

DIN EN ISO 18862:2026-06 (D)

Kaffee und Kaffee-Erzeugnisse - Bestimmung von Acrylamid - Verfahren mittels Hochleistungs-Flüssigchromatographie mit tandemmassenspektrometrischer Detektion (HPLC-MS/MS) und Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) nach Derivatisierung (ISO 18862:2025); Deutsche Fassung EN ISO 18862:2025

| Inhalt | Seite |
|--|-------|
| Europäisches Vorwort..... | 7 |
| Vorwort..... | 8 |
| 1 Anwendungsbereich..... | 9 |
| 2 Normative Verweisungen | 9 |
| 3 Begriffe | 9 |
| 4 Kurzbeschreibung..... | 9 |
| 5 Reagenzien | 9 |
| 6 Geräte..... | 11 |
| 7 Probenahme..... | 12 |
| 8 Durchführung | 12 |
| 8.1 Allgemeines..... | 12 |
| 8.2 Herstellung des Probenextraktes | 13 |
| 8.3 Reinigung der Extrakte..... | 13 |
| 8.3.1 Carrez-Klärung..... | 13 |
| 8.3.2 Festphasen-Extraktion | 13 |
| 8.4 Messung mit HPLC-MS/MS..... | 14 |
| 8.4.1 Hochleistungs-Flüssigchromatographie (HPLC) | 14 |
| 8.4.2 Identifizierung und Quantifizierung mittels Massenspektrometrie (HPLC-MS/MS) | 14 |
| 8.5 Messung mit GC-MS..... | 15 |
| 8.5.1 Derivatisierung und Probenvorbereitung zur Gaschromatographie..... | 15 |
| 8.5.2 Gaschromatographie..... | 15 |
| 8.5.3 Identifizierung und Quantifizierung mittels Massenspektrometrie | 16 |
| 9 Kalibrierung..... | 16 |
| 9.1 Allgemeine Hinweise..... | 16 |
| 9.2 Bestimmung der Linearität und Festlegung des Arbeitsbereichs | 16 |
| 9.3 Kalibrierung mit der Lösung des Internen Standards..... | 16 |
| 9.4 Bestimmung der laborinternen Wiederfindung | 17 |
| 10 Auswertung | 17 |
| 10.1 Identifizierungskriterien..... | 17 |
| 10.2 Berechnung und Endergebnisse..... | 17 |
| 11 Präzisionsdaten | 18 |
| 11.1 Allgemeines..... | 18 |
| 11.2 Wiederholpräzision..... | 18 |
| 11.3 Vergleichpräzision..... | 18 |
| 11.4 Wiederfindungsrate | 18 |
| 12 Messunsicherheit | 18 |
| 13 Untersuchungsbericht | 19 |

| | |
|---|----|
| Anhang A (informativ) Verfahrenskenndaten | 20 |
| Anhang B (informativ) Beispiele für Absorbermaterialien | 21 |
| Anhang C (informativ) Beispiele für Trennsäulen und Analysebedingungen | 22 |
| C.1 Prinzipiell geeignete chromatographische Trennsäulen..... | 22 |
| C.2 Beispielverfahren und ungefähre Retentionszeit für die HPLC-MS/MS..... | 23 |
| C.2.1 Beispiel A | 23 |
| C.2.2 Beispiel B | 23 |
| C.3 Beispiel für angemessene Bedingungen und ungefähre Retentionszeit für die GC-MS-Analyse | 24 |
| C.4 Beispielchromatogramme für die HPLC-MS/MS | 24 |
| C.5 Beispielchromatogramme für die GC-MS | 26 |
| Anhang D (informativ) Beispiele für die Probenvorbereitung und chromatographische Bedingungen bei der HPLC-MS/MS..... | 28 |
| Literaturhinweise | 34 |

Bilder

| | |
|---|----|
| Bild C.1 — D3-Acrylamid | 25 |
| Bild C.2 — Acrylamid, nativ | 25 |
| Bild C.3 — Totalionenchromatogramm (Scan-Modus) | 26 |
| Bild C.4 — Extrahiertes Ion, Masse 149 (Quantifier-Ion) | 27 |
| Bild C.5 — Extrahiertes Ion, Masse 106 (Qualifier-Ion) | 27 |

Tabellen

| | |
|---|----|
| Tabelle 1 — Massenspektrometrische Übergänge zur Identifizierung und Quantifizierung von Acrylamid..... | 14 |
| Tabelle 2 — Beobachtete Ionen | 16 |
| Tabelle 3 — Präzisionsdaten zur Bestimmung von Acrylamid in Kaffee | 18 |
| Tabelle A.1 — Ringversuchsergebnisse (für sowohl HPLC- als auch GC-Bestimmung) | 20 |
| Tabelle B.1 — Beispiele geeigneter Sorbentien für die Aufreinigung mittels SPE (HPLC und GC; siehe 8.3) | 21 |
| Tabelle B.2 — Beispiele geeigneter Sorbentien für die Aufreinigung des GC-Extrakts mittels SPE (siehe 8.5.1)..... | 21 |
| Tabelle C.1 — Analysenbedingungen für ausgewählte HPLC-Säulen..... | 22 |
| Tabelle C.2 — GC-Kapillarsäulen | 23 |
| Tabelle C.3 — Chromatographische Bedingungen für Beispiel A | 23 |
| Tabelle C.4 — Chromatographische Bedingungen für Beispiel B | 23 |

| | |
|---|-----------|
| Tabelle C.5 — GC-Verfahren — Beispiel für angemessene Bedingungen und ungefähre Retentionszeit für die GC-MS-Analyse..... | 24 |
| Tabelle D.1 — Potenzielle Interferenzen bei der Bestimmung von Acrylamid in Kaffee..... | 28 |
| Tabelle D.2 — Beispiel für Verfahren A, Kombination mit Tandem-SPE-Aufreinigung..... | 29 |
| Tabelle D.3 — Beispiel für Verfahren A, Kombination mit Tandem-SPE-Aufreinigung — Chromatogramme..... | 30 |
| Tabelle D.4 — Beispiel für Verfahren B mit SPE-Aufreinigung im gemischten Modus | 31 |
| Tabelle D.5 — Beispiel für Verfahren B mit SPE-Aufreinigung im gemischten Modus — Chromatogramme..... | 32 |
| Tabelle D.6 — Datenvergleich zwischen Verfahren A und B an Proben von reinem löslichem Kaffee (PSC, en: pure soluble coffee) | 33 |