DIN EN 16694:2015-12 (D)

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von ausgewählten polybromierten Diphenylethern (PBDE) in Gesamtwasserproben - Verfahren mittels Festphasenextraktion (SPE) mit SPE-Disks in Verbindung mit Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS); Deutsche Fassung EN 16694:2015

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 3

Einleitung ... 4

1 Anwendungsbereich ... 5

2 Normative Verweisungen ... 5

3 Grundlage des Verfahrens ... 6

4 Störungen ... 6
4.1 Störungen bei Extraktion und Clean-up ... 6
4.2 Störungen bei GC-MS ... 6

5 Reagenzien ... 6

6 Geräte ... 9

7 Probenahme ... 10

8 Durchführung ... 10
8.1 Probenvorbereitung ... 10
8.2 Extraktion mittels SPE-Disks ... 10
8.3 Einengung des Lösemittels ... 11
8.4 Gaschromatographie und Massenspektrometrie ... 11
8.5 Identifizierung einzelner Verbindungen mittels GC-MS ... 12
8.6 Blindwertmessung ... 13

9 Kalibrierung ... 14
9.1 Kalibrierung mit internen Standards ... 14
9.2 Durchführung ... 14
9.2.1 Ermittlung des Geltungsbereiches des linearen Zusammenhangs ... 14
9.2.2 Zwei-Punkte-Kalibrierung über den gesamten linearen Bereich ... 14
9.2.3 Schätzung der Genauigkeit der Kalibrierung für die betrachtete Konzentration ... 15

10 Quantitative Bestimmung ... 16
10.1 Bestimmung der BDE-Konzentrationen in Gesamtwasserproben ... 16
10.2 Bestimmung der Wiederfindungsraten der internen Standards ... 17

11 Angabe der Ergebnisse ... 17

12 Analysenbericht ... 18

Anhang A (informativ) Geeignete Bedingungen für die Gaschromatographie und Beispiel-Chromatogramme ... 19
A.1 GC-HRMS-Bedingungen für die Chromatogramme in Bild A.1 ... 19
A.2 GC-MS/MS-Bedingungen für die Chromatogramme in Bild A.2 ... 22
A.3 GC-NCI-MS-Bedingungen für das Chromatogramm in Bild A.3 ... 24

Anhang B (informativ) Daten zur Wiederhol- und Vergleichpräzision ... 25

Anhang C (informativ) Beispiele für geeignete Festphasenextraktions-Scheiben ... 28

Anhang D (informativ) Clean-up-Verfahren ... 29

D.1 Reagenzien 29
D.2 Durchführung 29

Literaturhinweise 30