

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