

Untersuchung von Kaffee und Kaffee-Erzeugnissen
Bestimmung des Gehaltes an 16-O-Methylcafestol
 in Röstkaffee
 HPLC-Verfahren

DIN
10779

ICS 67.140.20

Deskriptoren: Kaffee, Gehaltsbestimmung, Röstkaffee, 16-O-Methylcafestol, HPLC

Analysis of coffee and coffee products – Determination of 16-O-methyl cafestol content of roasted coffee – HPLC-method

Analyse du café et des dérivés – Détermination de la teneur en 16-O-méthyle cafestole du café torréfié – Methode par HPLC

Vorwort

Diese Norm wurde vom Normenausschuß Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte, Arbeitsausschuß "Kaffee" erarbeitet.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein HPLC-Verfahren zur Bestimmung des Gehaltes an 16-O-Methylcafestol in Röstkaffee fest. Das Verfahren ist erprobt für einen Massenanteil von 50 mg bis 300 mg 16-O-Methylcafestol je kg Röstkaffee.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN ISO 3310-1

Analysensiebe – Anforderungen und Prüfungen – Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe; Identisch mit ISO 3310-1 : 1990

DIN ISO 3696

Wasser für analytische Zwecke – Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696 : 1987

Fortsetzung Seite 2 bis 8

Normenausschuß Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN
 Deutsches Institut für Normung e.V.

3 Definition

Für die Anwendung dieser Norm gilt folgende Definition:

3.1 Gehalt an 16-O-Methylcafestol: Der nach dem hier festgelegten Verfahren bestimmte Gehalt an 16-O-Methylcafestol in Röstkaffee, angegeben als Massenanteil in mg je kg Röstkaffee.

4 Prinzip

Die gemahlene Probe wird einer Fettextraktion mit tert.-Butylmethylether (tBME) unterzogen. Nach beendeter Extraktion werden die Kaffeelipide mit ethanolischer Kaliumhydroxid-Lösung unter Rückfluß verseift, und anschließend wird das Unverseifbare durch Ausschütteln mit tBME isoliert.

Nach dem Abdestillieren des Lösungsmittels wird der Rückstand in einer definierten Menge Dichlormethan aufgenommen. Ein Aliquot wird zur Trockene gebracht, mit der vorgegebenen Menge HPLC-Eluens aufgenommen und hochleistungsflüssigkeitschromatographisch untersucht. Detektiert wird bei einer Wellenlänge von 220 nm.

Die Identifizierung erfolgt durch Vergleich der jeweiligen Retentionszeit mit der der betreffenden Standardsubstanz. Die Quantifizierung wird dann nach dem Verfahren des externen Standards über die Peakflächen vorgenommen.

5 Chemikalien und Lösungen

Es sind analysenreine Chemikalien zu verwenden, soweit nicht anders angegeben. Das verwendete Wasser muß der Qualität 1 nach DIN ISO 3696 entsprechen.

5.1 tert.-Butylmethylether (tBME), geeignet für HPLC

5.2 Acetonitril, geeignet für HPLC

5.3 Methanol, 96 %, reinst

5.4 Dichlormethan, geeignet zur Analyse

5.5 Natrium-L(+)-ascorbat

5.6 Natriumchlorid, zur Analyse

5.7 Natriumsulfat, wasserfrei, reinst, Lebensmittelqualität

5.8 Siedesteine

5.9 Kaliumhydroxid, Plätzchen zur Analyse

5.10 Ethanolische Kaliumhydroxidlösung, 100 g Kaliumhydroxid werden in 100 ml Wasser gelöst und mit Ethanol auf 1 000 ml aufgefüllt.

5.11 Natriumsulfat, wasserfrei, Natriumsulfat wird bei 550 °C 12 h geglüht, nach dem Abkühlen im Exsikkator im Mörser zerrieben und in einem Iodzahlkolben im Exsikkator aufbewahrt.

5.12 Fließmittel, 60 Volumenteile Acetonitril und 40 Volumenteile Wasser werden miteinander gemischt.

5.13 16-O-Methylcafestol-Standardlösungen

5.13.1 Stammlösung

Etwa 10 mg 16-O-Methylcafestol werden in einen 100-ml-Meßkolben eingewogen (etwa 100 µg/ml). Die Substanz wird im Fließmittel nach 5.12 gelöst (Ultraschallbad), und anschließend wird der Kolben bis zur Marke aufgefüllt.

5.13.2 Verdünnung

Aus der Stammlösung wird eine Verdünnung hergestellt, deren Gehalt an 16-O-Methylcafestol im Bereich der Meßlösung liegt.

5.13.3 Stabilität

5.13.3.1 Stammlösung

Die Stammlösung ist bei Kühlschranklagerung über eine Zeitspanne von mindestens 12 Wochen stabil.

5.13.3.2 Verdünnungen

Verdünnte Standardlösungen (Konzentrationen etwa 10 µg/ml und 50 µg/ml) sind bei Aufbewahrung im Kühlschrank, aber auch bei Lagerung bei Raumtemperatur (20 °C, keine direkte Sonneneinstrahlung) mindestens 3 Wochen stabil.

5.13.3.3 Probenlösung

Die Probenlösung ist bei Raumtemperatur ohne Lichtschutz etwa 26 Tage stabil. Starke Einstrahlung von Sonnen- oder UV-Licht ist jedoch zu vermeiden.

6 Geräte

Übliches Laboratoriumsgerät und insbesondere die in 6.1 bis 6.18 angegebenen Geräte.

6.1 Kaffeemühle, geeignet zum Mahlen von Röstkaffee-Bohnen oder eine geeignete Universalmühle

6.2 Siebe mit Drahtsiebböden der Maschenweiten 0,63 mm und 0,25 mm, die die Anforderungen nach DIN ISO 3310-1 erfüllen.

6.3 Mörser und Pistill

6.4 Extraktionshülsen

6.5 Soxhlet-Extraktionsapparatur

6.6 250-ml-Rundkolben

6.7 Vakuumrotationsverdampfer

6.8 Ultraschallbad

6.9 Heizquelle

6.10 Kühler

6.11 500-ml-Scheidetrichter

6.12 Faltenfilter, Durchmesser 150 mm

6.13 4-ml-Glasvials, Klarglas oder Braunglas

6.14 Heizbare Vorrichtung zum Abblasen von Lösungsmitteln¹⁾

6.15 Membranfilter, 0,2 µm

6.16 Hochleistungsflüssigkeitschromatograph mit UV-Detektor, der eine Messung bei 220 nm erlaubt und an ein Auswertsystem angeschlossen ist.

6.17 Analytische Trennsäule¹⁾, Reversed Phase C 18, sphärisches Kieselgel, 250 mm × 4 mm, 3 µm bis 7 µm

6.18 50-ml-Meßkolben

¹⁾ Über Bezugsquellen gibt Auskunft: Normenausschuß Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin).