DIN EN ISO 18635:2016-10 (D)

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung kurzkettiger polychlorierter Alkane (SCCP) in Sediment, Klärschlamm und Schwebstoff - Gaschromatographisch-massenspektrometrisches Verfahren (GC-MS) unter Anwendung negativer chemischer Ionisation und Elektroneneinfang (ECNI) (ISO 18635:2016); Deutsche Fassung EN ISO 18635:2016

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 4
Vorwort 5
Einleitung 6
1 Anwendungsbereich 7
2 Normative Verweisungen 7
3 Grundlage des Verfahrens 8
4 Störungen 8
5 Reagenzien 9
6 Geräte 12
7 Probenahme und Probenvorbehandlung 13
8 Durchführung 13
8.1 Extraktion 13
8.2 Extraktreinigung (Clean-up) 14
8.3 Messung und Integration des Chromatogramms 14
8.4 Kalibrierung 15
8.4.1 Allgemeines 15
8.4.2 Grundkalibrierung 16
8.4.3 Bestimmung und Quantifizierung mittels der Kombination von Massenfragmenten 17
8.4.4 Berechnung der Ergebnisse 17
8.4.5 Qualitätsprüfungen zur internen Standardisierung 18
9 Angabe der Ergebnisse 18
10 Analysenbericht 18
Anhang A (normativ) Programm zur beschleunigten Lösemittelextraktion 19
Anhang B (informativ) Erläuterung der Kalibrierung der Summe von SCCP mit multipler linearer Regression 20
B.1 Einfache Kalibrierung mit linearer Regression und inverse Kalibrierung 20
B.2 Kalibrierung mittels multipler linearer Regression 22
B.3 Kalibrierung mittels multipler Regression für die Summe der SCCP 23
B.4 Massenspektrometrische Interpretation der ausgewählten Massenfragmente 25
Anhang C (informativ) Beispiele für typische GC-MS-Bedingungen 26
C.1 Beispiel 1 26
C.2 Beispiel 2 26
C.3 Beispiel 3 27
C.4 Beispiel 4 27
Anhang D (normativ) Alternatives Aufreinigungsverfahren (Clean-Up) für die Säulenchromatographie 28

D.1 Allgemeines **28**
D.2 Extraktion **28**
D.3 Säulenchromatographie **28**
D.4 Interferenzen mit chlorierten Chemikalien (technische Produkte) **29**
Anhang E (informativ) Alternatives Aufreinigungsverfahren für die Gelchromatographie **30**
Anhang F (informativ) Typische Chromatogramme für Standardlösungen mit 1 µg/ml **31**
Anhang G (informativ) Darstellung der Güte der Anpassung für eine Kalibrierung **32**
Anhang H (informativ) Beispiel für Wiederfindungsraten von Qualitätssicherungsstandards **33**
Anhang I (informativ) Chromatogramme realer Proben **35**
Anhang J (informativ) Verfahrenskenndaten **38**
Anhang K (informativ) Lösungen zur Qualitätskontrolle **39**
Literaturhinweise **41**