

ISO 18862:2016



EN ISO 18862:2019

NBN EN ISO 18862:2019



**Kaffee und Kaffee-Erzeugnisse - Bestimmung von Acrylamid -
Verfahren mittels HPLC-MS/MS und mittels GC-MS nach
Derivatisierung (ISO 18862:2016)**

Gültig ab 28-11-2019

ICS: 67.140.20

EUROPÄISCHE NORM
 EUROPEAN STANDARD
 NORME EUROPÉENNE

EN ISO 18862

Oktober 2019

ICS 67.140.20

Deutsche Fassung

**Kaffee und Kaffee-Erzeugnisse - Bestimmung von Acrylamid -
 Verfahren mittels HPLC-MS/MS und mittels GC-MS nach
 Derivatisierung (ISO 18862:2016)**

Coffee and coffee products - Determination of
 acrylamide - Methods using HPLC-MS/MS and GC-MS
 after derivatization (ISO 18862:2016)

Café et dérivés du café - Dosage de l'acrylamide -
 Méthodes par CLHP-SM/SM et CG-SM après dérivation
 (ISO 18862:2016)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 5. November 2018 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
 EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
 COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

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

Anhang C (informativ) Beispiele für Trennsäulen und Analysebedingungen	19
C.1 Prinzipiell geeignete chromatographische Trennsäulen	19
C.2 Beispielmethode und ungefähre Retentionszeit für die HPLC-MS/MS	20
C.2.1 Beispiel A	20
C.2.2 Beispiel B	20
C.3 Beispiel für angemessene Bedingungen und ungefähre Retentionszeit für die GC-MS-Analyse	21
C.4 Beispielchromatogramme für die HPLC-MS/MS	21
C.5 Beispielchromatogramm für die GC-MS	24
Literaturhinweise	26

EN ISO 18862:2019 (D)**Europäisches Vorwort**

Der Text von ISO 18862:2016 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 18862:2019 durch das Technische Komitee CEN/TC 275 „Lebensmittelanalytik — Horizontale Verfahren“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis April 2020, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 2020 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 18862:2016 wurde von CEN als EN ISO 18862:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee SC 15, *Coffee*.

EN ISO 18862:2019 (D)

Einleitung

Bei der Anwendung dieses Dokuments sind alle bestehenden Sicherheitsbestimmungen zu beachten.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann den Einsatz gefährlicher Werkstoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Dokument erhebt nicht den Anspruch, dass alle mit seiner Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme angesprochen werden. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, vor der Anwendung dieses Dokuments geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und dafür Sorge zu tragen, dass behördliche und gesetzliche Anforderungen eingehalten werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Verfahren zur Acrylamidbestimmung in Kaffee und Kaffee-Erzeugnissen durch Wasserextraktion, Aufreinigung durch Festphasen-Extraktion und Bestimmung mittels HPLC-MS/MS und GC-MS fest. Es wurde in einer Verfahrensvalidierungsstudie für Röstkaffee, löslichen Kaffee, Kaffeesurrogate und Kaffee-Erzeugnisse mit Bereichen von 53 µg/kg bis 612,1 µg/kg validiert.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

4 Kurzbeschreibung

Die Kaffeeprobe wird mit Wasser extrahiert oder, bei löslichen Produkten, in Wasser aufgelöst. Durch eine Aufreinigung mittels Festphasen-Extraktion werden störende Begleitsubstanzen zurückgehalten. Zur Bestimmung können zwei alternative Verfahren verwendet werden: die Hochleistungs-Flüssigchromatographie mit massenspektrometrischer Detektion (HPLC-MS/MS) oder, nach Bromierung des Acrylamids, die Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion (GC-MS). In beiden Fällen werden isotope markierte Lösungen des Internen Standards verwendet.

5 Reagenzien

WARNUNG — Beim Arbeiten mit Acrylamid sind mit Rücksicht auf dessen gesundheitliche Bedenklichkeit entsprechende Vorsichts- und Schutzmaßnahmen zu beachten, wie Arbeiten unter dem Abzug, Ansaugen acrylamidhaltiger Lösungen nur mit Pipettierhilfen, Vermeiden von Haut- und Augenkontakt sowie des Einatmens acrylamidhaltiger Dämpfe.

Als Reagenzien müssen, soweit erhältlich, solche des Reinheitsgrades „zur Rückstandsanalyse“ oder „zur Analyse“ eingesetzt werden. Der Gehalt der Reagenzien an Verunreinigungen, die zum Blindwert beitragen, sollte vernachlässigbar klein sein. Der Blindwert ist regelmäßig zu überprüfen.