# 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 Biotaproben** ... 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 Biotaproben 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 *m/z*-Werte für die Identifizierung und Quantifizierung ... 35**
**C.1 Typische GC-Bedingungen ... 35**
**C.2 Typische *m/z*-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-Kongenere ... 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**