

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_444	Allergène ciblé M-444

Données de validation principales

Généralités

Recherche et dosage d'un allergène bien ciblé dans un gant.

Conditions analytiques

1 injecteur :

PASSEUR AUTOMATIQUE

Température d'utilisation _____ 20 °C

Volume injecté _____ 2 µL

1 colonne :

Colonne _____ ■ PHASE INVERSE

Nature phase _____ ■ Phényl hexyl

Granulométrie _____ 3 µm

Longueur _____ 100 mm

Diamètre _____ 2,1 mm

Température d'utilisation _____ 30 °C

Commentaires _____ Colonne utilisée pour la mise au point : UHPLC Peek column-GL Sciences-InertSustain Phenylhexyl[®], mais en dehors de la recherche des dithiocarbamates de zinc (ZBEC, ZDBC, ZDEC, ZDEC), l'utilisation d'une colonne en PEEK n'est pas obligatoire.

1 détecteur :

MS/MS

Phase mobile	Pourcentage	Présence d'un tampon	Nature tampon	Commentaires / Débit
ACETONITRILE	2	non		A (voir gradient ci-dessous)
EAU ULTRAPURE	96	non		B
ACIDE ACETIQUE 5% VV	2	oui	ZnSO ₄ 2,5 10 ⁻⁴ M*	C

Recommandations particulières :

Débit d'élution 0,4 mL/min

(*) En dehors de la recherche des dithiocarbamates de zinc (ZBEC, ZDBC, ZDEC, ZDEC), la saturation de l'éluant à l'aide de sulfate de zinc n'est pas indispensable.

Gradient d'éluion

Temps (min)	A %	B %	C %
0	2	96	2
0,5	2	96	2
4	98	0	2
8,5	98	0	2
9	2	96	2
11	2	96	2

Attention :

Le compromis trouvé entre résolution, temps d'analyse et sélectivité **ne permet pas l'obtention de pics chromatographiques de forme optimale pour tous les composés recherchés.**

Conditions MS

Mode ion	ES +	ES -
Temp source °C	150	150
Temp désolvation °C	600	600
Débit désolvation L/h	650	650
Tension capillaire kV	3,5	2,5
Débit gaz de cône L/h	10	10

Le mode ES- est utilisé pour le Bisphénol A

Les données de transition sont fournies le tableau suivant.

Attention : Lors de l'analyse d'un dithiocarbamate de zinc*, il est recommandé de rechercher également les thiurames (* afin de s'assurer que son absence éventuelle dans l'extrait, ne résulte pas de sa dégradation en thiurame).

Attention : Lors de l'analyse d'un thiurame *, il est recommandé de rechercher également les dithiocarbamates (* afin de s'assurer que le thiurame dosé dans l'extrait, ne résulte pas d'une dégradation du ou des dithiocarbamates de zinc présents dans le gant).

Nom de l'allergène abréviation	t1	t2	t3	mode	M/Z1	M/Z2	E1	E2	ratio	Solvant solution mère	Solution fille (10 µg/mL)
Disulfure de tétraéthylthiurame TETD	4,83	4,0	5,5	ES+	297	116	20	10	1	Méthanol	Méthanol
					297	148	20	20	4,6		
Monosulfure de tétraméthylthiurame TMTM	3,98	3,0	4,5	ES+	209	88	20	10	1	Méthanol	Méthanol
					209	164	20	5	29,8		
Disulfure de tétraméthylthiurame TMTD	4,22	3,5	5,0	ES+	241	88	15	10	1	Acétonitrile	Méthanol
					241	120	15	15	1,7		
					241	196	15	5	3,6		
Hexasulfure de dipentaméthylène thiurame DPTT pic1	4,95	4,0	6,0	ES+	321	128	20	10	1	Acétone	Méthanol
					321	160	20	15	2,8		
					321	84	20	40	8,3		
Hexasulfure de dipentaméthylène thiurame DPTT pic2	5,18	4,0	6,0	ES+	192	128	30	15	1		

					192	69	30	25	1,7		
Disulfure de tétrabenzylthiurame TBzTD	5,62	5,0	6,5	ES+	545	91	20	25	1	Acétone	Méthanol
					545	240	20	10	1,6		
Disulfure de N,N'-diéthyl-N,N'-diméthylthiurame DEDMTD	4,56	4,0	5,5	ES+	269	116	20	10	1		Méthanol
					269	148	20	15	4,3		
2,2 Dithiobis(benzothiazole) MBTS	5,23	4,5	6,0	ES+	333	167	40	30	1	THF	Méthanol
					333	91	40	50	14,6		
2-Mercaptobenzimidazole MBI	3,19	2,5	4,0	ES+	151	93	50	25	1	Méthanol	Acide acétique
					151	118	50	25	1,7		
Mercaptobenzothiazole MBT	3,93	3,0	4,5	ES+	168	135	50	25	1	Méthanol	Méthanol
					168	124	50	20	2,0		
					168	109	50	25	2,3		
2(Morpholinothio)benzothiazole MMBT (mel MBT et MBTS)	4,04	3,5	5,0	ES+	221	177	50	20	1	THF	Méthanol
					221	109	50	40	1,3		
Ethylène thiourée ETU <i>Thiourées</i>	1,17	0,5	2,0	ES+	103	44	45	15	1	Méthanol	Méthanol
1,3 Diéthyl-2-thiourée DETU	2,99	2,0	3,5	ES+	133	46	20	10	1	Méthanol	Méthanol
					133	60	20	20	2,7		
					133	88	20	15	2,7		
1,3 Dibutyl-2-thiourée DBTU	4,17	3,5	5,5	ES+	189	74	20	10	1	Méthanol	Méthanol
					189	57	20	20	1,8		
N,N Alkylthiourées (DETU + DBTU) DATU et EBTU	3,72	3,0	4,0	ES+	161	74	20	10	1	Méthanol	Acide acétique
					161	46	20	10	1,1		
					161	116	20	10	15,4		
N,N Diphénylthiourée (Thiocarbanile) DPTU	4,16	3,5	5,0	ES+	229	94	40	20	1	Méthanol	Méthanol
					229	136	40	20	1,9		
Benzisothiazolone-Kathon BIT	3,25	2,5	4,0	ES+	152	109	50	20	1	Méthanol	Méthanol
					152	134	50	20	1,2		
					152	105	50	20	1,4		
Chlorométhyl(et méthyl) isothiazolone CMIT/(MIT)	3,02	2,5	4,0	ES+	150	87	40	30	1	Eau	Méthanol
					150	115	40	20	1,4		
					150	135	40	25	1,5		
Méthyl (et chlorométhyl) isothiazolone MIT/(CMIT)	1,97	1,0	2,5	ES+	116	101	40	20	1	Eau	Méthanol

					116	85	40	20	2,4		
Chloroacétamide CHAC	1,11	0,5	2,0	ES+	94	58	35	10	1	Méthanol	MeOH 500µg/mL
					94	77	35	10	3,6		
1,3 Diphénylguanidine DPG	2,815	2,0	3,5	ES+	212	77	30	40	1	Méthanol	Méthanol
					212	94	30	20	1,1		
					212	119	30	30	1,5		
1.3-Di- o-Tolyguanidine DOTG	2,95	2,0	3,5	ES+	240	108	40	20	1	Méthanol	Méthanol
					240	133	40	25	1,2		
					240	223	40	20	4,1		
Benzoate de méthyle BM	4,12	3,5	5,0	ES+	137	77	25	20	1	Méthanol	MeOH 100 µg/mL
					137	91	25	15	1,1		
					137	104	25	15	51,5		
Benzoate d'éthyle BE	4,35	3,5	5,0	ES+	151	123	25	10	1	Méthanol	Acide acétique
					151	79	25	20	0,8		
Benzoate de propyle BP	4,54	4,0	5,5	ES+	165	123	10	15	1	Méthanol	Acide acétique
					165	79	10	8	2,3		
4-Hydroxybenzoate de propyle HBP	4,04	3,5	5,0	ES+	181	95	15	20	1	Méthanol	Méthanol
					181	121	15	20	1,7		
					181	138	15	8	47,4		
Phosphate de tricrésyle TCP	5,07	4,5	6,0	ES+	369	91	60	40	1	Méthanol	Méthanol
					369	166	60	30	2,63		
					369	261	60	25	18,19		
Phosphate de triphényle TPP	4,78	4,0	5,5	ES+	327	152	60	35	1	Méthanol	Méthanol
					327	251	60	25	3,3		
					327	216	60	35	122,8		
Phosphite de triphényle T3P	5,16	4,5	6,0	ES+	311	217	40	20	1	Méthanol	Méthanol
					311	77	40	40	1		
					311	153	40	30	4,6		
Phosphate de tris [2-chloroéthyle] TCEP	4,01	3,5	5,0	ES+	287	125	30	15	1	Méthanol	Méthanol
					287	161	30	15	1,1		
					287	225	30	10	1,4		
Bisphénol A BPA	4,04	3,5	5,0	ES-	227	212	50	20	1	Méthanol	Méthanol
					227	133	50	25	2,6		
					227	93	50	25	9,6		

Paraphénylènediamine PDA	0,51	0	1,5	ES+	109	92	40	15	1	Dichlorométhane	Méthanol
					109	65	40	20	2,3		
Diméthylformamide DMF	1,35	0,5	2,0	ES+	74	46	35	10	1	Méthanol	Méthanol
Fumarate de diméthyle FD	3,56	3,0	4,5	ES+	145	113	25	10	1	Méthanol	MeOH 500 µg/mL
					145	85	25	15	2,3		
Chlorure de cétylpyridinium CPC	3,71	3,0	4,5	ES+	304	80	55	30	1	Méthanol	Méthanol
					304	71	55	25	8,4		
2-(2H-Benzotriazol-2-yl)-4-(tert-butyl)-6-(sec-butyl)phenol UV-350	5,64	5,0	6,5	ES+	324	268	50	20	1	Méthanol	Méthanol
					324	212	50	30	1,8		
Peroxyde de dibenzoyl BPO	4,74	4,0	5,5	ES+	118	77	50	15	1	Méthanol	MeOH 79µg/mL
Acrylate d'isobornyle IBOA	4,92	4,0	5,5	ES+	137	81	20	10	1	Méthanol	Acide acétique
					137	95	20	10	1,4		
4-(Benzyloxy)phénol ou monobenzyl hydroquinone BzPH	4,22	3,5	5,0	ES+	91	65	50	15	1	Méthanol	Acide acétique
Bis(dibenzylthiocarbamate) de zinc ZBEC	5,90	5,0	6,5	ES+	607	91	30	60	1	Acétone	Méthanol
					607	212	30	30	1,6		
					607	196	30	25	3,8		
Bis (dibutylthiocarbamate) de zinc ZDBC	5,90	5,0	6,5	ES+	471	172	30	25	1	Acétone	Méthanol
					471	116	30	30	1,2		
					471	268	30	20	7,0		
Diéthylthiocarbamate de zinc ZDEC	5,17	4,5	6,0	ES+	359	116	30	25	1	Acétone	Méthanol
					359	88	30	25	2,6		
					359	212	30	25	8,7		
Diméthylthiocarbamate de zinc ou ziram ZDMC	4,70	4,0	5,5	ES+	303	88	40	25	1	Acétone	Méthanol

t1 : temps de rétention (min)

t2 : temps de début d'acquisition (min)

t3 : temps de fin d'acquisition (min)

m/z 1 : ion parent

m/z 2 : ion fils

E1 : tension de cône (V)

E2 : énergie de collision (V)

Ratio : ratio d'aire de pic attendu

Informations complémentaires

Liste des 43 allergènes pour lesquels la méthode a été validée.

Famille	Nom de l'allergène	Abréviation	CAS	Masse	Formule
---------	--------------------	-------------	-----	-------	---------

				molaire	
Thiurames	Disulfure de tétraéthylthiurame	TETD	97-77-8	296,5	C ₁₀ H ₂₀ N ₂ S ₄
	Monosulfure de tétraméthylthiurame	TMTM	97-74-5	208,4	C ₆ H ₁₂ N ₂ S ₃
	Disulfure de tétraméthylthiurame	TMTD	137-26-8	240,43	C ₆ H ₁₂ N ₂ S ₃
	Disulfure de tétrabenzylthiurame	TBzTD	10591-85-2	544,82	C ₃₀ H ₂₈ N ₂ S ₄
	Disulfure de N,N-diéthyl-N',N'-diméthylthiurame	DEDMTD	84145-11-9	268,48	C ₈ H ₁₆ N ₂ S ₄
	Hexasulfure de dipentaméthylèthiurame	DPTT	971-15-3	448,8	C ₁₂ H ₂₀ N ₂ S ₈
Thiazoles	Disulfure de benzothiazole	MBTS	120-78-5	332,49	C ₁₄ H ₈ N ₂ S ₄
	2-Mercaptobenzimidazole	MBI	583-39-1	150,2	C ₇ H ₆ N ₂ S
	Mercaptobenzothiazole	MBT	149-30-4	167,3	C ₇ H ₅ NS ₂
	2-(Morpholinothio)benzothiazole (mél de 2- MBT et MBTS)	MMBT	102-77-2	252,4	C ₁₁ H ₁₂ N ₂ OS ₂
Thiourées	Ethylene thiourée	ETU	96-45-7	102	C ₃ H ₆ N ₂ S
	1,3-Diéthyl-2-thiourée	DETU	105-55-5	132	(C ₂ H ₅ NH) ₂ CS
	1,3-Dibutyl-2-thiourée	DBTU	109-46-6	188	C ₉ H ₂₀ N ₂ S
	N,N-Alkylthiourées (mel DETU et DBTU)	DATU			
	Ethylbutylthiourée	EBTU	32900-06-4	160,28	C ₇ H ₁₆ N ₂ S
	N,N-Diphénylthiourée (Thiocarbanilide)	DPTU	102-08-9	228	C ₁₃ H ₁₂ N ₂ S
Thiazolinones	Benzisothiazolone-Kathon	BIT	2634-33-5	151,19	C ₇ H ₅ NOS
	Isothiazolones (Méthy- et)Chlorométhylisothiazolone	CMIT/MIT	CMIT 26172-55-4 MIT 2682-20-4 Mélange 55965-84-9	CMIT 149,6 MIT 115,15	C ₄ H ₄ CINOS C ₄ H ₅ NOS
Amides	Chloroacétamide	CHAC	79-07-2	93,5	C ₂ H ₄ CINO
Guanidines	1,3-Diphényl guanidine	DPG	102-06-7	211	C ₁₃ H ₁₃ N ₃
	1,3-Di- o-Tolyguanidine	DOT	97-39-2	239,32	C ₁₅ H ₁₇ N ₃
Parabens	Benzoate de méthyle	BM	93-58-3	136,15	C ₈ H ₈ O ₂
	Benzoate d'éthyle	BE	93-89-0	150,17	C ₉ H ₁₀ O ₂
	Benzoate de propyle	PB	2315-68-6	164,2	C ₁₀ H ₁₂ O ₂
	4 Hydroxybenzoate de propyle	HBP	94-13-3	180,2	C ₁₀ H ₁₂ O ₃
Phosphates	Phosphate de tricrésyle	TCP	78-30-8	368,4	C ₂₁ H ₂₁ O ₄ P
	Phosphate de triphényle	TPP	115-86-6	326,3	C ₁₈ H ₁₅ O ₄ P
	Triphényl phosphite	T3P	101-02-0	310,3	C ₁₈ H ₁₅ O ₃ P
	Phosphate de tris [2-chloroéthyle]	TCEP	115-96-8	285,49	C ₆ H ₁₂ Cl ₃ O ₄ P
Bisphénols	Bisphénol A	BPA	80-05-7	228,29	C ₁₅ H ₁₆ O ₂
Diamines aromatiques	Paraphénylènediamine	PDA	106-50-3	108,14	C ₆ H ₈ N ₂
Amides	Diméthylformamide	DMF	68-12-2	73	C ₃ H ₇ NO
Esters	Fumarate de diméthyle	FD	624-49-7	144,12	C ₆ H ₈ O ₄

Ammoniums quaternaires	Chlorure de cétylpyridinium	CPC	123-03-5	340	C ₂₁ H ₃₈ CIN
Phénols	2-(2H-Benzotriazol-2-yl) 4 (tert-butyl) 6 (sec-butyl)phenol	UV-350	36437-37-3	323,4	C ₂₀ H ₂₅ N ₃ O
Acyles	Peroxyde de benzoyle	BPO	94-36-0	242,23	C ₁₄ H ₁₀ O ₄
Acrylates	Acrylate d'isobornyle	I BOA	5888-33-5	208,3	C ₁₃ H ₂₀ O ₂
Hydroquinones	4-(Benzyloxy)phénol	BzPH	103-16-2	200,23	C ₁₃ H ₁₂ O ₂
Dithiocarbamates	Bis(dibenzylidithiocarbamate) de zinc	ZBEC	14726-36-4	610,19	C ₃₀ H ₂₈ N ₂ S ₄ Zn
	Bis(dibutylidithiocarbamate) de zinc	ZDBC	136-23-2	474,1	C ₁₈ H ₃₆ N ₂ S ₄ Zn
	Diéthylidithiocarbamate de zinc	ZDEC	14324-55-1	361,9	C ₁₀ H ₂₀ N ₂ S ₄ Zn
	Diméthylidithiocarbamate de zinc - ziram	ZDMC	137-30-4	305,8	C ₆ H ₁₂ N ₂ S ₄ Zn