E DIN EN ISO 25652:2025-12 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2025-10-31

Boden, Sediment, Schlamm und Abfall - Analyse von PFAS durch HPLC und Massenspektrometrie (ISO/DIS 25652:2025); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 25652:2025

Sediment, Soil, sludge and waste - Analysis of PFAS by HPLC and mass spectrometry (ISO/DIS 25652:2025); German and English version prEN 25652:2025

Inhalt/Contents

Seite

Europäisches Vorwort . . . 4
Vorwort . . . 5
Einleitung . . . 6
1 Anwendungsbereich . . . 7
2 Normative Verweisungen . . . 13
3 Begriffe . . . 13
4 Grundlage des Verfahrens . . . 13
5 Störungen . . . 13
5.1 Allgemeines . . . 13
5.2 Störungen bei der Extraktion, Reinigung und Verarbeitung von Extrakten . . . 13
5.3 Störungen bei der HPLC-MS/MS-Analyse . . . 14
6 Reagenzien . . . 14
7 Geräte . . . 17
8 Probenlagerung, Extraktionsverfahren und Aufrechterhaltung der analytischen Bedingungen . . . 18
8.1 Probenlagerung . . . 18
8.2 Vorbehandlung der Proben . . . 18
8.3 Extraktion . . . 18
8.4 Reinigung des Extrakts . . . 18
8.5 HPLC-MS/MS-Analyse . . . 19
8.6 Chromatographische Trennung . . . 22
8.7 Nachweisgrenze des Geräts . . . 22
8.8 Verfahrensblindwert . . . 23
9 Kalibrierung . . . 23
9.1 Allgemeines . . . 23
9.2 Kalibrierung des Verfahrens mit internem Standard . . . 23
9.3 Konzentrationsberechnung anhand einer Kalibrierung mit internen Standards . . . 24
9.4 Umgang mit Proben außerhalb des Kalibrierbereichs . . . 25
10 Auswertung . . . 25
10.1 Identifizierung . . . 25
10.2 Validität der Kalibrierung . . . 26
10.3 Quantitative Bestimmung verzweigter Isomere . . . 26
10.4 Wiederfindung isotopenmarkierter Standards . . . 26
11 Angabe der Ergebnisse . . . 27
Anhang A (informativ) **Flussdiagramm** . . . 28
Anhang B (informativ) **Beispielchromatogramme** . . . 29
Anhang C (informativ) **Beispiele für die chromatographische Trennung von linearen und verzweigten PFAS** . . . 31
Anhang D (informativ) **Ergebnisse der Validierung** . . . 36
Literaturhinweise . . . 53

Bilder

Bild B.1 — Chromatogramm 1 . . . 29

Bild B.2 — Chromatogramm 2 . . . . . **30**
Bild B.3 — Chromatogramm 3 . . . . . **30**
Bild C.1 . . . . . **35**

Tabellen

Tabelle 1 — Zusammenfassung der Schlussfolgerungen, bezogen auf einzelne Verbindungen und die jeweilige Matrix (RivClay = Flussbett-Ton; Sed = Sediment; MarSed = Meeressediment). (ja: Kriterium $CVR < 50\ \%$ **wurde von mindestens 8 Laboren erfüllt; ja (n): Kriterium** $CVR < 50\ \%$ **wurde von n Laboren erfüllt; nein: Kriterium wurde nicht von mindestens 8 Laboren erfüllt; kons. < : meisten der Ergebnisse konsistent < — Wert)**[1)] **8**
Tabelle 2 — Empfohlene MRM-Übergangsionen für die Bestimmung der Zielverbindungen **20**
Tabelle 3 — Ausgewählte Ionen zur Bestimmung interner Standards und empfohlene korrespondierende Analyten **21**
Tabelle 4 — Erläuterung der Indizes **24**
Tabelle 5 — Höchstzulässige Abweichungen (Quelle: EN ISO 21253-1) **26**
Tabelle D.1 — Ergebnisse der laborinternen Validierung für Boden (C_{VR} **= laborinterne Standard-Vergleichpräzision,** $U(x)$ **= Messunsicherheit)** **36**
Tabelle D.2 — Ergebnisse der laborinternen Validierung für Sediment (C_{VR} **= laborinterne Standard-Vergleichpräzision,** $U(x)$ **= Messunsicherheit)** **38**
Tabelle D.3 — Im Ringversuch analysierte Proben (TS = Trockensubstanz) **40**
Tabelle D.4 — Leistungsdaten für Flussbett-Ton-Probe (reale Probe) **41**
Tabelle D.5 — Leistungsdaten für Sediment-Probe (reale Probe) **43**
Tabelle D.6 — Leistungsdaten für Meeressediment-Probe (reale Probe) **45**
Tabelle D.7 — Leistungsdaten Abfall-Probe (aufgestockte gesättigte Aktivkohle) **46**
Tabelle D.8 — Leistungsdaten für Boden-Probe (aufgestockte Probe) **48**
Tabelle D.9 — Leistungsdaten für Schlamm-Probe (aufgestockte Probe) **49**
Tabelle D.10 — Leistungsdaten Standardlösung **51**