

DIN EN ISO 22818

ICS 59.060.01

Einsprüche bis 2020-05-27

Entwurf**Textilien –****Bestimmung von SCCP und MCCP in textilen Produkten aus verschiedener Matrices mittels GC-NCI-MS (ISO/DIS 22818:2020);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 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);
German and English version prEN ISO 22818:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-03-27 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

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

Gesamtumfang 44 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales 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 (Vereinigtes Königreich) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-05-12 AA „Textilchemische Prüfverfahren und Fasertrennung“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 4787:2010	siehe	DIN EN ISO 4787:2011-05
ISO 18219:2015	siehe	DIN EN ISO 18219:2016-02

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 4787:2011-05, *Laborgeräte aus Glas — Volumenmessgeräte — Prüfverfahren und Anwendung (ISO 4787:2010, korrigierte Fassung 2010-06-15); Deutsche Fassung EN ISO 4787:2011*

DIN EN ISO 18219:2016-02, *Leder — Bestimmung von chlorierten Kohlenwasserstoffen in Leder — Chromatographisches Verfahren für kurzkettige Chlorparaffine (SCCP) (ISO 18219:2015); Deutsche Fassung EN ISO 18219:2015*

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)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.10b

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

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.

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).

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.

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.

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 Flammenschutzmittel 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.

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.

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 Lösemittlextraktion 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

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

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

- 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 $\rho = 100 \mu\text{g IS/ml}$ 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 $\rho = 2 \mu\text{g IS/ml}$ in n-Hexan

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

Standardlösungen

5.6 SCCP 55,5 % Cl technische Reinheit, $\rho = 100$ µg/ml Cyclohexan

5.7 SCCP 63 % Cl technische Reinheit, $\rho = 100$ µg/ml Cyclohexan

5.8 MCCP 52 % Cl technische Reinheit, $\rho = 100$ µg/ml Cyclohexan

5.9 MCCP 57 % Cl technische Reinheit, $\rho = 100$ 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 Vials mit den Nennvolumen von 20 ml und etwa 2 ml, geeignet für Lösemittlextraktion, Schwefelsäure-Aufreinigung und GC-MS-Analyse.

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.

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.

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.

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 $(0,5 \pm 0,01)$ 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

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.

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.

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 <i>m/z</i>	Qualifier <i>m/z</i>
SCCP	C10Cl7	347	349
	C11Cl7	361	363
	C12Cl7	375	377
	C13Cl7	389	391

CP-Gruppe	Substanz	Quantifier <i>m/z</i>	Qualifier <i>m/z</i>
MCCP	C14Cl7	403	405
	C15Cl7	417	419
	C16Cl7	431	433
	C17Cl7	445	447
ANMERKUNG C12Cl7-Qualifier- und Quantifier-Ionen könnten und sollten aufgrund von Interferenzen von <i>m/z</i> 375 getauscht werden. C17Cl7 könnte aufgrund von Interferenzen und geringem Response kritisch sein.			

Tabelle 2 — Massen zur quantitativen und qualitativen Bestimmung des internen Standards Lindan

Lindan-IS	Quantifier <i>m/z</i>	Qualifier <i>m/z</i>
mögliche Ionen	325	327
mögliche Ionen	255	253
mögliche Ionen	255	257

10 Auswertung

Die Auswertung der Peak-Form (PSE, en: Peak Shape Evaluation) wurde erfolgreich geprüft und eingesetzt. Die Integration muss anhand der Auswertung der Peak-Form (siehe Anhang A) durchgeführt werden. Die Ergebnisse eines Ringversuchs und die Zuverlässigkeit des Verfahrens sind in Anhang C dargestellt.

Nach der Beurteilung der Peak-Form des Probenions unter Berücksichtigung der Peak-Form des Bezugsions des Standards wird der Peak in den Retentionszeitbereich des Standard-Peaks integriert. Überlagerungen durch interferierende Ionen können dadurch vermieden werden. Peaks mit nicht übereinstimmender Peak-Form werden zurückgewiesen und nicht integriert.

11 Interferenzen

11.1 Interferenzen von MCCP-Massen

Die Quantifier-Massen 431 und 445 müssen nur dann quantitativ bestimmt werden, wenn ihre Fläche über 10 % der Quantifier-Massen 403 oder 417 liegt und die Massen nicht gestört sind (Peak-Form-Kontrolle), siehe A.2.

Der C17Cl7-Quantifier (*m/z* 445) zeigt eine sehr geringe Response und zeigt eine Überlagerung mit SCCP-Ionen, daher sollten Bereiche zurückgewiesen werden, wenn Interferenzen durch SCCP bemerkt werden.

Die für die MCCP-Bestimmung genutzten Massen können durch höhere SCCP-Konzentrationen (> 1 %) gestört werden. In diesem Fall sollte das MCCP-Ergebnis als „n. t.“ mit der Bemerkung „kann aufgrund von Interferenzen durch SCCP in Konzentrationen über 1 % nicht bestimmt werden“ angegeben werden.

11.2 Interferenzen von SCCP-Massen

Der C11Cl7-Qualifier (m/z 363) kann eine erhebliche Interferenz bei hohen MCCP-Gehalten aufweisen. Wenn Peak-Form und Retentionszeit passen, ist es möglich, das abweichende Quantifier-/Qualifier-Verhältnis zu ignorieren. Dies ist im Prüfbericht anzumerken.

Der C12Cl7-Quantifier (m/z 375) kann auch Interferenzen bei hohen MCCP-Gehalten zeigen, in diesem Fall können Quantifier und Qualifier getauscht werden. Dies ist im Prüfbericht anzumerken.

12 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss auf dieses offizielle Verfahren verweisen und mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- a) Verweisung auf diese Norm;
- b) alle Einzelheiten, die für die vollständige Identifizierung der geprüften Probe erforderlich sind;
- c) Datum des Eingangs und Datum der Analyse;
- d) Abweichungen von der Vereinbarung der Bewertung oder vom Verfahren sollten festgelegt werden;
- e) Gehalte an nachgewiesenem SCCP und MCCP, angegeben in mg/kg.

Anhang A (normativ)

Integration mit der Auswertung der Peak-Form (PSE)

A.1 Verdünnung

Das TIC (Gesamtionen-Chromatogramm, en: Total Ion Chromatogram) sollte hinsichtlich der Signalstärke (Höhe) etwa im Bereich der 59 %igen SCCP-Standardlösung bzw. der 55 %igen MCCP-Standardlösung ($c = 50 \mu\text{g/ml}$) liegen.

A.2 Auswertung der Peak-Form (PSE)

- Peaks werden in Bezug auf die entsprechenden Peaks des Kalibrierstandards (siehe Bild A.1 bis Bild A.8) ausgewertet, hinsichtlich: Retentionszeit, Peak-Form, Quantifier/Qualifier-Verhältnis.
- Verteilung der Peak-Maxima und die gesamte Form müssen visuell ausgewertet werden.
- Nicht übereinstimmende Peaks sollten vollständig zurückgewiesen werden (siehe Bild A.4 und Bild A.8).
- Teilweise übereinstimmende Peaks: nur der übereinstimmende Bereich sollte integriert werden (siehe Bild A.3 als Beispiel für m/z 347 und Bild A.7 als Beispiel für m/z 431).
- Übereinstimmende Peaks werden über ihren gesamten Retentionszeitbereich integriert (siehe Bild A.2 und Bild A.6). Wenn offensichtliche Überlagerungen oder Interferenzen festgestellt werden, sollten diese weitestgehend von der Integration ausgeschlossen werden.
- MCCP zeigen einen geringen Response für m/z 445 und m/z 447 und die Form ist nicht so signifikant; wenn es andere typische Formen für die anderen Ionen von MCCP gibt, sind die Chromatogramme der Ionen m/z 445 und m/z 447 über den Retentionszeitbereich des Standardpeaks (siehe Bild A.6) zu integrieren.

A.3 Quantifier-/Qualifier-Verhältnis

Das Quantifier-/Qualifier-Verhältnis sollte dem Verhältnis des Standards entsprechen (eine Abweichung von $\pm 30\%$ ist annehmbar).

ANMERKUNG Der C11Cl7-Qualifier (m/z 363) kann eine erhebliche Überladung bei hohen MCCP-Gehalten aufweisen. Der C12Cl7-Quantifier (m/z 375) kann ebenfalls Interferenzen bei hohen MCCP-Gehalten aufweisen. Der C17Cl7-Quantifier (m/z 445) zeigt eine sehr geringe Response und zeigt eine Überlagerung mit SCCP-Ionen, daher sollten Bereiche zurückgewiesen werden, wenn Interferenzen durch SCCP bemerkt werden.