DIN EN ISO 13646:2026-08 (D)

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung ausgewählter Estrogene in Gesamtwasserproben - Verfahren mittels Festphasenextraktion (SPE) und anschließender Flüssigkeitschromatographie (LC) oder Gaschromatographie (GC) gekoppelt mit massenspektrometrischer Detektion (MS) (ISO 13646:2025); Deutsche Fassung EN ISO 13646:2025

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 10

Vorwort ... 11

Einleitung ... 12

1 Anwendungsbereich ... 13

2 Normative Verweisungen ... 13

3 Begriffe und Indizes ... 13
3.1 Begriffe ... 13
3.2 Indizes ... 16

4 Grundlage des Verfahrens ... 16

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 ... 21

7 Geräte ... 27

8 Probenahme ... 29

9 Durchführung ... 30
9.1 Allgemeines ... 30
9.2 Probenvorbereitung und Extraktion ... 31
9.2.1 Allgemeines ... 31
9.2.2 Probenvorbereitung ... 32
9.2.3 SPE-Kartuschen-Extraktion ... 32
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 ... **42**
11 Qualitätssicherung und Qualitätskontrolle (QA/QC) ... **43**
11.1 Bestimmung der Substanzen ... **43**
11.2 Blindproben ... **43**
12 Bestimmungsgrenze (LOQ) ... **43**
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 ... **45**
15 Angabe der Ergebnisse ... **46**
16 Analysenbericht ... **46**
17 Verfahrenskenndaten ... **47**
Anhang A (informativ) Verfahrenskenndaten ... **48**
A.1 Validierungsringversuch 1 ... **48**
A.2 Validierungsringversuch 2 ... **50**
Anhang B (informativ) Beispiele für SPE-Kartuschen-Extraktionsprotokolle ... **52**
Anhang C (informativ) Beispiele für SPE-Disk-Extraktionsprotokolle ... **54**
Anhang D (informativ) Beispiele für SPE-Reinigungsprotokolle ... **56**
Anhang E (informativ) Beispiele für LC-MS/MS-Protokolle ... **58**
E.1 Beispiel Protokoll 1 ... **58**
E.2 Beispiel Protokoll 2 ... **59**
E.3 Beispiel Protokoll 3 ... **61**
E.4 Beispiel Protokoll 4 ... **63**
E.5 Beispiel Protokoll 5 ... **65**
E.6 Beispiel Protokoll 6 ... **67**
Anhang F (informativ) Beispiel für ein LC-HRMS-Protokoll ... **71**
F.1 Protokoll 1 ... **71**
F.2 Protokoll 2 ... **72**
F.3 Protokoll 3 ... **74**
Anhang G (informativ) Beispiele für GC-MS/MS-Protokolle ... **76**
G.1 Beispiel Protokoll 1 ... **76**
G.2 Beispiel Protokoll 2 ... **77**
G.3 Beispiel Protokoll 3 ... **79**
Anhang H (informativ) Beispiele für GC-HRMS-Protokolle ... **81**
Literaturhinweise ... **83**

Bilder

Bild 1 — Auflösung von chromatographischen Peaks ... **19**
Bild 2 — Flussdiagramm einer möglichen Messstrategie ... **31**
Bild E.1 — Chromatographische Trennung ... **62**

Bild E.2 — Chromatographische Trennung **64**

Bild E.3 — Chromatographische Trennung **67**

Bild E.4 — Chromatographische Trennung **69**

Bild F.1 — Chromatographische Trennung **73**

Bild G.1 — Chromatographische Trennung **79**

Tabellen

Tabelle 1 —Merkmale der fünf ausgewählten Estrogene zusammen **16**

Tabelle 2 —Namen, Akronyme und CAS-Nummern der isotopenmarkierten Estrogene **23**

Tabelle A.1 — Beschreibung der Ringversuchsproben **48**

Tabelle A.2 — Verfahrenskenndaten für Probe 1 — Grundwasser (Langenau) **48**

Tabelle A.3 — Verfahrenskenndaten für Probe 2 — Oberflächenwasser (Rhein, Düsseldorf) **49**

Tabelle A.4 — Verfahrenskenndaten für Probe 3 — Oberflächenwasser (Lubenbach) **49**

Tabelle A.5 — Verfahrenskenndaten für Probe 4 — Oberflächenwasser (Saale) **50**

Tabelle A.6 — Verfahrenskenndaten für Probe 5 — Behandeltes Abwasser (Kläranlage Duisburg-Vierlinden) **50**

Tabelle A.7 — Beschreibung der Ringversuchsproben **50**

Tabelle A.8 — Verfahrenskenndaten für Probe 1 — Oberflächenwasser (hohe Komplexität) **51**

Tabelle A.9 — Verfahrenskenndaten für Probe 2 — Oberflächenwasser (hohe Komplexität) **51**

Tabelle B.1 — Beispiel Protokoll 1 ..... **52**

Tabelle B.2 —Beispiel Protokoll 2 ..... **52**

Tabelle B.3 — Beispiel Protokoll 3 ..... **52**

Tabelle B.4 — Beispiel Protokoll 4 ..... **53**

Tabelle B.5 — Beispiel Protokoll 5 ..... **53**

Tabelle C.1 — Beispiel Protokoll 1 ..... **54**

Tabelle C.2 — Beispiel Protokoll 2 ..... **54**

Tabelle C.3 — Beispiel Protokoll 3 ..... **54**

Tabelle C.4 — Beispiel Protokoll 4 ..... **55**

Tabelle D.1 — Beispiel Protokoll 1 ..... **56**

Tabelle D.2 — Beispiel Protokoll 2 ..... **56**

Tabelle D.3 — Beispiel Protokoll 3 ..... **56**

Tabelle D.4 — Beispiel Protokoll 4 ..... **56**

Tabelle D.5 — Beispiel Protokoll 5 ..... **57**

Tabelle E.1 — Optimale chromatographische Bedingungen **58**

Tabelle E.2 — Optimale Parameter für die LC-MS/MS-Analyse der nativen und markierten interessierenden Estrogene **59**

Tabelle E.3 — Optimale chromatographische Bedingungen **60**

Tabelle E.4 — Optimale Parameter für die LC-MS/MS-Analyse der nativen und markierten interessierenden Estrogene **60**

Tabelle E.5 — Optimale Parameter für die LC-MS/MS-Analyse des nativen und markierten 17α-Ethinylestradiols **61**

Tabelle E.6 — Optimale chromatographische Bedingungen **62**

Tabelle E.7 — Optimale Parameter für die LC-MS/MS-Analyse der nativen und markierten ausgewählten Estrogene **62**

Tabelle E.8 —Optimale chromatographische Bedingungen **64**

Tabelle E.9 — Optimale Parameter für die LC-MS/MS-Analyse der nativen und markierten ausgewählten Estrogene **65**

Tabelle E.10 — Optimale chromatographische Bedingungen **66**

Tabelle E.11 — Optimale Parameter für die LC-MS/MS-Analyse der nativen und markierten ausgewählten Estrogene **67**

Tabelle E.12 — Optimale chromatographische Bedingungen binäre Pumpen **68**

Tabelle E.13 — Optimale chromatographische Bedingungen isokratische Pumpen **68**

Tabelle E.14 — Optimale Parameter für die LC-MS/MS-Analyse der nativen und markierten interessierenden Estrogene **69**

Tabelle F.1 — Optimale chromatographische Bedingungen **72**

Tabelle F.2 — Optimale Parameter für die LC-HRMS-Analyse der nativen und markierten ausgewählten Estrogene **72**

Tabelle F.3 — Massenübergänge (HRMS) von Substanzen **73**

Tabelle F.4 — Optimale chromatographische Bedingungen **74**

Tabelle F.5 — Optimale Parameter für die LC-HRMS-Analyse der nativen und markierten ausgewählten Estrogene **74**

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 **78**

Tabelle G.3 — Optimale Parameter für die GC-MS/MS-Analyse 80

Tabelle H.1 — Optimale Parameter für GC-HRMS 81