

E DIN ISO 23646:2023-03 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2023-02-03

Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Organochlorpestiziden mittels Gaschromatographie mit massenselektiver Detektion (GC-MS) und Gaschromatographie mit Elektroneneinfangdetektion (GC-ECD) (ISO 23646:2022); Text Deutsch und Englisch

Soil quality - Determination of organochlorine pesticides by gas chromatography with mass selective detection (GC-MS) and gas chromatography with electron-capture detection (GC-ECD) (ISO 23646:2022); Text in German and English

Inhalt	Seite
Nationales Vorwort	5
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	6
Vorwort	7
Einleitung	8
1 Anwendungsbereich.....	9
2 Normative Verweisungen	10
3 Begriffe	11
4 Kurzbeschreibung.....	11
5 Störungen.....	12
5.1 Störungen bei Probenahme und Extraktion	12
5.2 Störungen bei der GC.....	12
6 Sicherheitshinweise	12
7 Reagenzien	13
7.1 Allgemeines.....	13
7.2 Reagenzien für die Extraktion.....	13
7.3 Reagenzien für die Aufreinigung.....	13
7.3.1 Aufreinigungsverfahren A mit Aluminiumoxid.....	13
7.3.2 Aufreinigungsverfahren B mit Kieselgel 60 für Säulenchromatographie	14
7.3.3 Aufreinigungsverfahren C mit Gelpermeationschromatographie (GPC)	14
7.3.4 Aufreinigungsverfahren D mit Florisil®.....	14
7.4 Reagenzien für die gaschromatographische Analyse	15
7.5 Standards	15
7.5.1 Allgemeines.....	15
7.5.2 Kalibrierstandards	15
7.5.3 Interne, Extraktions- und Injektionsstandards.....	15
7.6 Herstellung der Standardlösungen	18
7.6.1 Herstellung der OCP-Kalibrierstandardlösungen	18
7.6.2 Herstellung der internen Standardlösung	18
7.6.3 Herstellung der Injektionsstandardlösung.....	18
7.6.4 Herstellung der Lösung zur Überprüfung des Liners	19
8 Gerät.....	19
8.1 Extraktions- und Aufreinigungsverfahren.....	19
8.2 Gaschromatograph	20
8.2.1 Allgemeines.....	20
8.2.2 Kapillarsäulen	20

9	Probenlagerung und Probenvorbehandlung	20
9.1	Probenlagerung	20
9.2	Probenvorbehandlung	20
10	Durchführung	21
10.1	Blindwertbestimmung	21
10.2	Extraktion	21
10.2.1	Allgemeines	21
10.2.2	Extraktionsverfahren 1 — Schütteln oder Ultraschallanwendung	22
10.2.3	Extraktionsverfahren 2 — Hochdruck-Flüssigextraktion (PLE)	23
10.2.4	Extraktionsverfahren 3 — Soxhlet	23
10.3	Einengen	23
10.4	Aufreinigung des Extrakts	24
10.4.1	Allgemeines	24
10.4.2	Aufreinigungsverfahren A — Aluminiumoxid	24
10.4.3	Aufreinigungsverfahren B — Kieselgel	25
10.4.4	Aufreinigungsverfahren C — Gelpermeationschromatographie	25
10.4.5	Aufreinigungsverfahren D — Florisil® ²	25
10.5	Zugabe des Injektionsstandards	26
10.6	Gaschromatographische Bestimmung (GC)	26
10.6.1	Allgemeines	26
10.6.2	Einstellung des Gaschromatographen	26
10.7	Massenspektrometrie (MS)	26
10.7.1	Massenspektrometrische Bedingungen	26
10.7.2	Kalibrierung des Verfahrens mithilfe eines internen Standards	28
10.7.3	Messung	29
10.7.4	Identifizierung	29
10.7.5	Überprüfung der Verfahrensleistung	29
10.7.6	Berechnung	31
10.8	Elektroneneinfangdetektion (ECD)	31
10.8.1	Allgemeines	31
10.8.2	ECD-Bedingungen	32
10.8.3	Kalibrierung des Verfahrens mithilfe eines internen Standards	32
10.8.4	Messung	32
10.8.5	Identifizierung	32
10.8.6	Überprüfung der Leistung des ECD-Verfahrens	32
10.8.7	Berechnung	33
11	Verfahrenskenndaten	33
12	Präzision	34
13	Prüfberichte	34
Anhang A (informativ) Daten zur Wiederhol- und Vergleichpräzision		35
A.1	Ergebnisse des Ringversuchs für Boden	35
A.2	Ergebnisse des Ringversuchs für Sediment	37
Anhang B (informativ) Kalibrierstrategie		39
Anhang C (informativ) Beispiel für Bedingungen bei der Messung von OCP mittels GC-MS/MS		40
Literaturhinweise		42

Tabellen

Tabelle 1 — Matrizes, für die dieses Dokument anwendbar und validiert ist 8

Tabelle 2 — Zielanalyte dieses Dokuments 9

Tabelle 3 — Für unterschiedliche Matrices anzuwendende Extraktionsverfahren	21
Tabelle 4 — Aufreinigungsverfahren.....	24
Tabelle 5 — Bei der MS-Detektion zu verwendende diagnostische Ionen für OCP	27
Tabelle A.1 — Im Ringversuch zur Bestimmung von OCP in Boden untersuchte Materialien	35
Tabelle A.2 — Ergebnisse des Ringversuchs zur Bestimmung von OCP in Boden mittels GC-MS und GC-ECD	35
Tabelle A.3 — Ergebnisse des Ringversuchs zur Bestimmung von OCP in Sediment mittels GC-ECD	37
Tabelle C.1 — Parameter der GC-MS/MS.....	40