

DIN 10783**DIN**

ICS 67.140.20

**Untersuchung von Kaffee und Kaffee-Erzeugnissen –
Bestimmung des Dichlormethangehaltes in entcoffeiertem Rohkaffee
mit Headspace-Gaschromatographie**

Analysis of coffee and coffee products –
Determination of dichlormethane in decaffeinated green coffee using headspace
gaschromatography

Analyse du café et des produits du café –
Détermination de la teneur en dichlorométhane dans le café vert décaféiné par
chromatographie en phase gazeuse de l'espace libre

Gesamtumfang 15 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Reagenzien	4
5 Geräte	6
6 Probenahme	7
7 Probenvorbereitung	7
8 Durchführung	7
9 Berechnung	9
10 Präzision des Verfahrens	10
11 Untersuchungsbericht	11
Anhang A (informativ) Bilder	12
Anhang B (informativ) Berechnungsbeispiel	14
Literaturhinweise	15

Vorwort

Diese Norm wurde vom Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), Arbeitsausschuss NA 057-05-09 AA „Kaffee“, erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN [und/oder die DKE] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Dichlormethan in entcoffiniertem Rohkaffee mit statischer Headspace-Gaschromatographie fest.

Das Verfahren ist geeignet für die Bestimmung von Dichlormethan (DCM) in Rohkaffee in Massenanteilen von 0,1 mg/kg bis 5 mg/kg.

Der Anwendungsbereich kann im Bedarfsfalle zu höheren Massenanteilen hin erweitert werden, z. B. durch Verringerung der Einwaage. Die Einwaagen bei der Kalibrierung müssen dann an diese Massenverhältnisse angepasst werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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).

DIN EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

DIN ISO 6673, *Rohkaffee — Bestimmung des Massenverlusts bei 105 °C*

3 Kurzbeschreibung

Rohkaffees werden auf ihren Gehalt an Dichlormethan (DCM) untersucht, indem eine Gasprobe aus dem Kopfraum über einer thermostatisierten Probe mit einem automatischen Probengeber oder manuell in einen Gaschromatographen überführt (Headspace-GC) und über einen Flammenionisationsdetektor (FID) quantifiziert wird.

Die Bestimmung erfolgt alternativ aus ganzen oder gemahlenden Rohkaffeebohnen.

4 Reagenzien

Soweit nicht anders angegeben, werden analysenreine Chemikalien verwendet.

4.1 Dichlormethan, zertifizierte Referenzstandardsubstanz.

4.2 Wasser, das mindestens der Qualität 1 nach DIN ISO 3696 entspricht. Das Wasser muss auf seinen Gehalt an DCM geprüft werden.

4.3 Methanol, geeignet für HPLC.

4.4 Standardlösungen

4.4.1 Stammlösung A ($n = 1$)

In einen 25 ml-Messkolben (5.12) (V_1), der etwa 24 ml Methanol oder eine Methanol-Wasser-Mischung 50/50 (Volumenprozent) enthält, werden etwa 90 μl (V_{DCM}) Dichlormethan gegeben. Dazu wird der verschlossene Kolben auf der Analysenwaage (5.2) auf 0,1 mg gewogen (m_y), der Stopfen kurz entfernt, mit einer Glasspritze (alternativ Kolbenhubpipette) das Dichlormethan weit unter den Flüssigkeitsspiegel gegeben, der Kolben wieder verschlossen und erneut auf 0,1 mg gewogen (m_x). Anschließend wird zur Marke mit Wasser oder Methanol oder Methanol-Wasser-Mischung aufgefüllt und gemischt. Die Einwaage an DCM in Milligramm ergibt sich durch $m_{\text{DCM}} = m_x - m_y$. Die Massenkonzentration, β_1 , der Stammlösung A liegt bei etwa 5 000 mg/l (in Abhängigkeit von der eingewogenen Dichlormethanmasse). Die Stammlösung A ist bei etwa 4 °C im Kühlschrank etwa 12 Wochen haltbar.

ANMERKUNG n ist eine ganze Zahl und steht für einen Verdünnungsschritt der reinen DCM-Referenzstandardsubstanz nach 4.1. Alle entstehenden DCM-Lösungen mit $n > 1$ (vgl. Tabelle 1) ergeben sich jeweils aus dem unmittelbar vorangegangenen Verdünnungsschritt $n - 1$.

4.4.2 Stammlösung B ($n = 2$)

In einen mit 8 ml Wasser gefüllten 10 ml-Messkolben (5.12) (V_2) werden 1,000 ml (V_A) der Stammlösung A gegeben. Der Kolben wird mit Wasser zur Marke aufgefüllt und der Inhalt gemischt. Die Massenkonzentration der Stammlösung B, β_2 , beträgt etwa 500 mg/l.

4.4.3 Herstellung der Standardlösungen ($n = 3$ bis 7)

Ausgehend von der Stammlösung B werden die für die Kalibrierung benötigten Standardlösungen (mindestens 5) mit $n = 3$ bis 7 über eine Verdünnungsreihe hergestellt. In Tabelle 1 sind die hierbei erzielten DCM-Massenkonzentrationen, β_n , zusammengefasst.

Tabelle 1 — DCM-Massenkonzentrationen der Standardlösungen nach Verdünnung

Messgröße	Standardlösungen nach Verdünnungsschritten $n = 1$ bis 7						
	Stammlösung A	Stammlösung B	Standardlösungen				
	$n = 1$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$	$n = 5$	$n = 6$	$n = 7$
Messkolbenvolumen: V_n (ml)	25	10	1000	500	250	100	50
Volumenanteil der Stammlösung B: V_B (ml)	—	—	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Massenkonzentration an DCM: β_n (mg/l) ^a	5 000	500	0,25	0,50	1,0	2,5	5,00
^a Die Konzentration hängt von der eingewogenen DCM-Masse ab. Die hier angegebenen Konzentrationen aller Standardlösungen beziehen sich auf eine DCM-Einwaage von $m_{\text{DCM}} = 125$ mg.							

4.4.4 Herstellung der Kalibrierlösungen für die Untersuchung von ganzen Bohnen

30 g ganze Bohnen (m_{RK} ; nicht entcoffeiiniert bzw. nicht mit Dichlormethan entcoffeiiniert¹⁾) werden in einem 100 ml Headspace-Gefäß (5.9) mit 25 ml (V) jeder Standardlösung nach 4.4.3 versetzt, das Gefäß wird sofort verschlossen und 20 min bei Raumtemperatur stehen gelassen. Es ergeben sich auf die Rohkaffee-Probe bezogen die in Tabelle 2 aufgelisteten Massengehalte (w_{DCM}) an Dichlormethan.

1) z. B. ein nach dem Ethylacetat-, Kohlendioxid- oder Wasserverfahren entcoffeiinierter oder mit Wasserdampf behandelter Rohkaffee; ein unbehandelter Rohkaffee ist nicht geeignet.