

# 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 <sub>A</sub> ), CAS-Nr. [106-37-6], Reinheit $\geq 98\%$ .....	11
5.3.2 4,4'-Dibrombiphenyl (IS <sub>B</sub> ), CAS-Nr. [92-86-4], Reinheit $\geq 98\%$ .....	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 <sub>0</sub> .....	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