

DIN EN ISO 22032:2026-12 (D)

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von polybromierten Diphenylethern (PBDE) in Sedimenten, Schwebstoffen und Biota - Verfahren mittels Gaschromatographie gekoppelt mit Tandem-Massenspektrometrie (GC-MS/MS) oder mit der hochauflösenden Massenspektrometrie (GC-HRMS) (ISO 22032:2026); Deutsche Fassung EN ISO 22032:2026

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort	8
Vorwort	9
Einleitung	10
1 Anwendungsbereich	11
2 Normative Verweisungen	11
3 Begriffe	11
4 Grundlage des Verfahrens	12
5 Störungen	13
6 Reagenzien und Standards	13
7 Geräte	16
8 Probenahme und Probenvorbereitung	18
9 Durchführung	18
9.1 Extraktion von Sediment- oder Schwebstoffproben mittels Flüssigextraktion unter Druck (PLE) oder Soxhlet	18
9.2 Extraktion von Biotaprobe n	19
9.2.1 PLE, Soxhlet-Extraktion oder Extraktion nach Twisselmann	19
9.2.2 Kaltextraktionsalternative (Biota)	19
10 Probenextraktreinigung (Clean-up)	19
11 Messung und Integration des Chromatogramms	22
12 Kalibrierung	23
12.1 Allgemeines	23
12.2 Schätzung des linearen Bereichs	23
12.3 Kalibrierung des Messverfahrens mittels eines internen Standards	23
12.4 Injektionsstandard	23
13 Identifizierung	24
14 Quantifizierung	24
14.1 Quantifizierung mittels interner Standards, einschließlich Qualitätsprüfung der Wiederfindung der internen Standards	24
14.2 Prüfung der Kalibrierungsgültigkeit	24
15 Angabe der Ergebnisse	25
16 Analysenbericht	25
Anhang A (normativ) Programm für Hochdruck-Flüssigextraktion	26
A.1 Programm für die Extraktion von Sedimenten und Schwebstoffen	26
A.2 Programm für die Extraktion von Biota	26
A.3 Soxhlet-Extraktion von Sediment- oder Schwebstoffproben	27

A.4	Extraktion von Biotaprobe nach Twisselmann.....	27
Anhang B (normativ) Extraktreinigungsverfahren		28
B.1	Säulenchromatographische Extraktreinigung mit Schwefelentfernung mittels Schichten aus Silica-Gel/Schwefelsäure und Silica-Gel/Silbernitrat (kleine Säule)	28
B.2	Säulenchromatographische Extraktreinigung ohne Schwefelentfernung mittels Silica-Gel/Schwefelsäure (kleine Säule).....	28
B.3	Säulenchromatographische Extraktreinigung mittels Aluminiumoxid B Super I (6.10) unter Verwendung von Dichlormethan	29
B.4	Säulenchromatographische Extraktreinigung mittels Aluminiumoxid (6.11) und aktiviertem Kupferpulver	29
B.5	Gelchromatographische Extraktreinigung	30
B.6	Säulenchromatographische Extraktreinigung mit Schwefel- und Fettentfernung mittels Schichten aus imprägniertem Silica-Gel (große Säule)	30
B.7	Automatische Extraktreinigung für Biota	31
Anhang C (informativ) Typische GC-MS-Bedingungen und <i>m/z</i> -Werte für die Identifizierung und Quantifizierung.....		34
C.1	Typische GC-Bedingungen.....	34
C.2	Typische <i>m/z</i> -Werte	35
Anhang D (informativ) Beispiele für Arbeitslösungen für die Linearitätsprüfung und Kalibrierung.....		40
Anhang E (informativ) Verfahrenskennzahlen.....		42
Literaturhinweise		46

Bilder

Bild 1 — Allgemeiner Aufbau polybromierter Diphenylether.....	12
Bild A.1 — Twisselmann-Heißextraktor mit Kondensator, Glashülse und 500 ml bis 1 000 ml fassendem Rundkolben (adaptiert von [18])	27

Tabellen

Tabelle 1 — Mit diesem Verfahren bestimmbare PBDE-Kongenere.....	12
Tabelle 2 — Liste der ¹³ C-markierten internen Standards	14
Tabelle 3 — Extraktreinigungsverfahren für Sedimente und Schwebstoffe (siehe Anhang B).....	20
Tabelle 4 — Extraktreinigungsverfahren für Biota.....	21
Tabelle A.1 — Programm für die Extraktion von Sedimenten und Schwebstoffen.....	26
Tabelle A.2 — Programm für die Extraktion von Biota	26
Tabelle B.1 — Beispiel: Verfahrensparameter für eine Fraktionierung mit LC-Tech	32
Tabelle C.1 — Beispiele für Übergänge für die EI-MS/MS-Detektion.....	36
Tabelle C.2 — Beispiele für <i>m/z</i> -Werte mit hochauflösender MS-Detektion	37
Tabelle C.3 — Ionen für die Detektion nach negativer chemischer Ionisierung.....	39

Tabelle C.4 — Übergänge für die Detektion nach chemischer Ionisierung bei Atmosphärendruck	39
Tabelle D.1 — Beispiele für Arbeitslösungen für die Linearitätsprüfung und Kalibrierung	40
Tabelle E.1 — Verfahrenskennndaten für Schwebstoffproben (SPM)	42
Tabelle E.2 — Verfahrenskennndaten für die Sedimentprobe.....	43
Tabelle E.3 — Verfahrenskennndaten für die Fischmuskelprobe.....	44
Tabelle E.4 — Verfahrenskennndaten für die Fischölprobe	45