DIN ISO/TS 16780:2018-07 (D)

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung polychlorierter Naphthaline (PCN) - Verfahren mittels Gaschromatographie (GC) und Massenspektrometrie (MS) (ISO/TS 16780:2015)

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort 4

Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise 6

Vorwort 7

1 Anwendungsbereich 8

2 Normative Verweisungen 9

3 Begriffe und Abkürzungen 9
3.1 Begriffe 9
3.2 Abkürzungen 13

4 Grundlage des Verfahrens 14
4.1 Extraktion 14
4.2 Reinigung 14
4.3 Identifizierung und Quantifizierung 14
4.4 Qualitätssicherung 15

5 Kontaminationen und Störungen 16

6 Reagenzien und Standards 18

7 Geräte und Materialien 24

8 Probenahme, Konservierung, Lagerung und Lagerungszeiten 27
8.1 Allgemeines 27
8.2 Lagerungszeiten 28

9 Qualitätssicherung und Qualitätskontrolle 28
9.1 Allgemeines 28
9.2 Dotierung 29
9.3 Bewertung der Wiederfindung der markierten Verbindungen 29
9.4 Verfahrensblindproben 29
9.5 QC-Prüfprobe 30

10 Kalibrierung 30
10.1 Betriebsbedingungen 30
10.2 Auflösung des Massenspektrometers 30
10.3 Ionen-Häufigkeitsverhältnis, Mindestniveaus, Signal-Rausch-Verhältnisse und absolute Retentionszeiten 30
10.4 Retentionszeit 31
10.5 Leistungsüberprüfung der Säulenauflösung 31
10.6 Kalibrierung mittels Isotopenverdünnung 31
10.7 Kalibrierung mittels internem Standard 32
10.8 Kombinierte Kalibrierung 33

11 Probenvorbereitung 33
11.1 Allgemeines 33
11.2 Schwebstoffbestimmung 34
11.3 Vorbereitung wässriger Proben, die höchstens 2 g/l Schwebstoff enthalten 34

12 Extraktion 35
12.1 Scheidetrichterextraktion von Filtraten und wässrigen Proben, die sichtbar keine Partikel enthalten 35
12.2 Festphasenextraktion (SPE) von Proben, die weniger als 2 g/l suspendierte Feststoffe enthalten 36
12.3 Soxhlet- oder PLE-Extraktion von Filtern oder Disks 37
12.4 Makrokonzentrierung 38
12.5 Mikro-Konzentrierung und Lösemittelaustausch 39

13 Extraktreinigung 40
13.1 Allgemeines 40
13.2 Rückextraktion mit Säure und Base 40
13.3 Gelpermeationschromatographie (GPC) 41
13.4 Kieselgel-Reinigung 42
13.5 Kohlenstoffsäule 43
13.6 Florisil-Reinigung 43
13.7 Silbernitrat-/Kieselgelsäule 44

14 HRGC/HRMS-Analyse 44
14.1 Allgemeines 44
14.2 MS-Auflösung 44
14.3 Kalibrierungsverifizierung 45
14.4 GC-Auflösung 45
14.5 Blindprobe 45

15 Qualitative Bestimmung 45

16 Quantitative Bestimmung 46
16.1 Quantifizierung durch Isotopenverdünnung 46
16.2 Quantifizierung mittels des internen Standardverfahrens 47
16.3 Bestimmung der Wiederfindung der markierten Verbindungen 47
16.4 Konzentration in der Probe 48
16.5 Angabe der Ergebnisse 48

17 Analysenbericht 49

Anhang A (informativ) Verwendung alternativer Massenspektrometriedetektoren (LRMS, MS-MS) 50
A.1 Allgemeines 50
A.2 Grundlage des Verfahrens 50
A.3 Störungen 50
A.4 Geräte 50
A.5 HRGC/LRMS- oder HRGC/MSMS-Analyse 50
A.6 Massenspektrometrische Detektion 51

Anhang B (informativ) Qualitätskontrolle sowie Anfangsgenauigkeit und Wiederfindung 54
B.1 Anfangsgenauigkeit und Wiederfindung 54
B.2 Prüfproben zur Qualitätskontrolle 54
B.3 Verfahrensgenauigkeit 55

Anhang C (informativ) Berechnung der toxischen Äquivalente 56

Anhang D (informativ) Vermeidung von Umweltverschmutzungen 57

Anhang E (informativ) Entsorgungsmanagement 58

Literaturhinweise 59