalten häufig Zuckerkristalle, die zu einem solchen typischen komplexen ESR-Spektrum führen, das auf eine Strahlenbehandlung hinweist (siehe Anhang A). Aufgrund verschiedener Mono- und Disaccharide und wegen unterschiedlicher Saccharidzusammensetzung können verschiedene ESR-Spektren auftreten.

Andere bestrahlte zuckerhaltige Lebensmittel führen zu ähnlich strukturierten ESR-Spektren. Da das gesamte Spektrum von der Zusammensetzung der Radikale und dem Kristallisationsgrad der Mono- und Disaccharide in der Probe abhängt, treten unterschiedliche Spektralcharakteristiken auf.

Die Positionierung einer monokristallinen Probe im Resonator kann die relativen Intensitäten der ESR-Signale und somit die Form des Spektrums beeinflussen. Die meisten Trockenfrüchte ergeben auf Grund des zufällig angeordneten mikrokristallinen Zuckers in der Probe ein pulvertypisches Spektrum. Dies führt zu breiteren Linien und Signalformen, die weniger stark von der Ausrichtung der Probe abhängig sind. Typische Spektren sind in 6.1.2 und 6.1.3 beschrieben und in den in Bild A.2 und Bild A.4 wiedergegeben. Wenn ähnliche Spektren beobachtet werden, kann die Probe als bestrahlt identifiziert werden.

7.1.2 Bestrahlte getrocknete Mangos und getrocknete Papayas

Ein ESR-Spektrum wie in Bild A.2 mit den folgenden Eigenschaften ist für bestrahlte getrocknete Mangos und getrocknete Papayas typisch:

Gesamtspektrenbreite: 7,4 mT bis 7,8 mT

g-Wert (Zentrum des Spektrums): $2,003\,5 \pm 0,001\,0$

³ Diese Werte gelten für die angegebene Aufnahmegeschwindigkeit.