DIN EN 16274:2021-11 (D)

Analyseverfahren für Allergene - Quantifizierung einer erweiterten Liste von 57 zu vermutenden Allergenen in einspritzfertigen Duftstoffen mittels Gaschromatographie/Massenspektrometrie; Deutsche Fassung EN 16274:2021

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 4

Einleitung ... 5

1 Anwendungsbereich ... 6

2 Normative Verweisungen ... 6

3 Begriffe ... 6

4 Kurzbeschreibung ... 6

5 Reagenzien ... 7
5.1 Lösemittel ... 7
5.1.1 Methylpivalat ... 7
5.1.2 tert-Butylmethylether (MTBE) ... 7
5.2 Referenzproben (zu vermutende Allergene) ... 7
5.2.1 Allgemeines ... 7
5.3 Interne Standards (ISTD) ... 11
5.3.1 1,4-Dibrombenzen (IS_A), CAS-Nr. [106-37-6], Reinheit ≥ 98 % ... 11
5.3.2 4,4'-Dibrombiphenyl (IS_B), CAS-Nr. [92-86-4], Reinheit ≥ 98 % ... 11

6 Geräte ... 11
6.1 Gaschromatograph mit Flammenionisationsdetektor (GC-FID) ... 11
6.2 Gaschromatograph mit gekoppeltem Massenspektrometer (GC-MS) ... 11
6.2.1 Allgemeines ... 11
6.2.2 GC-MS-System ... 11
6.3 Kapillarsäulen für GC ... 12
6.4 Analysenwaage ... 12

7 Stamm- und Probenlösungen - Herstellung und Lagerung ... 13
7.1 Allgemeine Informationen ... 13
7.1.1 Wahl des Lösemittels ... 13
7.1.2 Sonstiges ... 13
7.2 Herstellung von Stammlösungen aus Referenzproben ... 13
7.3 Herstellung von Lösungen des internen Standards und Kalibrierlösungen ... 13
7.3.1 Allgemeines ... 13
7.3.2 Stammlösungen von internen Standards (entspricht 1 g/kg) ... 14
7.3.3 Konzentrationen von Kalibrierlösungen ... 14
7.3.4 Herstellung von Kalibrierlösungen ... 15

8 Bedingungen für die Erfassung mit Massenspektrometern ... 17
8.1 Festlegung von Retentionszeiten und SIM-Chromatograph-Fenstern ... 17
8.2 SIM-Fenster — Einstellung und Kriterien ... 17
8.3 GC-MS-Scanmodus Überprüfung ... 18

9 Probenanalyse ... 18
9.1 Allgemeines ... 18
9.2 Herstellung der Probe für die Analyse ... 18
9.3 Ablauf ... 18
9.3.1 Blindwertprobe ... 18

9.3.2 Kalibrierlösungen 19
9.3.3 Kontrolllösung 19
9.3.4 Proben 19
10 Datenvalidierung und -bearbeitung 20
10.1 Allgemeines 20
10.2 Untersuchung von Q-Werten 20
10.3 Relative Intensität charakteristischer Ionen in SIM 21
10.4 Relative Ionenintensität bei Anwendung von Scandaten 21
10.5 Schema zur Überprüfung der Daten und Angabe der Endkonzentration 21
10.6 GC-MS-Scanmodus Überprüfung 21
10.7 Auswertung des Massenspektrums im SCAN-Modus 22
11 Prüfbericht 22
Anhang A (informativ) Bestimmung der Reinheit von Kalibriermitteln und Referenzproben 23
A.1 Allgemeine Informationen 23
A.2 Vollständige Charakterisierung der flüchtigen Bestandteile 25
A.2.1 Identifizierung der einzelnen Bestandteile der Referenzproben mittels GC-MS 25
A.2.2 Berechnung des vorhergesagten RRF (RRFpred) 25
A.2.3 Berechnung der Menge an flüchtigen Bestandteilen in den einzelnen Referenzproben 26
A.3 Bestimmung der Reinheit (%) aus RRF oder FID-Fläche in % 27
Anhang B (informativ) GC-Kapillarsäulenparameter 30
Anhang C (informativ) SIM-Ionen für SIM- oder SIM-SCAN-Anwendungen 31
Anhang D (informativ) Beispiel für SIM-Fenster 37
Anhang E (informativ) Beispiel für Chromatogramme 45
Anhang F (normativ) Entscheidungsbaum zur Quantifizierung von zu vermutenden Allergenen 47
Anhang G (informativ) Herstellung von Stammlösungen aus Referenzproben 48
G.1 Allgemeine Informationen 48
G.2 Reinheit der Referenzprobe 48
G.3 Stammlösungen 49
G.3.1 Getrennte Stammlösungen von Allergenen (10 g/kg) 49
Anhang H (informativ) Kalibrierverfahren und Ansatz 53
H.1 Auftragen der Kalibrierkurve 53
H.1.1 Allgemeines 53
H.1.2 Asymmetrie des Peaks und Auswirkung auf die Kalibrierung 53
H.1.3 Auswahl des internen Standards 54
H.1.4 Auswahl des internen Standards 54
Anhang I (informativ) Quantifizierung der Allergene 55
I.1 Allgemeine Informationen 55
I.2 Bestimmung von C_0 56
I.3 Beurteilung der analytischen Messung 57
I.4 Untersuchung von Q-Werten 57
Anhang J (informativ) Als Zielanalyten ausgewählte zu vermutende Allergene — Begründung 58
Anhang K (informativ) Andere allgemeine Informationen 65
Literaturhinweise 66