

DIN ISO 22634-1



ICS 65.160

Entwurf

Einsprüche bis 2018-12-26
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 22634:2012-01

**Zigaretten –
Bestimmung von Benzo[a]pyren im Hauptstromrauch von Zigaretten unter
Verwendung von GC/MS –
Teil 1: Verfahren mit Methanol als Extraktionsmittel (ISO 22634-1:2017);
Text Deutsch und Englisch**

Cigarettes –
Determination of benzo[a]pyrene in cigarette mainstream smoke using GC/MS –
Part 1: Method using methanol as extraction solvent (ISO 22634-1:2017);
Text in German and English

Cigarettes –
Dosage du benzo[a]pyrène dans le courant principal de la fumée de cigarette par GC/SM –
Partie 1: Méthode utilisant du méthanol comme solvant d'extraction (ISO 22634-1:2017);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-10-26 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 nal@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 Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 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 31 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort.....	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich.....	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	8
5 Prüfeinrichtung.....	8
6 Reagenzien.....	9
7 Standardlösungen	9
7.1 Allgemeines	9
7.2 Primäre B[a]P-Stammlösung.....	9
7.3 Sekundäre B[a]P-Stammlösung.....	9
7.4 B[a]P-d12-Stammlösung.....	9
7.5 B[a]P-d12-Aufstocklösung	9
7.6 Standard-Arbeitslösungen	9
7.7 Aufbewahrung von Standardlösungen	9
8 Probenvorbereitung.....	10
8.1 Probenahme	10
8.2 Abrauchen	10
8.3 Extraktion der Filter.....	10
8.4 Aufreinigung der Probe.....	10
9 Bestimmung.....	11
9.1 Betriebsbedingungen für GC/MS.....	11
9.2 Kalibrierung	11
9.3 B[a]P-Bestimmung	12
9.4 Berechnung.....	12
10 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	12
11 Prüfbericht.....	13
11.1 Allgemeines	13
11.2 Kenndaten der Zigarette	13
11.3 Angaben zur Probenahme	14
11.4 Beschreibung der Prüfung	14
11.5 Prüfergebnisse.....	14
Anhang A (informativ) Beispiel für das Chromatogramm eines Zigarettenrauchextrakts.....	15
Literaturhinweise.....	16

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 22634-1:2017, die vom Technischen Komitee ISO/TC 126 „Tobacco and tobacco products“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche/nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-04-01 AA „Tabak und Tabakerzeugnisse“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

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.

DIN ISO 22634 besteht unter dem allgemeinen Titel *Zigaretten — Bestimmung von Benzo[a]pyren im Hauptstromrauch von Zigaretten unter Verwendung von GC/MS* aus den folgenden Teilen:

— Teil 1: Verfahren mit Methanol als Extraktionsmittel

— Teil 2: Verfahren mit Cyclohexan als Extraktionsmittel

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

ISO 3308 siehe DIN ISO 3308

ISO 3402 siehe DIN ISO 3402

ISO 3696 siehe DIN ISO 3696

ISO 4387 siehe DIN ISO 4387

ISO 8243 siehe DIN ISO 8243

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 22634:2012-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Normnummer von DIN ISO 22634 wurde in DIN ISO 22634-1 geändert, da ein neuer Teil 2 von DIN ISO 22634 erarbeitet wurde;
- b) Titel der beiden Teile wurden entsprechend angepasst;
- c) Text wurde redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3308, *Zigaretten-Abrauchmaschine für Routineanalysen — Begriffe und Standardbedingungen (ISO 3308)*

DIN ISO 3402, *Tabak und Tabakerzeugnisse — Klima zum Konditionieren und Prüfen (ISO 3402)*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen (ISO 3696)*

DIN ISO 4387, *Zigaretten — Bestimmung des Rohkondensats und des nikotinfreien Trockenkondensats unter Verwendung einer Zigaretten-Abrauchmaschine für Routineanalysen (ISO 4387)*

DIN ISO 8243, *Zigaretten — Probenahme (ISO 8243)*

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von ISO Technischen Komitees 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 Themen 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.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komite ISO/TC 126, *Tobacco and tobacco products*, erarbeitet.

Diese erste Ausgabe von ISO 22634-1 ersetzt ISO 22634:2008, die geringfügig geändert wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- die Nummer von ISO 22634 wurde in ISO 22634-1 geändert, da ein neuer Teil 2 von ISO 22634 erarbeitet wurde;
- die Titel der zwei Teile wurden entsprechend modifiziert;
- der Text wurde redaktionell überarbeitet.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 22634 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

Einleitung

Zwischen 1999 und 2003 wurden von einer Arbeitsgruppe bestehend aus Mitgliedern der CORESTA (Cooperation Centre for Scientific Research Relative to Tobacco) die vorliegenden Verfahren zur Bestimmung von Benzo[a]pyren (B[a]P) im Hauptstromrauch von Zigaretten untersucht. Für diese Bestimmung wurden verschiedene Verfahren vorgeschlagen, denen hauptsächlich zwei Arten analytischer Methodik zugrunde liegen: Hochleistungsflüssigchromatographie (HPLC) mit Fluoreszenzdetektion und Gaschromatographie/Massenspektrometrie (GC/MS). In beiden Fällen ist es erforderlich, den Extrakt des Rauchkondensats vor der Durchführung der Chromatographie aufzureinigen, um eine genaue Auftrennung des B[a]P-Peaks zu erhalten.

Die Arbeitsgruppe entschloss sich zunächst dazu, ein HPLC-Verfahren mit Fluoreszenzdetektion zu entwickeln. Nach mehreren Ringversuchen stellte sich jedoch heraus, dass es technisch sehr schwierig sein würde, die anfänglich beobachtete Variabilität wesentlich zu reduzieren. Die Arbeitsgruppe entschied danach, ein GC-MS-Verfahren als alternatives Verfahren zu prüfen und konnte durch Ringversuche nachweisen, dass mit dieser Verfahrensweise eine geringere Variabilität erreicht werden kann.

Dieses Dokument, das im Rahmen von Ringversuchen von vielen Laboratorien in zahlreichen Ländern erstellt wurde, liefert eine optimierte Verfahrensweise für die Bestimmung von B[a]P im Hauptstromrauch von Zigaretten. Die Wiederhol- und Vergleichspräzision dieses Verfahrens wurden gemäß den Empfehlungen der ISO festgelegt und sind in dieser Norm enthalten.

Kein einzelnes maschinelles Abrauchverfahren kann menschliches Rauchverhalten in seinen verschiedenen Ausprägungen beschreiben:

- es wird empfohlen, dass Zigaretten zusätzlich unter anderen maschinellen Abrauchbedingungen als die in diesem Dokument festgelegten geprüft werden;
- aus produkttechnischen Gründen und für regulatorische Zwecke ist es sinnvoll, Zigaretten maschinell abzurauen, um Informationen über Zigarettenrauchbestandteile zu erhalten. Jedoch können aus der Darstellung der maschinell ermittelten Messergebnisse beim Konsumenten Missverständnisse bezüglich Exposition und Risiko unterschiedlicher Marken entstehen;
- Ergebnisse maschinellen Abrauchens dürfen als ein Beitrag zur Risikobewertung herangezogen werden. Sie sind jedoch weder vorgesehen noch geeignet, als Maß möglicher menschlicher Exposition oder Risiko zu dienen. Die Anwendung von ISO-Normen zur Prüfung von Produkten ist dann missbräuchlich, wenn Messergebnisse unterschiedlicher Produkte als Unterschiede in Exposition oder Risiko kommuniziert werden.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Dokument beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, vor dessen Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und dafür Sorge zu tragen, dass behördliche und gesetzliche Maßnahmen eingehalten werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung von Benzo[a]pyren (B[a]P) im Rohkondensat des Hauptstromrauchs von Zigaretten mithilfe von Gaschromatographie/Massenspektrometrie (GC/MS) mit Methanol als Extraktionsmittel fest.

Dieses Verfahren wurde unter Anwendung der Abrauchparameter nach ISO 3308 validiert und ist technisch mit anderen Abrauchverfahren kompatibel.

Ein alternatives Verfahren zur B[a]P-Bestimmung mit anderer Aufreinigung unter Anwendung einer Cyclohexanlösung und einer reduzierten Analysenlauf ist in ISO 22634-2 festgelegt.

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 3308, *Routine analytical cigarette-smoking machine — Definitions and standard conditions*

ISO 3402, *Tobacco and tobacco products — Atmosphere for conditioning and testing*

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 4387, *Cigarettes — Determination of total and nicotine-free dry particulate matter using a routine analytical smoking machine*

ISO 8243, *Cigarettes — Sampling*

3 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

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

— IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>

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

4 Kurzbeschreibung

- Probenahme der zu prüfenden Zigaretten.
- Konditionierung der zu prüfenden Zigaretten.
- Abrauchen der zu prüfenden Zigaretten nach dem in ISO 4387 festgelegten Abrauchverfahren.
- Extraktion des gesammelten Rohkondensats aus dem Glasfaserfilter mit Methanol.
- Verdünnung des Methanolextraktes mit Wasser.
- Extrahieren der Wasser-/Methanollösung mittels einer Cyclohexyl-Festphasenextraktions(CH-SPE)-Kartusche, gefolgt von der Elution des B[a]P mit Cyclohexan.
- Analytische Bestimmung von B[a]P mittels Gaschromatographie/Massenspektrometrie.

5 Prüfeinrichtung

Übliche Laborgeräte und Ausrüstung, insbesondere die Folgenden:

5.1 Zigaretten-Abrauchmaschine für Routineanalysen, die die Anforderungen nach ISO 3308 erfüllt und die für das Abrauchen nach ISO 4387 ausgerüstet ist.

5.2 Gaschromatograph mit Massendetektor, ausgerüstet mit einem rechnergestützten Steuer-, Datenerfassungs- und -verarbeitungssystem. Dieses System muss das Massenspektrometer so steuern können, dass chromatographische Daten im Einzelionendetektions(SIM)-Modus erhalten werden können. Der Gaschromatograph muss für die Durchführung von splitlosen Injektionen auf eine Kapillarsäule konfiguriert sein. Es wird empfohlen, den Gaschromatographen mit einem automatischen Probengeber für die Probeninjektion auszustatten.

5.3 Kapillarsäule aus Quarzglas, z. B. eine 5%ige stationäre Phase aus Methylphenylpolysiloxan und eine 30 m lange Säule mit einem Innendurchmesser von 0,25 mm und einer Filmdicke von 0,25 µm sind für diese Analyse geeignet.

ANMERKUNG Es können andere Säulen verwendet werden, vorausgesetzt, dass eine entsprechende Peaktrennung erhalten wird.

5.4 Rotationsverdampfer oder gleichwertige Apparatur.

5.5 Vorrichtung für die Probenvorbereitung unter Vakuum oder gleichwertige Apparatur.

5.6 Festphasenextraktions-Kartuschen, mit einem Volumen von 6 ml, mit 1 g Phase, Cyclohexyl gebunden an Kieselgel, sind geeignet.

5.7 Gasdichte Spritzen, mit einem Fassungsvermögen von 25 µl, 100 µl, 250 µl und 1 000 µl.

5.8 Übliche Laborausrüstung, für die Aufbereitung von Proben sowie Herstellung von Standards und Reagenzien. Alle Glasgeräte müssen vor der Anwendung gereinigt werden, um jegliche Verunreinigungen zu vermeiden.

6 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen von analytischer Reinheit sein.

6.1 Methanol, bekannter Reinheitsgrad von mindestens 99 %, CAS 67-56-1.

6.2 Wasser, entsprechend der Qualität 2 der ISO 3696 oder besser.

6.3 Cyclohexan, bekannter Reinheitsgrad von mindestens 99 %, CAS 110-82-7.

6.4 Toluol, bekannter Reinheitsgrad von mindestens 99 %, CAS 108-88-3.

6.5 Benzo[a]pyren, bekannter Reinheitsgrad von mindestens 98 %, CAS 50-32-8.

6.6 Benzo[a]pyren-d12, bekannter Reinheitsgrad von mindestens 98 %, CAS 63466-71-7.

WARNUNG — Benzo[a]pyren und Benzo[a]pyren-d12 sind Karzinogene. Beim Umgang mit diesen Verbindungen oder mit jeglichen Lösungen, die diese Verbindungen enthalten, müssen entsprechende Sicherheitsvorkehrungen getroffen werden.

7 Standardlösungen

7.1 Allgemeines

Die Verwendung von zertifizierten B[a]P- und B[a]P-d12-Lösungen als Referenzmaterial ist möglich.

7.2 Primäre B[a]P-Stammlösung

10 mg B[a]P auf 0,01 mg genau, werden in einen 10 ml-Messkolben eingewogen, in Toluol gelöst und bis zur Marke aufgefüllt.

7.3 Sekundäre B[a]P-Stammlösung

1 ml der primären B[a]P-Stammlösung (7.2) wird in einem 100 ml-Messkolben mit Methanol verdünnt und bis zur Marke aufgefüllt.

7.4 B[a]P-d12-Stammlösung

10 mg B[a]P-d12, auf 0,01 mg genau, werden in einen 10 ml-Messkolben eingewogen, in Toluol gelöst und bis zur Marke aufgefüllt.

7.5 B[a]P-d12-Aufstocklösung

Mit einer Gasinjektionsspritze werden 100 µl der B[a]P-d12-Stammlösung (7.4) in einen 100-ml-Messkolben überführt und mit Methanol bis zur Marke aufgefüllt. Diese Lösung hat eine Massenkonzentration von etwa 1 µg/ml.

7.6 Standard-Arbeitslösungen

Es werden sechs Standard-Arbeitslösungen hergestellt, die den zu untersuchenden Konzentrationsbereich abdecken. Beispielsweise werden 20 µl der B[a]P-d12-Stammlösung (7.4) und 10 µl bis 2 000 µl der sekundären B[a]P-Stammlösung (7.3) in jeweils einen 100 ml-Messkolben überführt und mit Cyclohexan bis zur Markierung aufgefüllt. Diese Lösungen haben eine Massenkonzentration von etwa 0,2 µg/ml B[a]P-d12 und Massenkonzentrationen von 1 ng/ml bis 200 ng/ml B[a]P.

7.7 Aufbewahrung von Standardlösungen

Die Standardlösungen (7.2 bis 7.6) sind bis zu 6 Monate stabil, wenn sie bei –18 °C aufbewahrt werden.

8 Probenvorbereitung

8.1 Probenahme

Die Probenahme der Zigaretten wird nach ISO 8243 vorgenommen.

8.2 Abrauchen

Die Proben werden nach ISO 3402 konditioniert und nach ISO 4387 abgeraucht. Üblicherweise sollten 5 Zigaretten auf einen Glasfaserfilter mit einem Durchmesser von 44 mm sowie 20 Zigaretten auf einen Glasfaserfilter mit einem Durchmesser von 92 mm abgeraucht werden. Glasfaserfilter mit einem Durchmesser von 44 mm können bis zu 150 mg Rohkondensat (en: total particulate matter, TPM) aufnehmen und Filter mit einem Durchmesser von 92 mm bis zu 600 mg. Wenn diese Menge überschritten wird, muss die Anzahl der Zigaretten verringert werden. Bei Produkten mit einem geringen Kondensatanteil darf eine höhere Anzahl von Zigaretten abgeraucht werden, um einen minimalen TPM-Wert von 10 mg für einen 44-mm-Filter und einen minimalen TPM-Wert von 20 mg für einen 92-mm-Filter zu erhalten.

8.3 Extraktion der Filter

8.3.1 Der Filter wird aus dem Filterhalter entnommen, doppelt gefaltet (mit dem Rohkondensat auf der Innenseite), und die Innenfläche des Filterhalters wird mit dem Filter ausgewischt. Siehe ISO 4387 für Zusatzinformationen.

8.3.2 Der Filter wird in einen Erlenmeyerkolben (100 ml für einen 44-mm-Filter; 200 ml für einen 92-mm-Filter) überführt.

8.3.3 Bei einem 44-mm-Filter werden 20 ml Methanol in den Kolben gegeben, danach werden 200 µl der B[a]P-d12-Aufstocklösung (7.5) mit einer geeigneten Spritze hinzugefügt. Bei einem 92-mm-Filter müssen 50 ml Methanol in den Kolben gegeben werden, danach werden 400 µl der B[a]P-d12-Aufstocklösung (7.5) mit einer geeigneten Spritze hinzugefügt.

8.3.4 Der Kolben wird kräftig geschüttelt, bis sich der Filter zersetzt hat. Die Lösung wird dann durch eine Glasfilternutsche filtriert oder es muss eine Papierfiltration erfolgen.

8.3.5 Der Filtrierrückstand wird bei einem 44-mm-Filter mit etwa 15 ml Methanol und bei einem 92-mm-Filter mit etwa 25 ml Methanol gewaschen. Diese Waschlösung wird dem Filtrat hinzugefügt und mit Methanol auf folgendes Volumen aufgefüllt: Bei einem 44-mm-Filter ≥ 40 ml bzw. bei einem 92-mm-Filter ≥ 80 ml Methanol. Zur Vereinfachung können höhere Endvolumina verwendet werden, ohne jedoch die Lösung unnötig zu verdünnen.

8.3.6 Ein Aliquote der bei 8.3.5 erhaltenen Lösung wird in einen Scheidetrichter überführt. Das für dieses Verfahren geeignete Volumen dieses Aliquotes darf 40 ml nicht überschreiten. Ein geringerer Aliquote kann jedoch verwendet werden, um die Elutionszeit während des Aufreinigungsschrittes (siehe 8.4.2) zu verkürzen.

8.3.7 Durch Zugabe von Wasser in den Scheidetrichter wird eine Lösung mit 60 % Wasser und 40 % Methanol hergestellt, die dann durchmischt wird. Wenn in 8.3.6 beispielsweise ein Aliquote von 40 ml verwendet wird, werden 60 ml Wasser hinzugefügt.

8.4 Aufreinigung der Probe

8.4.1 Die CH-SPE-Kartusche wird vor der Anwendung vorkonditioniert, indem zuerst 10 ml Methanol und danach 10 ml einer Mischung aus Wasser und Methanol hindurchgeleitet werden (Massenanteil 60:40).

8.4.2 In die Vorrichtung für die Probenvorbereitung unter Vakuum wird die Extraktionslösung (8.3.7) unter Vakuum mit einer Fließgeschwindigkeit von etwa 2 ml/min (1 Tropfen je Sekunde) durch die CH-SPE-Kartusche hindurchgeleitet. Der Scheidetrichter wird mit 10 ml einer Mischung aus Wasser und Methanol ausgespült (Volumenanteil 60 : 40). Die Kartusche wird mindestens 30 min im Luftstrom getrocknet.