

DIN EN 15768

ICS 13.060.20; 67.250; 71.040.50

**Einfluss von Materialien auf Wasser für den menschlichen Gebrauch –
Identifizierung mittels GC-MS von durch Wasser auslaugbaren
organischen Substanzen;
Deutsche Fassung EN 15768:2015**

Influence of materials on water intended for human consumption –
GC-MS identification of water leachable organic substances;
German version EN 15768:2015

Influence sur l'eau des matériaux en contact avec l'eau destinée à la consommation
humaine –
Identification par CG-SM de substances organiques lixiviables à l'eau;
Version allemande EN 15768:2015

Gesamtumfang 37 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15768:2015) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 164 „Wasserversorgung“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Unterausschuss NA 119-07-09-01 UA „Europäische Prüfverfahren zur trinkwasserhygienischen Eignung von Werkstoffen (Supporting standards, Mandat M/136)“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Deutsche Fassung

**Einfluss von Materialien auf Wasser für den menschlichen
Gebrauch —
Identifizierung mittels GC-MS von durch Wasser auslaugbaren
organischen Substanzen**

Influence of materials on water intended for human
consumption —
GC-MS identification of water leachable organic substances

Influence sur l'eau des matériaux en contact avec l'eau
destinée à la consommation humaine —
Identification par GC-SM de substances organiques
lixiviables à l'eau

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 29. November 2014 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN-CENELEC oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Grundlagen des Verfahrens.....	9
5 Reagenzien	9
5.1 Allgemeines	9
5.2 Erforderliche Reagenzien	9
6 Geräte und Apparate	13
7 Aufbewahrung von Migrationswässern sowie Blind- und Migrationsblindproben	14
8 Analyseverfahren.....	14
8.1 Extraktionsverfahren	14
8.2 GC-MS-Analyse	15
8.2.1 Sicherheitsvorkehrungen	15
8.2.2 Arbeitsparameter der Massenspektrometer	15
8.2.3 Einrichtung des Massenspektrometers und des Datensystems	15
8.2.4 Anfangseinstellung und Massenkali­brierung des Massenspektrometers	15
8.3 Einrichtung des GC-MS-Systems.....	16
8.4 Betriebsbedingungen der GC-MS für die Analyse von Lösemittlextrakten.....	17
8.5 Darstellung der erforderlichen Angaben aus dem GC-MS-Datensystem	17
9 Verfahren der Qualitätssicherung (QS) und Qualitätskontrolle (QK)	17
9.1 Massenkali­brierung des Massenspektrometers.....	17
9.2 Die Funktion des GC-MS-Systems	18
9.3 Die Eignung des Verfahrens	18
9.4 Befähigung des Analytikers	18
9.5 Messunsicherheit des Verfahrens	18
10 Darstellung der Ergebnisse	18
10.1 Semi-quantitative Konzentrationsabschätzung der nachgewiesenen Substanzen	18
10.2 Bestimmung der nachgewiesenen Substanzen	19
10.3 Auswertung der Ergebnisse	20
11 Prüfbericht.....	21
11.1 Allgemeines	21
11.2 Prüfergebnisse.....	21
Anhang A (normativ) Zusätzliche Einzelheiten zum Verfahren.....	23
A.1 Eignungsprüfung des Apparates zur Aufkonzentrierung der Lösemittlextrakte.....	23
A.2 Verfahren zur Berechnung der Wiederfindungsraten der internen Standards	23
A.3 Standardlösungen zur Prüfung der Funktion der GC-Säule	25
Anhang B (informativ) Darlegung des allgemeinen Untersuchungsansatzes für die Bestimmung der nachgewiesenen Substanzen	26
B.1 Allgemeiner Untersuchungsansatz - Einleitung.....	26
B.2 GC-MS-Prüflösung.....	26
B.3 Typisches Eluat.....	27

B.4	Bestimmung der Substanzen	27
B.5	Überladung	28
Anhang C (informativ) Anleitung für die Auswertung der Ergebnisse		29
C.1	Einleitung	29
C.2	Anfangsbeurteilung des Prüfberichts	29
C.3	Beurteilung der Analysenergebnisse	30
Anhang D (informativ) Anleitung zur Bestimmung von Substanzen		31
D.1	Eine vorgeschlagene Strategie zur Erleichterung der Bestimmung von Substanzen in Eluaten	31
D.2	Auflösung von koeluiierenden Peaks	31
D.3	Vorgehensweise, wenn die Hintergrundsubtraktion nicht hilft	32
D.4	Vorläufige Identifizierung einer Substanz mittels Siedepunkten und Retentionsindices	32
D.5	Bibliothekssuchergebnisse und Bestimmung „unbekannter“ Substanzen	33
D.6	Auswertung des Massenspektrums	33
D.7	Angabe des Vertrauens in die Bestimmung einer Substanz	34
D.8	Wie sind alternative Bestimmungen anzugeben und wann ist dies angemessen?	35
D.9	Vorgehensweise, wenn die Bibliothekssuche zu keiner vertretbaren Bestimmung führt	35

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15768:2015) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 164 „Wasserversorgung“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juli 2015, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juli 2015 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument wurde unter einem Mandat erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinien.

Die Erarbeitung dieses Dokuments erfolgte auf der Grundlage des konformativen Forschungsvorhabens EVK1-CT 2000-00052. Die Arbeit wurde von der GD Unternehmen und Industrie finanziert (Fördervereinbarung S12.403892).

Dieses Dokument beschreibt nur Methoden zur Identifizierung und sollte deshalb nicht als Spezifikation herangezogen oder zitiert werden.

Verweisungen auf dieses Dokument sollten darauf aufmerksam machen, dass die zur Identifizierung gewählten Methoden EN 15768:2015 entsprechen.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Organische Substanzen, die von Produkten, die solche Substanzen enthalten, bei Trinkwasserkontakt in das Trinkwasser übergehen, können Gesundheitsrisiken bei den Verbrauchern verursachen. Die möglichen gesundheitlichen Einflüsse dieser Substanzen werden in drei Stufen wie folgt beurteilt:

- a) Herstellung von Migrationswässern, indem eine bestimmte Menge des Materials unter definierten Bedingungen mit Wasser in Kontakt gebracht wird;
- b) Analyse der Migrationswässer;
- c) Beurteilung der Art und Konzentration der nachgewiesenen Substanzen.

Die Analyse der in den Migrationswässern vorhandenen organischen Substanzen kann zwei unterschiedliche Arten analytischer Methoden umfassen:

- d) eine Screening-Methode, mit der eine Vielfalt von Substanzen nachgewiesen und eine semi-quantitative Beurteilung hinsichtlich deren Konzentration vorgenommen werden kann;
- e) exakte quantitative Methoden zur Bestimmung spezifischer Einzelsubstanzen, deren Anwesenheit durch die chemische Zusammensetzung der Materialien bekannt ist.

Diese Norm beschreibt das auf Gaschromatographie und Massenspektrometrie (GC-MS) basierende analytische Verfahren, das eingesetzt wird, um die Migrationswässer von Fertigprodukten, wie Rohre, Beschichtungen, Membranen usw., auf organische Substanzen hin zu untersuchen. Dieses Verfahren ist anwendbar auf Migrationswässer von allen Produkten, die bei Trinkwasserkontakt möglicherweise organische Substanzen an das Wasser abgeben können und die Gegenstand eines Zulassungsantrages bei einer nationalen Behörde sind. Es kann eines von mehreren Verfahren darstellen, die für den gesamten Zulassungsvorgang erforderlich sind. Das Verfahren darf auch als Teil eines Auditierungsverfahrens angewandt werden. Das Verfahren liefert keine genauen quantitativen Ergebnisse; dafür werden andere analytische Verfahren für die genaue Bestimmung von spezifischen Einzelsubstanzen empfohlen.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zum Nachweis und zur Bestimmung organischer Substanzen fest, die der GC-MS-Analyse mit den beschriebenen Verfahren zugänglich sind und von Produkten in Trinkwasser migrieren können. Diese Europäische Norm gibt nicht alle notwendigen Maßnahmen zur vollständigen Bestimmung sämtlicher nachgewiesener Substanzen an. Ein Verfahren zur semi-quantitativen Bestimmung der Konzentrationen der nachgewiesenen organischen Substanzen wird ebenfalls angegeben, jedoch sollten die Konzentrationen lediglich als Anhaltswerte angesehen werden.

ANMERKUNG Das Verfahren zur Herstellung von Migrationswässern ist in anderen Europäischen Normen festgelegt, die nachfolgend genannt sind.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 12873-1, *Einfluss von Materialien auf Trinkwasser — Einfluss infolge der Migration — Teil 1: Prüfverfahren für fabrikmäßig hergestellte Produkte aus oder mit organischen oder glasartigen Materialien (Emails/Emailierungen)*

EN 12873-2, *Einfluss von Materialien auf Trinkwasser — Einfluss infolge der Migration — Teil 2: Prüfverfahren für vor Ort aufgebrachte nicht metallische und nicht zementgebundene Materialien*

EN 12873-3, *Einfluss von Materialien auf Wasser für den menschlichen Gebrauch — Einfluss infolge der Migration — Teil 3: Prüfverfahren für Ionenaustauscher und Adsorberharze*

EN 12873-4, *Einfluss von Materialien auf Wasser für den menschlichen Gebrauch — Einfluss infolge der Migration — Teil 4: Prüfverfahren für Membranen für die Wasserbehandlung*

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

u

Einheit der Atommasse, definiert als ein Zwölftel der Masse eines einzelnen ^{12}C -Atoms in der Gasphase (d. h. ohne Bindungen) in seinem Ausgangszustand

3.2

Asymmetriefaktor

A_s

Maß für die Absorption einer Substanz bei der gaschromatographischen Analyse

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Asymmetriefaktor (A_s) kann nach Gleichung (1) hergeleitet werden:

$$A_s = \frac{a + b}{2b} \quad (1)$$

Dabei ist

- a der Abstand zwischen dem Beginn des Kurvenanstiegs des Peaks und einem von der Peakspitze zur Basislinie gefällten Lot;
- b der entsprechende Abstand auf der absteigenden Hälfte des Peaks.

Für alle Peaks, für die der Asymmetriefaktor bestimmt werden soll, ist der Scheitelpunkt zu ermitteln und von dort das Lot auf die Basislinie zu fallen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Mit den GC-MS-Softwareprogrammen einiger Hersteller können Peakasymmetrien automatisch berechnet werden. Die für die Messung angewandten Kriterien werden kontrolliert, da die Berechnung bei manchen Programmen bei 5 % der Peakhöhe erfolgt.

3.3

Elektronenstoßionisierung

Ionisierung durch einen Elektronenstrahl

3.4

GC-MS

analytisches Verfahren, das einen Gaschromatographen (GC) in Verbindung mit einem Massenspektrometer (MS) nutzt

3.5

GC-MS-Übersichtsanalyse

Erlangung einer Serie von Massenspektren (bis zu mehreren Tausend) im Zuge eines gaschromatischen Laufes in kontinuierlichem zyklischen Scanmodus über einen weiten m/z -Bereich

3.6

Injektionsstandard

organische Substanz, die dem letzten Lösemittelextrakt vor der eigentlichen Analyse zugesetzt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein Injektionsstandard wird zugesetzt, um die Wiederfindungsrate für die internen Standards berechnen zu können. Damit soll die Möglichkeit gegeben werden, die GC-MS-Responses für die Lösemittelextrakte und die GC-MS-Standards abzugleichen.

3.7

interner Standard

organische Substanz, die vor Beginn der eigentlichen Analyse dem Migrationswasser in bekannter Konzentration zugesetzt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Interne Standards werden aus folgenden Gründen zugesetzt:

- a) um zu zeigen, dass das Verfahren erfolgreich durchgeführt wurde, und
 - b) um eine Referenz zur quantitativen Bestimmung anderer nachgewiesener Substanzen zu haben.
- Idealerweise sollten die internen Standards nicht in dem zu untersuchenden Migrationswasser vorhanden sein. Deshalb werden mit Isotopen markierte Standards eingesetzt.

3.8

Prüfwasser

Wasser zur Herstellung des Migrationswassers, wie in EN 12873-1, EN 12873-2, EN 12873-3 oder EN 12873-4 festgelegt, in Abhängigkeit vom zu prüfenden Material

3.9

Blindprobe

Wasser nach EN ISO 3696 mit bekanntermaßen vernachlässigbarem Gehalt an Verunreinigungen, dem interne Standards (3.7) zugesetzt werden und das dann auf dieselbe Weise wie das Migrationswasser analysiert wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Blindproben werden benutzt, um mögliche Verunreinigungen der Migrationswässer oder Lösemittelextrakte zu überprüfen, die im Labor im Laufe des Verfahrens eingetreten sein könnten.

3.10

Migrationswasser

wässrige Lösung, die durch Exposition von Prüfwasser mit Prüfmaterial unter den festgelegten Prüfbedingungen entsteht

3.11

Migrationsblindprobe

wässrige Lösung, die durch Exposition von Prüfwasser mit Behältern und Gefäßen, die identisch mit denen zur Herstellung des Migrationswassers sind, entsteht, ohne dass Prüfmaterialien eingesetzt werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Migrationsblindproben werden genutzt, um mögliche Verunreinigungen der Migrationswässer festzustellen, die während der Durchführung der Migrationstests auftreten können. So können z. B. Substanzen aus Behältern oder Gefäßen, die mit Versuchswasser gefüllt sind, migrieren oder aus der Luft in das Wasser übergehen, wenn flüchtige Substanzen in der Laborluft vorhanden sind. Weitere Einzelheiten geben die Europäischen Normen an, in denen die Herstellung von Migrationswässern beschrieben wird.

3.12

massenspektrometrische Auflösung

Maß der Fähigkeit eines Massenspektrometers, zwei Massepeaks bei aufeinanderfolgenden Masse-/Ladungs- (m/z) -Werten konkret zu unterscheiden.

Anmerkung 1 zum Begriff: Für $z = 1$ wird dieses Maß im Allgemeinen bezeichnet mit $m_2/(m_2 - m_1)$, wobei m_2 den höheren und m_1 den niedrigeren m/z -Wert hat.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Einstellung des Massenspektrometers auf eine Auflösung von 650 ist ausreichend und gibt die korrekten spektralen Massepeaks bei m/z 649 und m/z 650 wieder. Obwohl die massenspektrometrische Auflösung bei einem Massenspektrometer mit einem Magnetfeld über den gesamten erfassten Massebereich konstant bleibt, wird ein Quadrupolmassenspektrometer üblicherweise so betrieben, dass eine Einheitsmassenauflösung über den erfassten Massebereich erreicht wird (z. B. bei $m/z = 200$ ist die Auflösung 200, während man bei $m/z = 500$ eine Auflösung von 500 wählt).

3.13

m/z

Verhältnis zwischen Masse (m) und Ladung (z) eines Ions

Anmerkung 1 zum Begriff: Da die meisten Ionen, die durch Elektronenstoßionisierung entstehen, einfach geladen sind, entspricht das Verhältnis üblicherweise der Masse des Ions. In Ausnahmefällen können Ionen jedoch auch mehrere Ladungen haben.

3.14

Lösemittel-extrakt

Lösung, die Stoffe enthält, die aus den Migrationswässern in das Extraktionslösemittel (in diesem Falle Dichlormethan) übergegangen sind

3.15

Gesamtionenstrom

TIC

Summe aller einzelnen Ionenströme der verschiedenen Ionen, die zu einem gemeinsamen Massenspektrum beitragen

3.16

TIC-Chromatogramm

graphische Darstellung des TIC über die Zeit

3.17

linearer Retentionsindex

$$\text{linearer Retentionsindex} = n \times 100 + 100 \frac{RT_x - RT_n}{RT_{n+1} - RT_n} \quad (2)$$

Dabei ist

- n die Zahl der Kohlenstoffatome im n-Alkan vor der untersuchten Substanz;
- RT_n die Retentionszeit des n-Alkans, in min;
- RT_{n+1} die Retentionszeit des darauffolgenden n-Alkans, in min;
- RT_x die Retentionszeit der untersuchten Substanz, in min.

3.18

Schwellenwert

Konzentration, unterhalb derer der Nachweis und/oder die Bestimmung unsicher ist

4 Grundlagen des Verfahrens

Eine Mischung mit Isotopen markierter interner Standards wird jedem zu untersuchenden Migrationswasser zugegeben, direkt bevor das Extraktionslösemittel Dichlormethan zugesetzt wird. Nach der Lösemittelextraktion wird der Extrakt aufkonzentriert und nach Zugabe eines Injektionsstandards mittels GC-MS analysiert, um die Identität organischer Verbindungen zu bestimmen, die in Mengen oberhalb eines vorgegebenen Schwellenwerts vorhanden sein können.

Das Massenspektrometer wird in repetierendem Gesamtscan-Modus mit positiver Elektronenstoßionisierung betrieben und die sich ergebenden Massenspektren werden aufgezeichnet und im GC-MS-Datensystem gespeichert.

Soweit möglich, wird jede nachgewiesene, den Schwellenwert überschreitende Substanz identifiziert und über das Verhältnis ihres TIC zu den für die internen Standards ermittelten TIC-Responses semi-quantitativ bestimmt.

ANMERKUNG Das Verfahren zur Bestimmung organischer Substanzen über ihre Massenspektren ist im Anhang B aufgeführt.

5 Reagenzien

5.1 Allgemeines

Sofern nichts anderes festgelegt wurde, dürfen nur Reagenzien „zur Analyse“ verwendet werden. Alle Reagenzien müssen von ausreichender Reinheit sein, um sicherzustellen, dass sie die Ergebnisse der GC-MS-Analyse nicht beeinträchtigen.

ANMERKUNG Verunreinigungen können aus verschiedenen Quellen hervorgehen, wie z. B. der Laborluft, Glasgeräten, Kunststoffen oder Gummimaterialien. Der Einsatz von Migrationsblindproben und Blindproben hilft bei der Aufdeckung und Ermittlung der Ursachen für eine Verunreinigung und bei der Korrektur der Ergebnisse um die Auswirkung der Verunreinigungen.

5.2 Erforderliche Reagenzien

5.2.1 Reagenzwasser mit einer Leitfähigkeit von < 2 mS/m, einem Gesamtkohlenstoffgehalt von $< 0,2$ mg/l und frei von organischen Verunreinigungen, die die GC-MS-Untersuchung der Extrakte beeinflussen können. Geeignete Wässer können mittels Umkehrosmose, Deionisierung oder Destillation hergestellt werden.

5.2.2 Salzsäure, konz. (Dichte 1,18 g/ml)

5.2.3 Salzsäurelösung (6 mol/l), hergestellt wie folgt:

- Es werden $(0,5 \pm 0,01)$ l konzentrierte Salzsäure (5.2.2) langsam zu $(0,5 \pm 0,01)$ l Reagenzwasser (5.2.1) hinzugegeben.
- Die Lösung sollte alle sechs Monate erneuert werden.

ANMERKUNG Bei der Herstellung ist wegen der Wärmeentwicklung Vorsicht geboten.

5.2.4 Schwefelsäure, konz. (Dichte 1,84 g/ml)

5.2.5 Schwefelsäurelösung (0,5 mol/l), hergestellt wie folgt:

- Es werden $(14,0 \pm 0,5)$ ml Schwefelsäure (5.2.4) langsam zu (300 ± 5) ml Reagenzwasser (5.2.1) hinzugegeben und mit Reagenzwasser bis (500 ± 5) ml aufgefüllt.
- Die Lösung sollte alle zwölf Monate erneuert werden.

ANMERKUNG Bei der Herstellung ist wegen der Wärmeentwicklung Vorsicht geboten.

5.2.6 Natriumhydroxidlösung (0,5 mol/l), hergestellt wie folgt:

- Es werden $(20 \pm 0,1)$ g Natriumhydroxid-Linsen in Reagenzwasser (5.2.1) aufgelöst und mit Reagenzwasser bis 1 l aufgefüllt.
- Die Lösung sollte alle zwei Wochen erneuert werden.

ANMERKUNG Bei der Herstellung ist wegen der Wärmeentwicklung Vorsicht geboten.

5.2.7 Dichlormethan, destilliert, die Chargen sollten erst zum Einsatz gelangen, wenn nachgewiesen wurde, dass sie frei von Verunreinigungen sind, siehe ANMERKUNG 2.

ANMERKUNG 1 Andere Qualitäten können ebenfalls geeignet sein. Es muss aber nachgewiesen sein, dass jede vorhandene Verunreinigung nicht für den Nachweis der interessierenden Substanzen oder der internen Standards störend ist oder zu einer anderen unerwünschten Verunreinigung führt, siehe ANMERKUNG 2.

ANMERKUNG 2 Grundsätzlich dürfte, nachdem die Verunreinigungen mittels Eindampfen konzentriert wurden (200 ml des Lösemittels werden auf 500 µl reduziert), jeder Peak im Lösemittel mit einer geschätzten Konzentration von mehr als 1 µg/l das Verfahren störend beeinflussen.

5.2.8 Aceton, destilliert, die Chargen sollten erst zum Einsatz gelangen, wenn nachgewiesen wurde, dass sie frei von Verunreinigungen sind, siehe ANMERKUNG 2.

ANMERKUNG 1 Andere Qualitäten können ebenfalls geeignet sein. Es muss aber nachgewiesen sein, dass jede vorhandene Verunreinigung nicht für den Nachweis der interessierenden Substanzen oder der internen Standards störend ist oder zu einer anderen unerwünschten Verunreinigung führt, siehe ANMERKUNG 2.

ANMERKUNG 2 Grundsätzlich dürfte, nachdem die Verunreinigungen mittels Eindampfen konzentriert wurden (200 ml des Lösemittels werden auf 500 µl reduziert), jeder Peak im Lösemittel mit einer geschätzten Konzentration von mehr als 1 µg/l das Verfahren störend beeinflussen.

5.2.9 Ascorbinsäurelösung, hergestellt wie folgt:

- Es werden $(4,0 \pm 0,1)$ g Ascorbinsäure in Reagenzwasser aufgelöst und mit Reagenzwasser auf 1 l aufgefüllt. Vor Gebrauch wird die Lösung mit Dichlormethan (2×100 ml) extrahiert, danach ist das Lösemittel zu verwerfen. Die Ascorbinsäurelösung ist in eine geeignete Flasche mit Schraubverschluss zu überführen. Die Lösung ist ab dem Herstellungszeitpunkt einen Monat verwendbar.

5.2.10 Natriumsulfat (wasserfrei), hergestellt wie folgt:

- Jegliche organischen Verunreinigungen werden durch Erhitzen auf (500 ± 50) °C über ≥ 4 h entfernt. Die Lagerung der Chemikalie erfolgt derart, dass eine erneute Wasseraufnahme bzw. Rückverunreinigung nicht stattfinden kann.

5.2.11 Interne Standards, es werden folgende isoto-penmarkierte (≥ 98 % D) Substanzen eingesetzt:

- d_6 -Benzol;
- d_{21} -2,6-Di-t-butyl-4-methylphenol (d_{21} -BHT);
- d_5 -Chlorbenzol;
- d_{34} -Hexadecan;