DIN EN ISO 22032:2026-12 (D)

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von polybromierten Diphenylethern (PBDE) in Sedimenten, Schwebstoffen und Biota - Verfahren mittels Gaschromatographie gekoppelt mit Tandem-Massenspektrometrie (GC-MS/MS) oder mit der hochauflösenden Massenspektrometrie (GC-HRMS) (ISO 22032:2026); Deutsche Fassung EN ISO 22032:2026

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 8
Vorwort ... 9
Einleitung ... 10
1 Anwendungsbereich ... 11
2 Normative Verweisungen ... 11
3 Begriffe ... 11
4 Grundlage des Verfahrens ... 12
5 Störungen ... 13
6 Reagenzien und Standards ... 13
7 Geräte ... 16
8 Probenahme und Probenvorbereitung ... 18
9 Durchführung ... 18
9.1 Extraktion von Sediment- oder Schwebstoffproben mittels Flüssigextraktion unter Druck (PLE) oder Soxhlet ... 18
9.2 Extraktion von Biotaproben ... 19
9.2.1 PLE, Soxhlet-Extraktion oder Extraktion nach Twisselmann ... 19
9.2.2 Kaltextraktionsalternative (Biota) ... 19
10 Probenextraktreinigung (Clean-up) ... 19
11 Messung und Integration des Chromatogramms ... 22
12 Kalibrierung ... 23
12.1 Allgemeines ... 23
12.2 Schätzung des linearen Bereichs ... 23
12.3 Kalibrierung des Messverfahrens mittels eines internen Standards ... 23
12.4 Injektionsstandard ... 23
13 Identifizierung ... 24
14 Quantifizierung ... 24
14.1 Quantifizierung mittels interner Standards, einschließlich Qualitätsprüfung der Wiederfindung der internen Standards ... 24
14.2 Prüfung der Kalibrierungsgültigkeit ... 24
15 Angabe der Ergebnisse ... 25
16 Analysenbericht ... 25
Anhang A (normativ) Programm für Hochdruck-Flüssigextraktion ... 26
A.1 Programm für die Extraktion von Sedimenten und Schwebstoffen ... 26
A.2 Programm für die Extraktion von Biota ... 26
A.3 Soxhlet-Extraktion von Sediment- oder Schwebstoffproben ... 27

A.4 Extraktion von Biotaproben nach Twisselmann ... 27

Anhang B (normativ) Extraktreinigungsverfahren ... 28
B.1 Säulenchromatographische Extraktreinigung mit Schwefelentfernung mittels Schichten aus Silica-Gel/Schwefelsäure und Silica-Gel/Silbernitrat (kleine Säule) ... 28
B.2 Säulenchromatographische Extraktreinigung ohne Schwefelentfernung mittels Silica-Gel/Schwefelsäure (kleine Säule) ... 28
B.3 Säulenchromatographische Extraktreinigung mittels Aluminiumoxid B Super I (6.10) unter Verwendung von Dichlormethan ... 29
B.4 Säulenchromatographische Extraktreinigung mittels Aluminiumoxid (6.11) und aktiviertem Kupferpulver ... 29
B.5 Gelchromatographische Extraktreinigung ... 30
B.6 Säulenchromatographische Extraktreinigung mit Schwefel- und Fettentfernung mittels Schichten aus imprägniertem Silica-Gel (große Säule) ... 30
B.7 Automatische Extraktreinigung für Biota ... 31

Anhang C (informativ) Typische GC-MS-Bedingungen und *m/z*-Werte für die Identifizierung und Quantifizierung ... 34
C.1 Typische GC-Bedingungen ... 34
C.2 Typische *m/z*-Werte ... 35

Anhang D (informativ) Beispiele für Arbeitslösungen für die Linearitätsprüfung und Kalibrierung ... 40

Anhang E (informativ) Verfahrenskenndaten ... 42

Literaturhinweise ... 46

Bilder

Bild 1 — Allgemeiner Aufbau polybromierter Diphenylether ... 12

Bild A.1 — Twisselmann-Heißextraktor mit Kondensator, Glashülse und 500 ml bis 1 000 ml fassendem Rundkolben (adaptiert von [18]) ... 27

Tabellen

Tabelle 1 — Mit diesem Verfahren bestimmbare PBDE-Kongenere ... 12

Tabelle 2 — Liste der ^{13}C-markierten internen Standards ... 14

Tabelle 3 — Extraktreinigungsverfahren für Sedimente und Schwebstoffe (siehe Anhang B) ... 20

Tabelle 4 — Extraktreinigungsverfahren für Biota ... 21

Tabelle A.1 — Programm für die Extraktion von Sedimenten und Schwebstoffen ... 26

Tabelle A.2 — Programm für die Extraktion von Biota ... 26

Tabelle B.1 — Beispiel: Verfahrensparameter für eine Fraktionierung mit LC-Tech ... 32

Tabelle C.1 — Beispiele für Übergänge für die EI-MS/MS-Detektion ... 36

Tabelle C.2 — Beispiele für *m/z*-Werte mit hochauflösender MS-Detektion ... 37

Tabelle C.3 — Ionen für die Detektion nach negativer chemischer Ionisierung ... 39

Tabelle C.4 — Übergänge für die Detektion nach chemischer Ionisierung bei Atmosphärendruck 39

Tabelle D.1 — Beispiele für Arbeitslösungen für die Linearitätsprüfung und Kalibrierung 40

Tabelle E.1 — Verfahrenskenndaten für Schwebstoffproben (SPM) 42

Tabelle E.2 — Verfahrenskenndaten für die Sedimentprobe..... 43

Tabelle E.3 — Verfahrenskenndaten für die Fischmuskelprobe..... 44

Tabelle E.4 — Verfahrenskenndaten für die Fischölprobe 45