

E DIN EN ISO 22032:2025-05 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2025-04-18

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von polybromierten Diphenylethern (PBDE) in Sedimenten, Schwebstoffen und Biota - Verfahren mittels Gaschromatographie/Massenspektrometrie und der hochauflösenden Massenspektrometrie (GC-MS/MS; GC-HRMS) (ISO/DIS 22032:2025); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 22032:2025

Water quality - Determination of polybrominated diphenyl ethers (PBDE) in sediment, suspended (particulate) matter and biota - Method using gas chromatography-tandem mass spectrometry or high resolution mass spectrometry (GC-MS/MS; HRMS) (ISO/DIS 22032:2025); German and English version prEN ISO 22032:2025

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort.....	10
Vorwort.....	11
Einleitung.....	12
1 Anwendungsbereich.....	13
2 Normative Verweisungen.....	14
3 Begriffe.....	14
4 Grundlage des Verfahrens.....	15
5 Störungen.....	15
6 Reagenzien und Standards.....	16
7 Geräte.....	19
8 Probenahme und Probenvorbereitung.....	20
9 Durchführung.....	20
9.1 Extraktion von Sediment-/Schwebstoffproben mittels PLE oder Soxhlet.....	20
9.2 Extraktion von Biotaprobe.....	21
9.2.1 PLE, Soxhlet-Extraktion oder Extraktion nach Twisselmann.....	21
9.2.2 Kaltextraktionsalternative (Biota).....	21
10 Probenextraktreinigung (Clean-up).....	22
11 Messung und Integration des Chromatogramms.....	24
12 Kalibrierung.....	25
12.1 Allgemeines.....	25
12.2 Schätzung des linearen Bereichs siehe ISO 8466-1:2021, 5.3.....	25
12.3 Kalibrierung des Messverfahrens mittels eines internen Standards, siehe ISO 8466-1:2021, 6.4.....	25
12.4 Injektionsstandard.....	25
13 Identifizierung.....	26
14 Quantifizierung.....	26
14.1 Quantifizierung mittels interner Standards, einschließlich Qualitätsprüfung der Wiederfindung der internen Standards, siehe ISO 8466-1, 6.4.....	26
14.2 Prüfung der Kalibrierungsgültigkeit, siehe ISO 8466-1, Abschnitt 7.....	26
15 Angabe der Ergebnisse.....	26

16	Analysenbericht.....	27
	Anhang A (normativ) Programm für Hochdruck-Flüssigextraktion.....	28
A.1	Programm für die Extraktion von Sedimenten/Schwebstoffen.....	28
A.2	Programm für die Extraktion von Biota	28
A.3	Soxhlet-Extraktion von Sediment- oder Schwebstoffproben.....	29
A.4	Extraktion von Biotaprobe nach Twisselmann.....	29
	Anhang B (normativ) Extraktreinigungsverfahren	30
B.1	Säulenchromatographische Extraktreinigung mit Schwefelentfernung mittels Schichten aus Silica-Gel/Schwefelsäure und Silica-Gel/Silbernitrat (kleine Säule)	30
B.2	Säulenchromatographische Extraktreinigung ohne Schwefelentfernung mittels Silica-Gel/Schwefelsäure (kleine Säule).....	30
B.3	Säulenchromatographische Extraktreinigung mittels Aluminiumoxid B Super I (6.10) unter Verwendung von Dichlormethan	31
B.4	Säulenchromatographische Extraktreinigung mittels Aluminiumoxid (6.11) und aktiviertem Kupferpulver	31
B.5	Gelchromatographische Extraktreinigung	32
B.6	Säulenchromatographische Extraktreinigung mit Schwefel- und Fettentfernung mittels Schichten aus imprägniertem Silica-Gel (große Säule)	32
B.7	Automatische Biotaextraktreinigung siehe (7.10).....	33
	Anhang C (informativ) Typische GC-MS-Bedingungen und <i>m/z</i> -Werte für die Identifizierung und Quantifizierung.....	35
C.1	Typische GC-Bedingungen.....	35
C.2	Typische <i>m/z</i> -Werte	36
	Anhang D (informativ) Beispiele für Arbeitslösungen für die Linearitätsprüfung und Kalibrierung.....	41
	Anhang E (informativ) Leistungsdaten.....	43
	Literaturhinweise	47

Bilder

	Bild 1 — Allgemeiner Aufbau polybromierter Diphenylether.....	13
	Bild A.1 — Twisselmann-Heißextraktor mit Kondensator, Glashülse und 500 ml bis 1 000 ml fassendem Rundkolben (EURL for halogenated POPs in feed and food (2022): Guidance Document on the Determination of Organobromine Contaminants, Analytical Parameters in food and feed, Version 1.1 vom 20. April 2022).....	29

Tabellen

	Tabelle 1 — Mit diesem Verfahren bestimmbare PBDE-Kongenerne.....	13
	Tabelle 2 — Liste der ¹³ C-markierten internen Standards	17
	Tabelle 3 — Extraktreinigungsverfahren für Sedimente und Schwebstoffe (siehe Anhang B).....	22
	Tabelle 4 — Extraktreinigungsverfahren für Biota.....	24
	Tabelle B.1 — Programm für die Extraktion von Sedimenten/Schwebstoffen, Zellvolumen z. B. 10 ml oder 22 ml.....	28
	Tabelle B.2 — Programm für die Extraktion von Biota, Zellvolumen z. B. 34 ml.....	28

Tabelle B.1 — Beispiel: Verfahrensparameter für eine Fraktionierung mit LC-Tech	34
Tabelle C.1 — Beispiele für Übergänge für die EI-MS/MS-Detektion.....	37
Tabelle C.2 — Beispiele für m/z-Werte mit hochauflösender MS-Detektion	38
Tabelle C.3 — Ionen für die Detektion nach negativer chemischer Ionisierung.....	40
Tabelle C.4 — Übergänge für die Detektion nach chemischer Ionisierung bei Atmosphärendruck	40
Tabelle D.1 — Beispiele für Arbeitslösungen für die Linearitätsprüfung und Kalibrierung	41
Tabelle E.1 — Leistungsdaten für Schwebstoffproben	43
Tabelle E.2 — Leistungsdaten für die Sedimentprobe.....	44
Tabelle E.3 — Leistungsdaten für die Fischmuskelprobe.....	44
Tabelle E.4 — Leistungsdaten für die Fischölprobe	45