DIN EN 17992:2025-01 (D)

Lebensmittelauthentizität - Bestimmung des Gehalts von 16-O-Methylcafestol, 16-O-Methylkahweol und deren Derivaten als Summenparameter in Röstkaffee mittels ^{1}H-qNMR; Deutsche Fassung EN 17992:2024

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 7

Einleitung 8

1 Anwendungsbereich 9

2 Normative Verweisungen 9

3 Begriffe 9

4 Kurzbeschreibung 12

5 Reagenzien 12

6 Geräte 14

7 Messung und Prüfverfahren 15
7.1 Allgemeines 15
7.2 Probenahme 15
7.3 Probenvorbereitung 15
7.3.1 Allgemeines 15
7.3.2 Probenvorbereitung von Kaffeebohnen 16
7.3.3 Probenvorbereitung von gemahlenem Kaffee 16
7.3.4 Extraktion und Herstellung der Messlösung 16
7.4 NMR-Untersuchungen 16
7.4.1 Allgemeines 16
7.4.2 Grundlegende Kriterien für das NMR-Spektrum 17
7.4.3 Gültige beispielhafte Messbedingungen/Parameter für die 1D-Untersuchung 17
7.4.4 Aufnahmeparameter für die 1D-Untersuchung 18
7.4.5 Verarbeitungsparameter für die 1D-Untersuchung 19
7.5 Überwachung der Qualitätskontrolle 19
7.5.1 Überprüfung der Aufnahmequalität der Spektren 19
7.5.2 Überprüfung der qNMR-Kalibrierung und des Prozesses der Probenvorbereitung 20
7.6 Bestimmung des PULCON-Faktors 20
7.7 Berechnung der Massenanteile des Analyten in Kaffee 21
7.8 Liste von Analyten und relevanten Parametern 22

8 Genauigkeit 23
8.1 Ringversuch/Vergleichsprüfung zwischen Laboren 23
8.2 Wiederholpräzision 23
8.3 Vergleichpräzision 23
8.4 Bestimmungsgrenze (LOQ, en: Limit of quantification) 23

9 Prüfbericht 24

Anhang A (informativ) Zusammenfassung der statistischen Auswertung der Verfahrensvalidierungsstudie „16-OMC in Kaffee“ 25

Anhang B (informativ) Gemeinsamer Ringversuch zu diesem NMR-Verfahren und dem HPLC-Verfahren (EN 18003:2024) 29
B.1 Hintergrund des Ringversuchs 29

B.2 Erläuterung der systematischen Unterschiede zwischen den Ergebnissen des NMR-Verfahrens und des HPLC-Verfahrens 29

Literaturhinweise 31

Bilder

Bild 1 — 16-OMC 10

Bild 2 — 16-OMK 10

Bild 3 — Pulsprogramm für ^{1}H-qNMR an Kaffee-Extrakt 18

Bild 4 — TMS-Resonanz mit guter Aufnahmequalität 20

Bild A.1 — Absolute Standardabweichungen 27

Bild A.2 — Relative Standardabweichungen 28

Tabellen

Tabelle 1 — Parameter für die Integration und Berechnung 22

Tabelle A.1 — Statistische Parameter nach ISO 5725-3 für 16-O-Methylditerpene (16-OMD), berechnet als 16-O-Methylcafestol (16-OMC) — vorgemahlener Kaffee 25

Tabelle A.2 — Statistische Parameter nach ISO 5725-3 für 16-O-Methylditerpene (16-OMD), berechnet als 16-O-Methylcafestol (16-OMC) –vorgemahlener Kaffee 26

Tabelle A.3 — Statistische Parameter nach ISO 5725-3 für 16-O-Methylditerpene (16-OMD), berechnet als 16-O-Methylcafestol (16-OMC) — ganze Bohnen 26

Tabelle A.4 — Statistische Parameter nach ISO 5725-3 für 16-O-Methylditerpene (16-OMD), berechnet als 16-O-Methylcafestol (16-OMC) — ganze Bohnen 27