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