

E DIN EN ISO 13646:2024-02 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2024-01-19

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung ausgewählter Estrogene in Gesamtwasserproben - Verfahren mittels Festphasenextraktion (SPE) und anschließender Flüssigkeitschromatographie (LC) oder Gaschromatographie (GC) gekoppelt mit massenspektrometrischer Detektion (MS) (ISO/DIS 13646:2024); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 13646:2024

Water quality - Determination of selected estrogens in whole water samples - Method using solid phase extraction (SPE) followed by liquid chromatography (LC) or gas chromatography (GC) coupled to mass spectrometry (MS) detection (ISO/DIS 13646:2024); German and English version prEN ISO 13646:2024

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort.....	10
Vorwort.....	11
Einleitung	12
1 Anwendungsbereich.....	13
2 Normative Verweisungen	14
3 Begriffe	15
4 Grundlage des Verfahrens	17
5 Störungen.....	17
5.1 Allgemeines.....	17
5.2 Störungen bei Probenahme, Extraktion und Konzentration	18
5.3 Störungen während Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und Massenspektrometrie	19
5.4 Störungen während Gasphasen-Chromatographie und Massenspektrometrie	20
5.5 Störungen durch interne Standards.....	20
6 Reagenzien	20
7 Geräte.....	27
8 Probenahme.....	29
9 Durchführung	30
9.1 Allgemeines.....	30
9.2 Probenvorbereitung und Extraktion	32
9.2.1 Allgemeines.....	32
9.2.2 Probenvorbereitung.....	32
9.2.3 SPE-Kartuschen-Extraktion	33
9.2.4 SPE-Disk-Extraktion	34
9.3 (Auf-)Reinigung der Probe.....	35
9.3.1 Allgemeines.....	35
9.3.2 Grundlage des Verfahrens.....	35
9.3.3 Durchführung	35
9.4 Rekonzentration.....	36
9.5 Flüssigkeitschromatographie, gekoppelt mit Massenspektrometrie	36
9.5.1 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (LC)	36
9.5.2 Detektion.....	37
9.5.3 Derivatisierung	38

9.6	Gaschromatographie, gekoppelt mit Massenspektrometrie	39
9.6.1	Derivatisierung	39
9.6.2	Gaschromatographie (GC)	40
9.6.3	Detektion	40
10	Kalibrierung.....	41
10.1	Allgemeines.....	41
10.2	Kalibrierung durch Isotopenverdünnung.....	42
10.3	Prüfung der Kalibrierung.....	43
11	QA/QC.....	43
11.1	Bestimmung der Substanzen.....	43
11.2	Blindproben.....	43
12	Bestimmungsgrenze (LOQ)	44
13	Berechnung der Wiederfindung.....	44
13.1	Allgemeines.....	44
13.2	Berechnung der Wiederfindung des Analyten anhand von Proben	44
13.3	Wiederfindungsraten von internen Standards	45
14	Berechnung der Konzentration in der Probe.....	46
15	Angabe der Ergebnisse	46
16	Analysenbericht.....	46
17	Verfahrenskenndaten.....	47
Anhang A (informativ) Leistungsdaten.....		48
A.1	Ringversuch 1	48
A.2	Ringversuch 2	50
Anhang B (informativ) Beispiele für SPE-Extraktionsprotokolle		53
B.1	Beispiel Protokoll 1	53
B.2	Beispiel Protokoll 2	53
B.3	Beispiel Protokoll 3	53
B.4	Beispiel Protokoll 4	54
B.5	Beispiel Protokoll 5	54
Anhang C (informativ) Beispiele für SPE-Disk-Extraktionsprotokolle		55
C.1	Beispiel Protokoll 1	55
C.2	Beispiel Protokoll 2	55
C.3	Beispiel Protokoll 3	55
C.4	Beispiel Arbeitsvorschrift 4.....	56
Anhang D (informativ) Beispiele für Reinigungsprotokolle.....		57
D.1	Beispiel Protokoll 1	57
D.2	Beispiel Protokoll 2	57
D.3	Beispiel Protokoll 3	57
D.4	Beispiel Protokoll 4	58
D.5	Beispiel Protokoll 5	58
Anhang E (informativ) Beispiele für LC-MS/MS-Protokolle.....		59
E.1	Beispiel Protokoll 1	59
E.2	Beispiel Protokoll 2	60
E.3	Beispiel Protokoll 3	62
E.4	Beispiel Protokoll 4	64
E.5	Beispiel Protokoll 5	66
E.6	Beispiel Protokoll 6	68
Anhang F (informativ) Beispiel für ein LC-HRMS-Protokoll		72
F.1	Protokoll 1	72
F.2	Protokoll 2	73

Anhang G (informativ) Beispiele für GC-MS/MS-Protokolle	77
G.1 Beispiel Protokoll 1	77
G.2 Beispiel Protokoll 2	78
G.3 Beispiel Protokoll 3	80
Anhang H (informativ) Beispiele für GC-HRMS-Protokolle.....	82
H.1 Beispiel Protokoll 1	82
Literaturhinweise	84

Bilder

Bild 1 — Auflösung von chromatographischen Peaks	19
Bild 2 — Flussdiagramm einer möglichen Messstrategie.....	31
Bild E.1 — Chromatographische Trennung	63
Bild E.2 — Chromatographische Trennung	66
Bild E.3 — Chromatographische Trennung	68
Bild E.4 — Chromatographische Trennung	71
Bild F.1 — Chromatographische Trennung, Beispiel G2 (XIC von LC-HRMS)	75
Bild G.1 — Chromatographische Trennung.....	80

Tabellen

Tabelle 1 — Die Tabelle fasst die Namen, Abkürzungen, Strukturen, CAS-Nummern, Formeln, Molekulargewichte und log Kow der 5 ausgewählten Estrogene zusammen	13
Tabelle 2 — Die Tabelle fasst die Namen, Akronyme und CAS-Nummern der isotopenmarkierten Estrogene zusammen	23
Tabelle 2 — Definition von Indizes	42
Tabelle A.1 — Beschreibung der Ringversuchsproben	48
Tabelle A.2 — Verfahrenskennndaten für Probe 1 — Grundwasser (Langenau)	48
Tabelle A.3 — Verfahrenskennndaten für Probe 2 — Oberflächenwasser (Rhein, Düsseldorf)	49
Tabelle A.4 — Verfahrenskennndaten für Probe 3 — Oberflächenwasser (Lubenbach)	49
Tabelle A.5 — Verfahrenskennndaten für Probe 4 — Oberflächenwasser (Saale).....	50
Tabelle A.6 — Verfahrenskennndaten für Probe 5 — Behandeltes Abwasser(Kläranlage Duisburg-Vierlinden)	50
Tabelle A.7 — Beschreibung der Ringversuchsproben	51
Tabelle A.8 — Verfahrenskennndaten für Probe 1 — Oberflächenwasser (hohe Komplexität).....	51

Tabelle A.9 — Verfahrenskennndaten für Probe 2 — Oberflächenwasser (hohe Komplexität).....	52
Tabelle E.1 — Optimale Parameter für die LC-MS/MS-Analyse der nativen und markierten interessierenden Estrogene.....	60
Tabelle E.2 — Optimale Parameter für die LC-MS/MS-Analyse der nativen und markierten interessierenden Estrogene.....	61
Tabelle E.3 — Optimale Parameter für die LC-MS/MS-Analyse des nativen und markierten 17-alpha-Ethinylestradiols.....	62
Tabelle E.4 — Optimale Parameter für die LC-MS/MS-Analyse der nativen und markierten ausgewählten Estrogene	63
Tabelle E.5 — Optimale Parameter für die LC-MS/MS-Analyse der nativen und markierten ausgewählten Estrogene	65
Tabelle E.5 — Optimale Parameter für die LC-MS/MS-Analyse der nativen und markierten ausgewählten Estrogene	67
Tabelle E.6 — Optimale Parameter für die LC-MS/MS-Analyse der nativen und markierten interessierenden Estrogene.....	69
Tabelle F.1 — Optimale Parameter für die LC-HRMS-Analyse der nativen und markierten ausgewählten Estrogene	73
Tabelle F.1 — Massenübergänge (HRMS) von Substanzen.....	75
Tabelle F.2 — Optimale Parameter für die LC-HRMS-Analyse der nativen und markierten ausgewählten Estrogene	76
Tabelle G.1 — Optimale Parameter für die GC-MS/MS-Analyse der nativen und markierten interessierenden Estrogene Vorläufer- und Produkt-Ionen.....	77
Tabelle G.2 — Optimale Parameter für die GC-MS/MS-Analyse der nativen und markierten interessierenden Estrogene.....	79
Tabelle G.3 — Optimale Parameter für die GC-MS/MS-Analyse	81
Tabelle H.1 — Optimale Parameter für GC-HRMS.....	83