

E DIN EN ISO 18862:2024-09 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2024-08-16

Kaffee und Kaffee-Erzeugnisse - Bestimmung von Acrylamid - Verfahren mittels HPLC-MS/MS und mittels GC-MS nach Derivatisierung (ISO/DIS 18862:2024); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 18862:2024

Coffee and coffee products - Determination of acrylamide - Methods using HPLC-MS/MS and GC-MS after derivatization (ISO/DIS 18862:2024); German and English version prEN ISO 18862:2024

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	8
Vorwort.....	9
Einleitung.....	10
1 Anwendungsbereich.....	10
2 Normative Verweisungen.....	10
3 Begriffe.....	10
4 Kurzbeschreibung.....	10
5 Reagenzien.....	10
6 Geräte.....	12
7 Probenahme.....	13
8 Durchführung.....	13
8.1 Allgemeines.....	13
8.2 Bereitung des Probeextraktes.....	14
8.3 Reinigung des Extraktes.....	14
8.3.1 Carrez-Klärung.....	14
8.3.2 Festphasen-Extraktion.....	14
8.4 Messung mit HPLC-MS/MS.....	15
8.4.1 Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC).....	15
8.4.2 Identifizierung und Quantifizierung mittels Massenspektrometrie (HPLC-MS/MS).....	15
8.5 Messung mit GC-MS.....	15
8.5.1 Derivatisierung und Probenvorbereitung zur Gaschromatographie.....	15
8.5.2 Gas-Chromatographie.....	16
8.5.3 Identifizierung und Quantifizierung mittels Massenspektrometrie.....	16
9 Kalibrierung.....	17
9.1 Allgemeine Hinweise.....	17
9.2 Bestimmung der Linearität und Festlegung des Arbeitsbereichs.....	17
9.3 Kalibrierung mit der Lösung des Internen Standards.....	17
9.4 Bestimmung der laborinternen Wiederfindung.....	17
10 Auswertung.....	18
10.1 Identifizierungskriterien.....	18
10.2 Berechnung und Endergebnisse.....	18
11 Präzisionsdaten.....	19
11.1 Allgemeines.....	19
11.2 Wiederholpräzision.....	19
11.3 Vergleichpräzision.....	19

11.4	Wiederfindungsrate	19
12	Messunsicherheit	19
13	Prüfbericht	19
Anhang A (informativ) Verfahrenskenndaten		21
Anhang B (informativ) Beispiele für Absorbermaterialien		22
Anhang C (informativ) Beispiele für Trennsäulen und Analysebedingungen		23
C.1	Prinzipiell geeignete chromatographische Trennsäulen.....	23
C.2	Beispielmethode und ungefähre Retentionszeit für die HPLC-MS/MS	24
C.2.1	Beispiel A	24
C.2.2	Beispiel B	24
C.3	Beispiel für angemessene Bedingungen und ungefähre Retentionszeit für die GC-MS-Analyse	25
C.4	Beispielchromatogramme für die HPLC-MS/MS	25
C.5	Beispielchromatogramm für die GC-MS.....	28
Anhang D (informativ) Beispiele für die Probenvorbereitung und chromatographische Bedingungen bei der LC-MS/MS		30
Literaturhinweise		36

Bilder

Bild C.1	— D3-Acrylamid	26
Bild C.2	— Acrylamid, nativ	27
Bild C.3	— Totalionenchromatogramm (Scan-Modus)	28
Bild C.4	— Extrahiertes Ion, Masse 149 (Quantifier-Ion)	29
Bild C.5	— Extrahiertes Ion, Masse 106 (Qualifier-Ion)	29

Tabellen

Tabelle 1	— Massenspektrometrische Übergänge zur Identifizierung und Quantifizierung von Acrylamid	15
Tabelle 2	— Beobachtete Ionen	16
Tabelle 3	— Präzisionsdaten zur Bestimmung von Acrylamid in Kaffee	19
Tabelle A.1	— Ringversuchsergebnisse (für sowohl HPLC- als auch GC-Bestimmung) ^a	21
Tabelle B.1	— Beispiele geeigneter Sorbentien für die Aufreinigung mittels SPE (HPLC und GC; siehe 8.3)	22
Tabelle B.2	— Beispiele geeigneter Sorbentien für die Aufreinigung des GC-Extrakts mittels SPE (siehe 8.5.1).....	22
Tabelle C.1	— Analysenbedingungen für ausgewählte HPLC-Säulen.....	23
Tabelle C.2	— GC-Kapillarsäulen	24

Tabelle C.3 — Chromatographische Bedingungen für Beispiel A.....	24
Tabelle C.4 — Chromatographische Bedingungen für Beispiel B.....	24
Tabelle C.5 — GC-Verfahren: Beispiel für angemessene Bedingungen und ungefähre Retentionszeit für die GC-MS-Analyse.....	25
Tabelle 1 — Potenzielle Störfaktoren bei der Bestimmung von Acrylamid in Kaffee	30
Tabelle 2 — Beispiel für Verfahren A, Kombination mit Tandem-SPE-Aufreinigung.....	31
Tabelle 3 — Beispiel für Verfahren B mit SPE-Aufreinigung im gemischten Modus	32
Tabelle 4 — Datenvergleich zwischen Verfahren A und B an Proben von reinem löslichem Kaffee.....	35