

# 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® <sup>2</sup> .....	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

<b>Tabelle A.1 — Im Ringversuch zur Bestimmung von OCP in Boden untersuchte Materialien .....</b>	<b>35</b>
<b>Tabelle A.2 — Ergebnisse des Ringversuchs zur Bestimmung von OCP in Boden mittels GC-MS und GC-ECD .....</b>	<b>35</b>
<b>Tabelle A.3 — Ergebnisse des Ringversuchs zur Bestimmung von OCP in Sediment mittels GC-ECD .....</b>	<b>37</b>
<b>Tabelle C.1 — Parameter der GC-MS/MS.....</b>	<b>40</b>