

DIN ISO/TS 16780:2018-07 (D)

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung polychlorierter Naphthaline (PCN) - Verfahren mittels Gaschromatographie (GC) und Massenspektrometrie (MS) (ISO/TS 16780:2015)

Inhalt	Seite
Nationales Vorwort	4
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	6
Vorwort	7
1 Anwendungsbereich.....	8
2 Normative Verweisungen	9
3 Begriffe und Abkürzungen	9
3.1 Begriffe	9
3.2 Abkürzungen	13
4 Grundlage des Verfahrens	14
4.1 Extraktion	14
4.2 Reinigung	14
4.3 Identifizierung und Quantifizierung.....	14
4.4 Qualitätssicherung.....	15
5 Kontaminationen und Störungen.....	16
6 Reagenzien und Standards.....	18
7 Geräte und Materialien.....	24
8 Probenahme, Konservierung, Lagerung und Lagerungszeiten	27
8.1 Allgemeines	27
8.2 Lagerungszeiten.....	28
9 Qualitätssicherung und Qualitätskontrolle	28
9.1 Allgemeines	28
9.2 Dotierung	29
9.3 Bewertung der Wiederfindung der markierten Verbindungen.....	29
9.4 Verfahrensblindproben	29
9.5 QC-Prüfprobe	30
10 Kalibrierung.....	30
10.1 Betriebsbedingungen.....	30
10.2 Auflösung des Massenspektrometers.....	30
10.3 Ionen-Häufigkeitsverhältnis, Mindestniveaus, Signal-Rausch-Verhältnisse und absolute Retentionszeiten.....	30
10.4 Retentionszeit	31
10.5 Leistungsüberprüfung der Säulenauflösung.....	31
10.6 Kalibrierung mittels Isotopenverdünnung.....	31
10.7 Kalibrierung mittels internem Standard	32
10.8 Kombinierte Kalibrierung.....	33
11 Probenvorbereitung.....	33
11.1 Allgemeines	33
11.2 Schwebstoffbestimmung.....	34
11.3 Vorbereitung wässriger Proben, die höchstens 2 g/l Schwebstoff enthalten.....	34

12	Extraktion.....	35
12.1	Scheidetrichterextraktion von Filtraten und wässrigen Proben, die sichtbar keine Partikel enthalten	35
12.2	Festphasenextraktion (SPE) von Proben, die weniger als 2 g/l suspendierte Feststoffe enthalten	36
12.3	Soxhlet- oder PLE-Extraktion von Filtern oder Disks.....	37
12.4	Makrokonzentrierung	38
12.5	Mikro-Konzentrierung und Lösemittelaustausch	39
13	Extraktreinigung	40
13.1	Allgemeines.....	40
13.2	Rückextraktion mit Säure und Base.....	40
13.3	Gelpermeationschromatographie (GPC)	41
13.4	Kieselgel-Reinigung.....	42
13.5	Kohlenstoffsäule.....	43
13.6	Florisil-Reinigung.....	43
13.7	Silbernitrat-/Kieselgelsäule	44
14	HRGC/HRMS-Analyse	44
14.1	Allgemeines.....	44
14.2	MS-Auflösung.....	44
14.3	Kalibrierungsverifizierung	45
14.4	GC-Auflösung	45
14.5	Blindprobe.....	45
15	Qualitative Bestimmung	45
16	Quantitative Bestimmung.....	46
16.1	Quantifizierung durch Isotopenverdünnung.....	46
16.2	Quantifizierung mittels des internen Standardverfahrens.....	47
16.3	Bestimmung der Wiederfindung der markierten Verbindungen	47
16.4	Konzentration in der Probe	48
16.5	Angabe der Ergebnisse	48
17	Analysenbericht.....	49
Anhang A (informativ) Verwendung alternativer Massenspektrometriedetektoren (LRMS, MS-MS)		50
A.1	Allgemeines.....	50
A.2	Grundlage des Verfahrens.....	50
A.3	Störungen.....	50
A.4	Geräte.....	50
A.5	HRGC/LRMS- oder HRGC/MSMS-Analyse	50
A.6	Massenspektrometrische Detektion.....	51
Anhang B (informativ) Qualitätskontrolle sowie Anfangsgenauigkeit und Wiederfindung.....		54
B.1	Anfangsgenauigkeit und Wiederfindung.....	54
B.2	Prüfproben zur Qualitätskontrolle	54
B.3	Verfahrensgenauigkeit.....	55
Anhang C (informativ) Berechnung der toxischen Äquivalente.....		56
Anhang D (informativ) Vermeidung von Umweltverschmutzungen.....		57
Anhang E (informativ) Entsorgungsmanagement.....		58
Literaturhinweise.....		59