SLOVENSKI STANDARD
oSIST prEN ISO 22818:2020

01-junij-2020

Tekstil - Določevanje SCCP in MCCP v tekstilnih izdelkih iz različnih matric z uporabo GC-NCI-MS (ISO/DIS 22818:2020)

Textiles - Determination of SCCP and MCCP in textile products out of different matrices by use of GC-NCI-MS (ISO/DIS 22818:2020)

Textilien - Bestimmung von SCCP und MCCP in textilen Produkten aus verschiedener Matrices mittels GC-NCI-MS (ISO/DIS 22818:2020)

Textiles - Détermination des paraffines chlorées à chaîne courte (SCCP) et moyenne (MCCP) dans des produits textiles sur différentes matrices par GC-NCI-MS (ISO/DIS 22818:2020)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
SIST EN ISO 22818:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2692058-2bf5-402a-8f7f-a8bc03a8b189/sist-en-iso-22818-2021

Ta slovenski standard je istoveten z: prEN ISO 22818

ICS:

59.080.01 Tekstilije na splošno Textiles in general

oSIST prEN ISO 22818:2020 de

2003-01.Slovenski inštitut za standardizacijo. Razmnoževanje celote ali delov tega standarda ni dovoljeno.

oSIST prEN ISO 22818:2020

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

SIST EN ISO 22818:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2692058-2bf5-402a-8f7f-a8bc03a8b189/sist-en-iso-22818-2021

oSIST prEN ISO 22818:2020

EUROPÄISCHE NORM

EUROPEAN STANDARD

NORME EUROPÉENNE

ENTWURF
prEN ISO 22818

April 2020

ICS 59.060.01

Deutsche Fassung

Textilien - Bestimmung von SCCP und MCCP in textilen Produkten aus verschiedener Matrices mittels GC-NCI-MS (ISO/DIS 22818:2020)

Textiles - Determination of SCCP and MCCP in textile products out of different matrices by use of GC-NCI-MS (ISO/DIS 22818:2020)

Textiles - Détermination des paraffines chlorées à chaîne courte (SCCP) et moyenne (MCCP) dans des produits textiles sur différentes matrices par GC-NCI-MS (ISO/DIS 22818:2020)

Dieser Europäische Norm-Entwurf wird den CEN-Mitgliedern zur parallelen Umfrage vorgelegt. Er wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 248 erstellt.

Wenn aus diesem Norm-Entwurf eine Europäische Norm wird, sind die CEN-Mitglieder gehalten, die CEN-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Dieser Europäische Norm-Entwurf wurde von CEN in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch) erstellt. Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem CEN-CENELEC-Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevante Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Warnvermerk : Dieses Schriftstück hat noch nicht den Status einer Europäischen Norm. Es wird zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt. Es kann sich noch ohne Ankündigung ändern und darf nicht als Europäischen Norm in Bezug genommen werden.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
SIST EN ISO 22818:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2692b58-2b5e-402a-8575-

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

© 2020 CEN Alle Rechte der Verwertung, gleich in welcher Form und in welchem Verfahren, sind weltweit den nationalen Mitgliedern von CEN vorbehalten.

oSIST prEN ISO 22818:2020

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 3

Vorwort ... 4

Einleitung ... 5

1 Anwendungsbereich ... 6

2 Normative Verweisungen ... 6

3 Begriffe ... 6

4 Kurzbeschreibung ... 6

5 Reagenzien ... 6

6 Geräte ... 7

7 Herstellung von Kalibrierlösungen ... 7
7.1 Herstellung der SCCP-Kalibrierlösung (5 µg/ml) mit einem Chlorierungsgrad von 59 % ... 7
7.2 Herstellung der SCCP-Kalibrierlösung (50 µg/ml) mit einem Chlorierungsgrad von 59 % ... 8
7.3 Herstellung der SCCP-Kalibrierlösung (75 µg/ml) mit einem Chlorierungsgrad von 59 % ... 8
7.4 Herstellung der MCCP-Kalibrierlösung (5 µg/ml) mit einem Chlorierungsgrad von 55 % ... 8
7.5 Herstellung der MCCP-Kalibrierlösung (50 µg/ml) mit einem Chlorierungsgrad von 55 % ... 8
7.6 Herstellung der MCCP-Kalibrierlösung (75 µg/ml) mit einem Chlorierungsgrad von 55 % ... 8

8 Probenahme von Messproben ... 8
8.1 Extraktion von Messproben ... 8
8.2 Verfahren zur Schwefelsäure-Aufreinigung ... 8

9 GC-MS-Bestimmung ... 9
9.1 Tägliche Kalibrierung ... 9
9.2 Verwendete Ionen ... 9

10 Auswertung ... 10

11 Interferenzen ... 10
11.1 Interferenzen von MCCP-Massen ... 10
11.2 Interferenzen von SCCP-Massen ... 11

12 Prüfbericht ... 11

Anhang A (normativ) Integration mit der Auswertung der Peak-Form (PSE) ... 12

Anhang B (informativ) Chromatographische Parameter (siehe ISO/FDIS 18219:2014) ... 21

Anhang C (informativ) Zuverlässigkeit der Methode ... 23

Literaturhinweise ... 24

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
SIST EN ISO 22818:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2692058-2bf5-402a-8f7f-a8bc03a8b189/sist-en-iso-22818-2021

oSIST prEN ISO 22818:2020

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 22818:2020) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 38 „Textiles“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 248 „Textilien und textile Erzeugnisse“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 22818:2020 wurde von CEN als prEN ISO 22818:2020 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
SIST EN ISO 22818:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2692058-2bf5-402a-8f7f-a8bc03a8b189/sist-en-iso-22818-2021

oSIST prEN ISO 22818:2020

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

SIST EN ISO 22818:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71-a8bc03a8b169/sist-en-iso-22818-2021

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 38, *Textiles,* erarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

oSIST prEN ISO 22818:2020

Einleitung

Kurzkettige chlorierte Paraffine (SCCPs, en: short-chain chlorinated paraffins) (C10-C13; Chlorgehalt > 48 %) sind im Stockholmer Übereinkommen über persistente organische Schadstoffe (en: Stockholm Convention on Persistent Organic Pollutants) aufgeführt.

In Europa sind nach VERORDNUNG (EG) Nr. 850/2004 DES EUROPÄISCHEN PARLAMENTS UND DES RATES vom 29. April 2004 über persistente organische Schadstoffe, geändert durch die Verordnung (EU) 2015/2030 der Kommission vom 13. November 2015, Artikel 3, Abschnitt 1, in Verbindung mit Anhang I, Alkane C10-C13, Chlor- (kurzkettige chlorierte Paraffine) (SCCPs) (CAS Nr. 85535-84-8), als Bestandteile von Artikeln verboten. Artikel, die SCCPs in Konzentrationen von weniger als 0,15 % Massenanteil enthalten, sind zulässig.

Darüber hinaus ist es zur industriellen Praxis geworden, auch die Alkane C14-C17, Chlor- (mittelkettige Chlorparaffine) (MCCPs, en: middle-chain chlorinated paraffins) einzuschränken.

SCCP und MCCP werden als Flammschutzmittel in Textilien, als Weichmacher in Polymeren und als Zurichtungsmittel in Leder verwendet. SCCP und MCCP sind ein Thema für Hersteller von Textilien und Einzelhändler, da sie in Stoffen, beschichteten Stoffen, Plastisoldrucken, Knöpfen, Lederaufnähern usw. verwendet werden.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
SIST EN ISO 22818:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/89d5ec1f-1f8a-4f8a-a2f8-5c2c2f1
aufbd1ae8/sist-en-iso-22818-2021

Die Analyse chlorierter Paraffine ist eine große Herausforderung Die technischen Verbindungen sind stets Substanzen komplexer Stoffgemische mit unterschiedlichen Kettenlängen und unterschiedlichen Chlorierungsgraden. Die Trennung dieser Gemische mittels GC (Gaschromatographie) zeigt einen sich überschneidenden Teil der Kettenlänge (zwischen kurz- und mittelkettig) und auch der Chlorierungsgrade. Die Responses der verschiedenen Chlorierungsgrade variieren in einem großen Bereich. Diese Norm beschreibt ein Verfahren, um vergleichbare Ergebnisse für SCCPs und MCCPs mit einem festgelegten Kalibrierstandard der am häufigsten verwendeten Mischungen (59 % Chlorierungsgrad für SCCPs und 55 % Chlorierungsgrad für MCCPs) und unter Verwendung von vier Ion-Spuren für SCCPs und vier Ion-Spuren für MCCPs mittels GC-NCI-MS (Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion nach negativer chemischer Ionisierung, en: gas chromatography negative ion chemical ionization mass spectrometry) zu erhalten.

oSIST prEN ISO 22818:2020

WARNUNG — Dieses Dokument erfordert die Anwendung von Substanzen/Verfahren, die für die Gesundheit und die Umwelt schädlich sein können, wenn die entsprechenden Bedingungen nicht eingehalten werden. Es wird lediglich auf die technische Eignung Bezug genommen, und der Anwender wird von den rechtlichen Verpflichtungen in Bezug auf Gesundheit, Sicherheit und Umwelt in keiner Weise entbunden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein chromatographisches Verfahren für die Bestimmung der Menge an kurzkettigen und mittelkettigen chlorierten Paraffinen (SCCP: C10-C13 und MCCP: C14-C17) mittels Lösemittelextraktion und GC-NCI-MS in textilen Artikeln fest, insbesondere in Polymeren der beschichteten Stoffe, Drucke aus Polymer und Knöpfe aus Polymer (z. B. Polyvinylchlorid).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

ISO 4787:2010, *Laboratory glassware — Volumetric instruments — Methods for testing of capacity and for use*

3 Begriffe

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

SIST EN ISO 22818:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f8f8f88-2bf5-402a-8f7f-a8bc03a8b189/sist-en-iso-22818-2021

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter http://www.iso.org/obp

— IEC Electropedia: verfügbar unter http://www.electropedia.org/

4 Kurzbeschreibung

Die Messproben werden mit Toluol extrahiert, gefolgt von einer Schwefelsäure-Aufreinigung. Die Analyse wird mittels GC-NCI-MS mit einem festgelegten Kalibrierstandard und 8 typischen Ion-Spuren durchgeführt.

Es muss hervorgehoben werden, dass dieses Verfahren ein konventionelles Verfahren ist. Alle Schritte müssen wie beschrieben durchgeführt werden. Abweichungen in der Durchführung führen zu abweichenden Ergebnissen.

5 Reagenzien

Wenn nicht anders festgelegt, sind analysenreine Chemikalien zu verwenden.

5.1 n-Hexan

5.2 Toluol

5.3 IS-Lösung A: Lindan als interner Standard in Lösung (IS), etwa ρ = 100 µg IS/ml in n-Hexan

5.4 IS-Lösung B: IS-Lösung A (5.3) wird von 1 bis 50 verdünnt. Lindan als interner Standard in Lösung (IS), etwa ρ = 2 µg IS/ml in n-Hexan

oSIST prEN ISO 22818:2020

5.5 Konzentrierte Schwefelsäure (ρ = 1,84 g/ml bei 20 °C)

Standardlösungen

5.6 SCCP 55,5 % Cl technische Reinheit, ρ = 100 µg/ml Cyclohexan

5.7 SCCP 63 % Cl technische Reinheit, ρ = 100 µg/ml Cyclohexan

5.8 MCCP 52 % Cl technische Reinheit, ρ = 100 µg/ml Cyclohexan

5.9 MCCP 57 % Cl technische Reinheit, ρ = 100 µg/ml Cyclohexan

ANMERKUNG Handelsübliche Lösungen sind auf dem Markt erhältlich.

6 Geräte

Es sind die üblichen Laborgeräte und Laborgeräte aus Glas nach ISO 4787 sowie zusätzlich folgende Geräte anzuwenden:

6.1 Pipetten in den erforderlichen Größen und einstellbare Pipetten.

6.2 Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von mindestens 1 mg.

6.3 Dicht verschließbare Viale mit den Nennvolumen von 20 ml und etwa 2 ml, geeignet für Lösemittelextraktion, Schwefelsäure-Aufreinigung und GC-MS-Analyse.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.4 Ultraschallbad, mit steuerbarer Heizung, die eine Temperatur von etwa 60 °C aufrechterhalten kann.

6.5 Verdampfungsvorrichtung, z. B. Heizblock mit einem kontrollierten Gasfluss über die Flüssigkeit oder Vakuum-Rotationsverdampfer mit Vakuumsteuerung.

SIST EN ISO 22818:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2692058-2bf5-402a-8f7f-
[illegible]89/sist-en-iso-22818-2021

6.6 Membranfilter, Porenweite 0,45 µm.

6.7 Vortex-Rührwerk.

6.8 Schüttler, der ein effizientes Mischen der Phasen sicherstellt.

ANMERKUNG Ein horizontaler Schüttler mit einer Mindestfrequenz von 5 s^{-1} und einer Weglänge von 2 cm bis 5 cm hat sich als geeignet erwiesen.

6.9 Gaschromatograph, gekoppelt mit einem massenselektiven Detektor mit negativer chemischer Ionisierung, GC-NCI-MS-System.

ANMERKUNG Eine Beschreibung der chromatographischen Geräte ist in Anhang B enthalten.

7 Herstellung von Kalibrierlösungen

7.1 Herstellung der SCCP-Kalibrierlösung (5 µg/ml) mit einem Chlorierungsgrad von 59 %

53,3 µl der SCCP 55,5 % Cl Standardlösung und 46,7 µl der SCCP 63 % Cl Standardlösung sind in einen 2-ml-Messkolben zu übertragen. 40 µl der IS-Lösung A (5.3) werden hinzugefügt, und der Kolben wird bis zur Marke mit n-Hexan aufgefüllt.

oSIST prEN ISO 22818:2020

7.2 Herstellung der SCCP-Kalibrierlösung (50 µg/ml) mit einem Chlorierungsgrad von 59 %

533 µl der SCCP 55,5 % Cl Standardlösung und 467 µl der SCCP 63 % Cl Standardlösung sind in einen 2-ml-Messkolben zu übertragen. 40 µl der IS-Lösung A (5.3) werden hinzugefügt, und der Kolben wird bis zur Marke mit n-Hexan aufgefüllt.

7.3 Herstellung der SCCP-Kalibrierlösung (75 µg/ml) mit einem Chlorierungsgrad von 59 %

800 µl der SCCP 55,5 % Cl Standardlösung und 700 µl der SCCP 63 % Cl Standardlösung sind in einen 2-ml-Messkolben zu übertragen. 40 µl der IS-Lösung A (5.3) werden hinzugefügt, und der Kolben wird bis zur Marke mit n-Hexan aufgefüllt.

7.4 Herstellung der MCCP-Kalibrierlösung (5 µg/ml) mit einem Chlorierungsgrad von 55 %

40 µl der MCCP 52 % Cl Standardlösung und 60 µl der MCCP 57 % Cl Standardlösung sind in einen 2-ml-Messkolben zu übertragen. 40 µl der IS-Lösung A (5.3) werden hinzugefügt, und der Kolben wird bis zur Marke mit n-Hexan aufgefüllt.

7.5 Herstellung der MCCP-Kalibrierlösung (50 µg/ml) mit einem Chlorierungsgrad von 55 %

400 µl der Standardlösung MCCP 52 % Cl und 600 µl der Standardlösung MCCP 57 % Cl werden in einen 2-ml-Messkolben übertragen. 40 µl der IS-Lösung A (5.3) werden hinzugefügt, und der Kolben wird bis zur Marke mit n-Hexan aufgefüllt.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
SIST EN ISO 22818:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2692058-2bf5-402a-8f7f-

7.6 Herstellung der MCCP-Kalibrierlösung (75 µg/ml) mit einem Chlorierungsgrad von 55 %

600 µl der MCCP 52 % Cl Standardlösung und 900 µl der MCCP 57 % Cl Standardlösung sind in einen 2-ml-Messkolben zu übertragen. 40 µl der IS-Lösung A (5.3) werden hinzugefügt, und der Kolben wird bis zur Marke mit n-Hexan aufgefüllt.

ANMERKUNG Jedes Laboratorium ist für die Validierung verantwortlich und hat festzustellen, dass die erforderlichen Bestimmungsgrenzen erreicht werden.

8 Probenahme von Messproben

Das Material sollte in kleine Stücke von 3 mm bis 5 mm geschnitten werden.

8.1 Extraktion von Messproben

Mit der Analysenwaage werden etwa (0,5 ± 0,01) g der Messprobe in das verschließbare Gefäß eingewogen. Es werden 5 ml Toluol (5.2) hinzugefügt. Wenn die Messprobe nicht ausreichend in das Extraktionslösemittel eingetaucht ist, ist mehr Lösemittel hinzuzugeben und das Endvolumen zur Berechnung der SCCP- und MCCP-Menge anzugeben. Das Gefäß ist dicht zu verschließen und die Messprobe bei etwa 60 °C für (60 ± 5) min in einem Ultraschallbad zu extrahieren. Es ist auf Raumtemperatur (weniger als 27 °C) abzukühlen.

8.2 Verfahren zur Schwefelsäure-Aufreinigung

Es sind 2 ml des Toluol-Extrakts (8.1) zur Trockne zu verdampfen, 2 ml der IS-Lösung B (5.4) zugegeben, der Rückstand ist durch das Vortex-Rührwerk über 30 Sekunden oder horizontales Schütteln (5 min) erneut aufzulösen, die Lösung ist durch ein Membranfilter zu filtrieren. Es sind 1 ml des Filtrats zu nehmen und

oSIST prEN ISO 22818:2020

0,5 ml Schwefelsäure (5.5) hinzuzufügen, es ist 30 min mit einem horizontalen Schüttler zu schütteln. Eine effiziente Durchmischung der Phasen muss sichergestellt werden. Nach der Trennung der Phasen (optionale Zentrifugation) sind 0,5 ml der oberen Phase (n-Hexan) in ein anderes Vial zu geben, das Vial ist zu verschließen und der Extrakt ist zu analysieren.

ANMERKUNG Die interne Standardlösung muss nach der Extraktion zugegeben werden, da ihre Konzentration durch die Extraktion auf andere Weise als bei SCCP/MCCP beeinflusst werden kann (aufgrund ihrer unterschiedlichen chemischen Eigenschaften).

9 GC-MS-Bestimmung

Die Lösung muss mit GC-NCI-MS analysiert werden. Anhang B.1 enthält ein Beispiel für ein geeignetes GC-NCI-MS-Verfahren.

Das Einlasssystem muss sich in einem sauberen Zustand befinden und optimiert sein, siehe Bilder in Anhang B.2.

9.1 Tägliche Kalibrierung

Es ist erforderlich, mindestens eine Drei-Punkt-Kalibrierung zu verwenden, siehe 7, jede dieser Kalibrierlösungen muss einzeln analysiert werden. SCCP und MCCP sind getrennt zu kalibrieren.

Die quantitative Bestimmung ist mit interner Standardkorrektur durchzuführen.

Bei langen Sequenzen kann es erforderlich sein, mehr als einmal zu kalibrieren. Die Notwendigkeit zur Kalibrierung ist anhand von Qualitätskontrollproben zu überprüfen.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

9.2 Verwendete Ionen

In Tabelle 1 sind die Ionen aufgeführt, die zur quantitativen Bestimmung von SCCP und MCCP verwendet werden sollten. In Tabelle 2 sind die Ionen angegeben, die für den internen Standard Lindan verwendet werden können.

SIST EN ISO 22818:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b0b0b0b-0b0b-0b0b-0b0b-0b0b0b0b0b0b/sist-en-iso-22818-2021
a8bc03a8b189/sist-en-iso-22818-2021

Die Quantifier-Peakflächen des Standards sind zu addieren und mit der Standardkonzentration gleichzusetzen. Die Quantifier-Peakflächen der Probe sind ebenfalls zu addieren, und die Konzentration ist mit den Responses der Kalibrierstandards zu berechnen.

Selbst wenn ein oder mehrere Kettenlängen-Peaks fehlen, ist anzunehmen, dass die Messprobe für SCCP oder MCCP positiv ist.

Um ein quantitatives Ergebnis zu erhalten, muss jede Peakfläche des Chromatogramms des Extrakts unter dem höchsten Kalibrierpunkt liegen, wenn nicht, ist der Extrakt mit IS-Lösung B (5.4) in diesem Bereich zu verdünnen oder es ist festzulegen, dass das Ergebnis größer als das berechnete Ergebnis ist.

Tabelle 1 — Massen zur quantitativen und qualitativen Bestimmung von SCCP und MCCP

CP-Gruppe	Substanz	Quantifier *m/z*	Qualifier *m/z*
SCCP	C10Cl7	347	349
	C11Cl7	361	363
	C12Cl7	375	377
	C13Cl7	389	391