

E DIN EN 16274:2020-03 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2020-02-21

Analyseverfahren für Allergene - Quantifizierung einer erweiterten Liste von zu vermutenden Allergenen in einspritzfertigen Duftstoffen mittels Gaschromatographie/Massenspektrometrie; Deutsche und Englische Fassung prEN 16274:2020

Method for Analysis of Allergens - Quantification of an extended list of 57 suspected allergens in ready to inject fragrance materials by gas chromatography mass spectrometry; German and English version prEN 16274:2020

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich.....	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung.....	7
5 Reagenzien	8
5.1 Lösemittel	8
5.1.1 Methylpivalat.....	8
5.1.2 tert-Butylmethylether (MTBE)	8
5.2 Referenzproben (mutmaßliche Allergene)	8
5.2.1 α -Hexylzimtaldehyd (Hauptisomer in Vertofix®, angegeben in CAS-Nummer), CAS-Nr. [32388-55-9]	9
5.2.2 Acetylenol/Isoeugenylacetat, CAS-Nr. [93-29-8].....	9
5.2.3 Amylsalicylat, Pentylsalicylat CAS-Nr. [2050-08-0]	9
5.2.4 α -Amylzimtaldehyd (Flosal®), CAS-Nr. [122-40-7, 78605-96-6].....	9
5.2.5 α -Amyl-Zimtalkohol, CAS-Nr. [101-85-9, 184900-07-0]	9
5.2.6 Anethol, CAS-Nr. [104-46-1, 4180-23-8]	9
5.2.7 Anisalkohol, CAS-Nr. [105-13-5].....	9
5.2.8 Benzaldehyd, CAS-Nr. [100-52-7].....	9
5.2.9 Benzylalkohol, CAS-Nr. [100-51-6]	9
5.2.10 Benzylbenzoat, CAS-Nr. [120-51-4]	9
5.2.11 Benzylcinnamat, CAS-Nr. [103-41-3].....	9
5.2.12 Benzylsalicylat, CAS-Nr. [118-58-1].....	9
5.2.13 Campher, CAS-Nr. [76-22-2].....	9
5.2.14 Carvon, CAS-Nr. [99-49-0]	9
5.2.15 β -Caryophyllen, CAS-Nr. [87-44-5].....	9
5.2.16 Zimtaldehyd, CAS-Nr. [104-55-2, 14371-10-9]	9
5.2.17 Zimtalkohol, CAS-Nr. [104-54-1, 4407-36-7]	9
5.2.18 Citral, CAS-Nr. [5392-40-5].....	9
5.2.19 Citronellol, CAS-Nr. [106-22-9]	10
5.2.20 Cumarin, CAS-Nr. [91-64-5]	10
5.2.21 β -Damascenon (Rosenketon-4), CAS-Nr. [23696-85-7]	10
5.2.22 α -Damascenon, CAS-Nr. [43052-87-5]	10
5.2.23 β -Damascenon (E), CAS-Nr. [23726-91-2]	10
5.2.24 δ -Damascenon (Rosenketon-3), CAS-Nr. [57378-68-4]	10
5.2.25 Dimethylbenzylcarbinylacetat (DMBCA), CAS-Nr. [151-05-3]	10
5.2.26 Ebanol, CAS-Nr. [67801-20-1].....	10

5.2.27	Eugenol, CAS-Nr. [97-53-0]	10
5.2.28	Acetyleneugenol, CAS-Nr. [93-28-7]	10
5.2.29	Farnesol, CAS-Nr. [4602-84-0]	10
5.2.30	Galaxolid (Hexamethylindanopyran), CAS-Nr. [1222-05-5]	10
5.2.31	Geraniol, CAS-Nr. [106-24-1]	10
5.2.32	Geranylacetat, CAS-Nr. [105-87-3]	10
5.2.33	Hexadecanolacton/Dihydroambrettolid, CAS-Nr. [109-29-5]	10
5.2.34	α -Hexylzimtaldehyd, CAS-Nr. [101-86-0, 165184-98-5]	10
5.2.35	Hydroxycitronellal, CAS-Nr. [107-75-5]	10
5.2.36	Tetramethylacetyloctahydronaphthalen (ISO E® Super)	10
5.2.37	Isoeugenol, CAS-Nr. [97-54-1]	11
5.2.38	α -Isomethylionon, CAS-Nr. [127-51-5]	11
5.2.39	2-(4-tert-Butylbenzyl)propionaldehyd (Lilial®), CAS-Nr. [80-54-6]	11
5.2.40	Limonen, CAS-Nr. [138-86-3]	11
5.2.41	Linalool, CAS-Nr. [78-70-6]	11
5.2.42	Linalylacetat, CAS-Nr. [115-95-7]	11
5.2.43	Hydroxyisohexyl-3-cyclohexencarboxaldehyd (Lyrall®), CAS-Nr. [31906-04-4]	11
5.2.44	3-Trimethylbenzolpropanol (Majantol®), CAS-Nr. [103694-68-4]	11
5.2.45	Menthol, CAS-Nr. [1490-04-6, 89-78-1]	11
5.2.46	Methylsalicylat, CAS-Nr. [119-36-8]	11
5.2.47	Methylheptincarbonat (Folione®), CAS-Nr. [111-12-6]	11
5.2.48	α -Pinen, CAS-Nr. [80-56-8]	11
5.2.49	β -Pinen, CAS-Nr. [127-91-3]	11
5.2.50	3-Propylidennaphthalid, CAS-Nr. [17369-59-4]	11
5.2.51	Salicylaldehyd, CAS-Nr. [90-02-8]	11
5.2.52	Santalol, CAS-Nr. [11031-45-1]	11
5.2.53	Sclareol, CAS-Nr. [515-03-7]	11
5.2.54	α -Terpinen, CAS-Nr. [99-86-5]	11
5.2.55	α -Terpineol, CAS-Nr. [98-55-5] für α -Terpineol; 5.2.55a für γ -Terpineol CAS-Nr. [586-81-2]; 5.2.55b für <i>cis</i> - β -Terpineol CAS-Nr. [138-87-4]; 5.2.55c für <i>trans</i> - β -Terpineol CAS-Nr. [7299-41-4]	12
5.2.56	Terpinolen, CAS-Nr. [586-62-9]	12
5.2.57	Vanillin, CAS-Nr. [121-33-5]	12
5.3	Interne Standards (ISTD)	12
5.3.1	1,4-Dibrombenzen (IS _A), CAS-Nr. [106-37-6], Reinheit $\geq$ 98 %	12
5.3.2	4,4'-Dibrombiphenyl (IS _B), v [92-86-4], Reinheit $\geq$ 98 %	12
6	Geräte	12
6.1	Gaschromatograph mit Flammenionisationsdetektor (GC-FID)	12
6.2	Gaschromatograph mit gekoppeltem Massenspektrometer (GC-MS)	12
6.2.1	Allgemeines	12
6.2.2	GC-MS-System	12
6.3	Kapillarsäulen für GC	13
6.4	Analysenwaage	13
7	Bedingungen für die Erfassung mit Massenspektrometern	13
7.1	Festlegung von Retentionszeiten und SIM-Fenster-Chromatograph	13
7.2	SIM-Fenster — Einstellung und Kriterien	14
7.3	Verifizierung des GC-MS-Scanmodus	14
8	Stamm- und Probenlösungen - Herstellung und Lagerung	14
8.1	Allgemeine Informationen	14
8.1.1	Wahl des Lösemittels	14
8.1.2	Sonstiges	15
8.2	Herstellung von Stammlösungen aus Referenzproben	15
8.3	Herstellung von Lösungen des internen Standards und Kalibrierlösungen	15
8.3.1	Allgemeines	15
8.3.2	Stammlösungen von internen Standards (entspricht 1 g/kg)	15
8.3.3	Konzentrationen von Kalibrierlösungen	16

8.3.4	Herstellen von Kalibrierlösungen.....	17
9	Probenanalyse.....	19
9.1	Allgemeines.....	19
9.2	Herstellung der Probe für die Analyse	19
9.3	Ablauf.....	19
9.3.1	Blindwertprobe.....	19
9.3.2	Kalibrierlösungen	19
9.3.3	Kontrolllösung	20
9.3.4	Proben.....	20
10	Datenvalidierung und -bearbeitung.....	21
10.1	Allgemeines.....	21
10.2	Untersuchung von Q-Werten	21
10.3	Relative Intensität charakteristischer Ionen in SIM	22
10.4	Relative Ionenintensität bei Anwendung von Scandaten.....	22
10.5	Schema zur Verifizierung der Daten und Angabe der Endkonzentration.....	22
10.6	Überprüfung des GC-MS-Scanmodus.....	22
10.7	Auswertung des Massenspektrums im SCAN-Modus.....	22
11	Untersuchungsbericht	23
12	Verweisungen:.....	23
	Anhang A (informativ) Bestimmung der Reinheit von Kalibriermitteln und Referenzproben.....	24
A.1	Allgemeine Informationen	24
A.2	Vollständige Charakterisierung der flüchtigen Bestandteile	26
A.2.1	Identifizierung der einzelnen Bestandteile der Referenzproben mittels GC-MS	26
A.2.2	Berechnung des vorhergesagten RRF (RRF_{pred})	26
A.2.3	Berechnung der Menge an flüchtigen Bestandteilen in den einzelnen Referenzproben.....	27
A.3	Bestimmung der Reinheit (%) aus RRF oder FID-Fläche in %	28
	Anhang B (informativ) GC-Kapillarsäulenparameter	31
	Anhang C (informativ) SIM-Ionen für SIM- oder SIM-SCAN-Anwendungen.....	32
	Anhang D (informativ) Beispiel für SIM-Fenster	40
	Anhang E (informativ) Beispiel für Chromatogramme.....	44
	Anhang F (normativ) Entscheidungsbaum zur Quantifizierung von mutmaßlichen Allergenen	46
	Anhang G (informativ) Herstellung von Stammlösungen aus Referenzproben	47
G.1	Allgemeine Informationen	47
G.2	Reinheit der Referenzprobe	47
G.3	Stammlösungen.....	48
G.3.1	Getrennte Stammlösungen von Allergenen (10 g/kg).....	48
	Anhang H (informativ) Kalibrierverfahren und Ansatz	53
H.1	Auftragen der Kalibrierkurve	53
H.1.1	Asymmetrie des Peaks und Auswirkung auf die Kalibrierung.....	53
H.1.2	Auswahl des internen Standards.....	53
H.1.3	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 mutmaßliche Allergene — Begründung	58
	Anhang K (informativ) Andere allgemeine Informationen.....	65