DIN ISO 23646:2023-09 (D)

Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Organochlorpestiziden mittels Gaschromatographie mit massenselektiver Detektion (GC-MS) und Gaschromatographie mit Elektroneneinfangdetektion (GC-ECD) (ISO 23646:2022)

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort 5
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise 6
Vorwort 7
Einleitung 8
1 Anwendungsbereich 9
2 Normative Verweisungen 10
3 Begriffe 11
4 Kurzbeschreibung 11
5 Störungen 12
5.1 Störungen bei Probenahme und Extraktion 12
5.2 Störungen bei der GC 12
6 Sicherheitshinweise 12
7 Reagenzien 13
7.1 Allgemeines 13
7.2 Reagenzien für die Extraktion 13
7.3 Reagenzien für die Aufreinigung 13
7.3.1 Aufreinigungsverfahren A mit Aluminiumoxid 13
7.3.2 Aufreinigungsverfahren B mit Kieselgel 60 für Säulenchromatographie 14
7.3.3 Aufreinigungsverfahren C mit Gelpermeationschromatographie (GPC) 14
7.3.4 Aufreinigungsverfahren D mit Florisil® 14
7.4 Reagenzien für die gaschromatographische Analyse 15
7.5 Standards 15
7.5.1 Allgemeines 15
7.5.2 Kalibrierstandards 15
7.5.3 Interne, Extraktions- und Injektionsstandards 15
7.6 Herstellung der Standardlösungen 18
7.6.1 Herstellung der OCP-Kalibrierstandardlösungen 18
7.6.2 Herstellung der internen Standardlösung 18
7.6.3 Herstellung der Injektionsstandardlösung 18
7.6.4 Herstellung der Lösung zur Überprüfung des Liners 19
8 Gerät 19
8.1 Extraktions- und Aufreinigungsverfahren 19
8.2 Gaschromatograph 20
8.2.1 Allgemeines 20
8.2.2 Kapillarsäulen 20
9 Probenlagerung und Probenvorbehandlung 20
9.1 Probenlagerung 20
9.2 Probenvorbehandlung 20
10 Durchführung 21
10.1 Blindwertbestimmung 21

10.2 Extraktion ... 21
10.2.1 Allgemeines ... 21
10.2.2 Extraktionsverfahren 1 — Schütteln oder Ultraschallanwendung ... 22
10.2.3 Extraktionsverfahren 2 — Hochdruck-Flüssigextraktion (PLE) ... 23
10.2.4 Extraktionsverfahren 3 — Soxhlet ... 23
10.3 Einengen ... 23
10.4 Aufreinigung des Extrakts ... 24
10.4.1 Allgemeines ... 24
10.4.2 Aufreinigungsverfahren A — Aluminiumoxid ... 24
10.4.3 Aufreinigungsverfahren B — Kieselgel ... 25
10.4.4 Aufreinigungsverfahren C — Gelpermeationschromatographie ... 25
10.4.5 Aufreinigungsverfahren D — Florisil®[2] ... 25
10.5 Zugabe des Injektionsstandards ... 26
10.6 Gaschromatographische Bestimmung (GC) ... 26
10.6.1 Allgemeines ... 26
10.6.2 Einstellung des Gaschromatographen ... 26
10.7 Massenspektrometrie (MS) ... 26
10.7.1 Massenspektrometrische Bedingungen ... 26
10.7.2 Kalibrierung des Verfahrens mithilfe eines internen Standards ... 28
10.7.3 Messung ... 29
10.7.4 Identifizierung ... 29
10.7.5 Überprüfung der Verfahrensleistung ... 29
10.7.6 Berechnung ... 31
10.8 Elektroneneinfangdetektion (ECD) ... 31
10.8.1 Allgemeines ... 31
10.8.2 ECD-Bedingungen ... 32
10.8.3 Kalibrierung des Verfahrens mithilfe eines internen Standards ... 32
10.8.4 Messung ... 32
10.8.5 Identifizierung ... 32
10.8.6 Überprüfung der Leistung des ECD-Verfahrens ... 32
10.8.7 Berechnung ... 33
11 Verfahrenskenndaten ... 33
12 Präzision ... 34
13 Prüfbericht ... 34
Anhang A (informativ) Daten zur Wiederhol- und Vergleichpräzision ... 35
A.1 Ergebnisse des Ringversuchs für Boden ... 35
A.2 Ergebnisse des Ringversuchs für Sediment ... 37
Anhang B (informativ) Kalibrierstrategie ... 39
Anhang C (informativ) Beispiel für Bedingungen bei der Messung von OCP mittels GC-MS/MS ... 40
Literaturhinweise ... 43

Tabellen

Tabelle 1 — Matrizes, für die dieses Dokument anwendbar und validiert ist ... 8
Tabelle 2 — Zielanalyte dieses Dokuments ... 9
Tabelle 3 — Für unterschiedliche Matrizes anzuwendende Extraktionsverfahren ... 21
Tabelle 4 — Aufreinigungsverfahren ... 24
Tabelle 5 — Bei der MS-Detektion zu verwendende diagnostische Ionen für OCP ... 27

Tabelle A.1 — Im Ringversuch zur Bestimmung von OCP in Boden untersuchte Materialien 35

Tabelle A.2 — Ergebnisse des Ringversuchs zur Bestimmung von OCP in Boden mittels GC-MS und GC-ECD 35

Tabelle A.3 — Ergebnisse des Ringversuchs zur Bestimmung von OCP in Sediment mittels GC-ECD 37

Tabelle C.1 — Parameter der GC-MS/MS 40