

# 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