

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