

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 $\geq 98\%$	11
5.3.2 4,4'-Dibrombiphenyl (IS _B), 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 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