

DIN EN ISO 12010



ICS 13.060.50

Ersatz für
DIN EN ISO 12010:2014-07

**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung von kurzkettigen Chloralkanen (SCCP) in Wasser –
Verfahren mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS) und
negativer chemischer Ionisation (NCI) (ISO 12010:2019);
Deutsche Fassung EN ISO 12010:2019**

Water quality –

Determination of short-chain polychlorinated alkanes (SCCP) in water –

Method using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and negative-ion chemical
ionization (NCI) (ISO 12010:2019);

German version EN ISO 12010:2019

Qualité de l'eau –

Détermination des alcanes polychlorés à chaîne courte (SCCP) dans l'eau –

Méthode par chromatographie gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM) avec ionisation
chimique négative (ICN) (ISO 12010:2019);

Version allemande EN ISO 12010:2019

Gesamtumfang 53 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 12010:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitskreis NA 119-01-03-02-11 AK „Chlorparaffine“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Bezeichnung des Verfahrens:

Bestimmung von kurzkettigen Chloralkanen (SCCP) in Wasser — Verfahren mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS) und negativer chemischer Ionisation (NCI) (H 47)

Verfahren DIN EN ISO 12010 — H 47

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 5667-1	siehe	DIN EN ISO 5667-1
ISO 5667-3	siehe	DIN EN ISO 5667-3
ISO 6468	siehe	DIN EN ISO 6468
ISO 8466-1	siehe	DIN 38402-51
ISO/TS 13530	siehe	DIN 38402-60
ISO 18635:2016	siehe	DIN EN ISO 18635:2016-10

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 12010:2014-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) das Dokument wurde vollständig redaktionell überarbeitet;
- b) die normativen Verweisungen und Literaturhinweise wurden aktualisiert;
- c) die Werte der Tabelle 1 wurden geändert;
- d) der Abschnitt Begriffe wurde eingefügt;
- e) die Formeln des Dokuments wurden überarbeitet;
- f) die Anhänge wurden überarbeitet und ein neuer Anhang G Alternatives Clean-up-Verfahren mit Gelchromatographie eingefügt.

Frühere Ausgaben

DIN EN ISO 12010: 2014-07

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

Die vorliegende Norm enthält das vom DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW) und von der Wasserchemischen Gesellschaft — Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh) — gemeinsam erarbeitete Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung:

Bestimmung von kurzkettigen Chloralkanen (SCCP) in Wasser — Verfahren mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS) und negativer chemischer Ionisation (NCI) (H 47).

Die als DIN-Normen veröffentlichten Deutschen Einheitsverfahren sind bei der Beuth Verlag GmbH einzeln oder zusammengefasst erhältlich. Außerdem werden die genormten Deutschen Einheitsverfahren in der Loseblattsammlung „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ gemeinsam von der Beuth Verlag GmbH und der Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA publiziert.

Normen oder Norm-Entwürfe mit dem Gruppentitel „*Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung*“ sind in folgende Gebiete (Haupttitel) aufgeteilt:

Allgemeine Angaben (Gruppe A)

Sensorische Verfahren (Gruppe B)

Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)

Anionen (Gruppe D)

Kationen (Gruppe E)

Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F)

Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)

Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)

Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)

Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)

Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)

Einzelkomponenten (Gruppe P)

Schlamm und Sedimente (Gruppe S)

Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Telefon 030 2601–2448, oder die Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin, Auskunft.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 38402-51, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 51: Kalibrierung von Analysenverfahren — Lineare Kalibrierfunktion (A 51)*

DIN 38402-60, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 60: Analytische Qualitätssicherung für die chemische und physikalisch-chemische Wasseruntersuchung (A 60)*

DIN EN ISO 5667-1, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Erstellung von Probenahmeprogrammen und Probenahmetechniken*

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Konservierung und Handhabung von Wasserproben*

DIN EN ISO 6468, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung ausgewählter Organochlorinsektizide, Polychlorbiphenyle und Chlorbenzole — Gaschromatographisches Verfahren nach Flüssig-Flüssig-Extraktion*

DIN EN ISO 18635:2016-10, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung kurzketziger polychlorierter Alkane (SCCP) in Sediment, Klärschlamm und Schwebstoff — Gaschromatographisch-massenspektrometrisches Verfahren (GC-MS) unter Anwendung negativer chemischer Ionisation und Elektroneneinfang (ECNI) (ISO 18635:2016); Deutsche Fassung EN ISO 18635:2016*

Deutsche Fassung

**Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von kurzkettigen
Chloralkanen (SCCP) in Wasser - Verfahren mittels
Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS) und
negativer chemischer Ionisation (NCI) (ISO 12010:2019)**

Water quality - Determination of short-chain
polychlorinated alkanes (SCCP) in water - Method using
gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and
negative-ion chemical ionization (NCI)
(ISO 12010:2019)

Qualité de l'eau - Détermination des alcanes polychlorés
à chaîne courte (SCCP) dans l'eau - Méthode par
chromatographie gazeuse-spectrométrie de masse
(CG-SM) avec ionisation chimique négative (ICN)
(ISO 12010:2019)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 18. Februar 2019 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 CEN-CENELEC-Management-Zentrum 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, Serbien, 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: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Grundlage des Verfahrens	8
5 Störungen	9
6 Reagenzien und Standards	10
7 Geräte	14
8 Probenahme und Probenvorbereitung	15
9 Durchführung	15
9.1 Flüssig-/Flüssig-Extraktion	15
9.2 Extraktion mit einem höheren Gehalt an Schwebstoffen	15
9.3 Clean-up des Extrakts	16
9.4 Messung und Integration des Chromatogramms	17
9.5 Kalibrierung	18
9.5.1 Allgemeines	18
9.5.2 Grundkalibrierung	18
9.5.3 Identifizierung und Quantifizierung mit der Kombination von Massenfragmenten	19
9.5.4 Berechnung der Ergebnisse	20
9.5.5 Qualitätstests für die interne Standardisierung	20
10 Angabe der Ergebnisse	21
11 Analysenbericht	21
Anhang A (normativ) Unabhängige Lösungen zur Qualitätskontrolle	22
Anhang B (informativ) Erläuterung der Kalibrierung der Summe von SCCP mit multipler linearer Regression	24
B.1 Einfache Kalibrierung mit linearer Regression und inverse Kalibrierung	24
B.2 Kalibrierung mittels multipler linearer Regression	25
B.3 Kalibrierung mittels multipler Regression zur Analyse der Summe der SCCP	27
B.4 Massenspektrometrische Interpretation der ausgewählten Massenfragmente	28
Anhang C (informativ) Typische GC-MS-Bedingungen	30
C.1 Beispiel 1	30
C.2 Beispiel 2	30
C.3 Beispiel 3	31
C.4 Beispiel 4	31
Anhang D (informativ) Typische Chromatogramme für Standardlösungen und Qualitätskontrollen mit 1 µg/ml	32
Anhang E (informativ) Darstellung der Güte der Anpassung	38

Anhang F (normativ) Alternative Clean-up-Verfahren mit Säulen-Chromatographie	39
F.1 Reagenzien.....	39
F.2 Extrakt-Clean-up-Verfahren.....	39
F.3 Störungen durch chlorierte Chemikalien (technische Produkte).....	40
Anhang G (informativ) Alternatives Clean-up-Verfahren mit Gelchromatographie	42
Anhang H (informativ) Chromatogramme realer Schwebstoff (SPM)-Proben	43
Anhang I (informativ) Verfahrenskennndaten	47
I.1 Verfahrenskennndaten von ISO 12010:2012	47
I.2 Verfahrenskennndaten von diesem Dokument.....	48
Literaturhinweise.....	49

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 12010:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 2019, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2019 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 12010:2014.

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, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 12010:2019 wurde von CEN als EN ISO 12010:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147, *Water quality*, Unterkomitee SC 2, *Physical, chemical and biochemical methods*, erarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 12010:2012), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- die m/z -Werte (Masse/Ladungsverhältnisse) für die Quantifizierung und die Identifizierung;
- die Kalibriermischungen;
- das Clean-up-Verfahren mittels Gel-Chromatographie;
- die Störungen wurden reduziert.

Einleitung

Der Anwender dieses Dokuments sollte im Einzelfall je nach Aufgabenstellung prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen geringfügigen Randbedingungen erforderlich sind.

Dieses Dokument erreicht synergistische Effekte in der praktischen Laborarbeit. Die folgenden Punkte erlauben partiell eine Kombination von Wasser und Sedimentanalyse:

- 1) gleiche Massenkombination, wie für die Sedimentanalyse (ISO 18635 [2]);
- 2) gleiche Kalibriermischungen, wie für die Sedimentanalyse (ISO 18635);
- 3) gleiches GPC-clean up, wie für die Sedimentanalyse (ISO 18635).

WARNUNG — Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Arbeitgebers, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen.

WICHTIG — Es ist unbedingt erforderlich, bei Untersuchungen nach diesem Dokument Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur quantitativen Bestimmung der Summe von kurzkettigen polychlorierten *n*-Alkanen fest. Diese werden auch als kurzkettige polychlorierte Paraffine (SCCP, en: short-chain polychlorinated paraffins) bezeichnet und haben Kohlenstoffkettenlängen von *n*-C₁₀ bis einschließlich *n*-C₁₃ in Gemischen mit Chlor-Massenanteilen („Gehalten“) zwischen 50 % und 67 %, die ungefähr 6 000 der etwa 8 000 Kongenere umfassen.

Dieses Verfahren ist anwendbar auf die Bestimmung der Summe von SCCP in ungefiltertem Oberflächenwasser, Grundwasser, Trinkwasser und Abwasser mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie mit Elektroneneinfang nach negativer chemischer Ionisation (GC-ECNI-MS).

Abhängig von der Leistungsfähigkeit des GC-ECNI-MS liegt der Konzentrationsbereich des Verfahrens von 0,1 µg/l oder unter 10 µg/l. Abhängig von der Abwassermatrix wird die niedrigste nachweisbare Konzentration auf > 0,1 µg/l geschätzt. Die Daten des Ringversuchs zu diesem Verfahren sind im Anhang I dargestellt.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

ISO 5667-1, *Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques*

ISO 5667-3, *Water quality — Sampling — Part 3: Preservation and handling of water samples*

ISO 8466-1, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*

ISO/TS 13530, *Water quality — Guidance on analytical quality control for chemical and physicochemical water analysis*

3 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

4 Grundlage des Verfahrens

Bestimmung der Summe von SCCP mit Kohlenstoffkettenlängen von $n\text{-C}_{10}$ bis einschließlich $n\text{-C}_{13}$ in technischen und in der Umwelt umgewandelten Gemischen mit Chlor-Massenanteilen („Gehalten“) zwischen 50 % und 67 % (z. B. im Mittel etwa 4 bis 10 Chloratome je Molekül) und unabhängig der C-Zahl-Verteilungsmuster der Kongenere. Eine Identifizierung des Chlorgehaltes ist nicht erforderlich.

Die so analysierte Summe der SCCP schließt die Vielzahl von SCCP mit unterschiedlichem Chlorgehalt und C-Zahl-Verteilungsmustern ein, die in technischen Gemischen als auch in der Umwelt gefunden wurden [5] bis [9].

Die SCCP's in der Gesamtwasserprobe werden mit einem internen Standard dotiert und mittels Flüssig-flüssig-Extraktion mit einem organischen Lösemittel extrahiert. Nach der Probenanreicherung erfolgen Aufreinigungsschritte mittels Säulenchromatographie und Gelpermeationschromatographie zur Abtrennung störender Verbindungen. Die Gaschromatographie (GC) erfolgt unter Verwendung einer kurzen Kapillarsäule mit kurzer Verweildauer der Analyten. Die Detektion ausgewählter Massenfragmente erfolgt mittels Massenspektrometrie (MS) im SIM-Modus (SIM, en: selected ion monitoring) unter Anwendung negativer Elektroneneinfang-Ionisation (ECNI) (ECNI, en: electron capture negative ionisation). Die Auswahl der Massenfragmente und die Zusammensetzung der Kalibrierlösungen in dieser Norm sind entscheidend für die Bestimmung der Summe der SCCP (siehe [3], [4]).

Die Chromatogramme ausgewählter Ionenspuren werden über den gesamten Retentionszeitbereich der SCCP integriert. Die Quantifizierung der Summe von SCCP erfolgt nach der Kalibrierung durch ein multiples lineares Regressionsverfahren. Die Kalibrierung erfordert die drei spezifizierten, unterschiedlich zusammengesetzten Standard-Gemische, die mit einem internen Standard dotiert sind.

Diese Standard-Gemische ähneln unterschiedlichen Mischungen, die in der Umwelt gefunden wurden. In diesem Verfahren kann nur mithilfe der multiplen linearen Regression und den spezifischen Gemischen eine Bestimmungsgrenze der in Abschnitt 1 und in [3] und [4] der Vielzahl von SCCP-Gemischen in der Umwelt und in den technischen Zusammensetzungen ermöglicht werden. Es ist nicht möglich, nur ein Standard-Gemisch für diese komplexe Aufgabe anzuwenden.

Diese Verfahren erlaubt die Bestimmungsgrenze der Summe der SCCP voraussichtlich innerhalb einer erweiterten Messunsicherheit von kleiner als 50 %.

5 Störungen

Nicht spezifische Matrixstörungen sowie Störungen durch andere umweltbezogene Gegebenheiten werden durch das angegebene Aufreinigungsverfahren effektiv reduziert. Eine weitere Reduktion von Matrixeffekten kann durch Erhöhung der massenspektrometrischen Auflösung auf z. B. 0,4 u erreicht werden. Quadrupol-Massenspektrometer geben oft die Möglichkeit dazu. Die exakten m/z -Werte sind 374,958 8 u; 410,916 9 u und 422,935 5 u, 448,810 6 u (siehe [8]).

Nach Anwendung des Gesamtverfahrens und des Clean-up in 9.3 wurden die folgenden chlorierten Schadstoffe geprüft und festgestellt, dass sie unterhalb der in Tabelle 1 genannten Konzentrationen keine Störungen verursachen.

Tabelle 1 — Höchste Konzentrationen, die keine Störungen oberhalb der Bestimmungsgrenze von 0,1 µg/l verursachen

Potentiell störende Verbindungen	Höchste Konzentrationen, die keine Störungen oberhalb der Bestimmungsgrenze von 0,1 µg/l verursachen
Aroclor 1262 ^a	1,25 µg/l
Aroclor 1242 ^a	10 µg/l
Aroclor 1221 ^a	10 µg/l
Camphechlor (Toxaphen)	1,75 µg/l
Halowax 1014 ^a	10 µg/l
Halowax 1051 ^a	0,4 µg/l
MCCP (mittelkettige chlorierte <i>n</i> -Alkane C ₁₄ -C ₁₇) 42 % Chlor	10 µg/l
MCCP (mittelkettige chlorierte <i>n</i> -Alkane C ₁₄ -C ₁₇) 52 % Chlor	6 µg/l
MCCP (mittelkettige chlorierte <i>n</i> -Alkane C ₁₄ -C ₁₇) 57 % Chlor	10 µg/l
^a Aroclor 1262, Aroclor 1242, Aroclor 1221, Halowax 1014 und Halowax 1051 sind Beispiele für im Handel erhältliche Produkte. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung dieser genannten Produkte durch ISO.	

6 Reagenzien und Standards

Es sind Lösungsmittel und Reagenzien von ausreichender Reinheit zu verwenden. Die Konzentrationen an SCCP müssen vernachlässigbar sein (d. h. geringer, als die Nachweisgrenze des Verfahrens). Die Blindwerte sind regelmäßig über das Gesamtverfahren zu analysieren, um sicherzustellen, dass Lösemittel und Reagenzien geeignet sind und eine korrekte analytische Kontrolle stattfindet.

6.1 Lösungen für die Extraktion und die Herstellung von Stammlösungen

Das Lösemittel für die Extraktion ist *n*-Heptan. Andere, unpolare Lösemittel z. B. *n*-Hexan (C₆H₁₄) oder Cyclohexan (C₆H₁₂) können verwendet werden, wenn die Extraktionsausbeute mit derjenigen von *n*-Heptan vergleichbar ist.

Zur Konditionierung der Glasflaschen (7.1) sind 2,2,4-Trimethylpentan (C₈H₁₈, Isooctan) zu verwenden.

Für die Herstellung der Stammlösungen und Verdünnungen des internen Standards ist Propanon (Aceton), C₃H₆O zu verwenden.

Zur Konditionierung der Reinigungssäulen sind Gemische aus *n*-Heptan und Propanon (Aceton) zu verwenden.

Für den ersten Elutionsschritt der filtrierten Schwebstoffe ist Methanol (CH₃OH) zu verwenden.

6.2 SCCP-Referenzstammlösungen

Es sind im Handel erhältliche Lösungen, wie in Cyclohexan oder *n*-Hexan von Einzelgemischen von SCCP-Kongeneren mit definierter Kohlenstoff-Kettenlänge und mit verschiedenen, definierten Chlorgehalten zu verwenden (siehe Tabelle 2, Spalte 1 und Spalte 2). Alternativ können im Handel erhältliche vorgemischte Fertiglösungen mit der gleichen Zusammensetzung verwendet werden.

Lösungen synthetischer Gemische werden verwendet, um in der Umwelt vorkommende SCCP sowie technische Produkte von SCCP zu simulieren. Zum Beispiel wurde die synthetische Kalibrierstammlösung „Ontariosee-Wasser“ so zusammengesetzt, dass sie dem SCCP-Gemisch im Wasser aus dem Ontariosee ähnelt, wie in [6] beschrieben. Deren charakteristische Eigenschaft ist ein relativ hoher Gehalt an C₁₀ bis C₁₂, insbesondere C₁₂, und ein geringer Chlorgehalt, wie er auch bei Wasserproben teilweise angegeben wird. Die synthetisch gemischte Kalibrierstammlösung „Barsch“ simuliert eine Kohlenstoffkettenlängeverteilung (C-Zahl-Verteilung), wie sie bei einem Barsch gefunden wurde, (siehe [7]). Das Standardgemisch „Sediment Dřevnice“ simuliert ein natürliches Gemisch, das in einem Sediment des Flusses Dřevnice (siehe [8]) gefunden wurde, mit einem hohen Gehalt an C₁₃ und einem höheren Chlorgehalt.

Die Zusammensetzung der Kalibriergemische sowie der unabhängigen Standardlösungen zur Qualitätssicherung ist zwingend, um die Vielzahl der SCCP-Gemische zu quantifizieren.

Die Lösungen „Ontariosee-Wasser“, „Barsch“ und „Sediment Dřevnice“ nach Tabelle 2 herstellen.

Tabelle 2 — Stammlösungen der Referenzstoffe

Im Handel erhältliche Standardlösungen			SCCP-Referenzstammlösungen nach 6.2 (Synthetisch gemischte Standardlösungen, die der Zusammensetzung in der Umwelt vorkommender Gemische ähneln, ng/ml)		
<i>n</i> -Alkan-Kettenlänge	Chlorgehalt % der einzelnen Gemische definierter C-Kettenlänge, wie zertifiziert	Durchschnittliche Anzahl Chloratome in den Molekülen (berechnet)	„Ontariosee-Wasser“	„Barsch“	„Sediment Dřevnice“
			Chlorgehalt ^a 50,2 %	Chlorgehalt ^a 60,6 %	Chlorgehalt ^a 65,0 %
C ₁₀	50,18	3,97	1 000		
C ₁₀	55,00	4,79	1 000		
C ₁₀	60,09	5,86		500	
C ₁₀	65,02	7,16		1 100	280
C ₁₁	45,50	3,63	1 000		
C ₁₁	50,21	4,37	1 000		
C ₁₁	55,20	5,31		600	
C ₁₁	60,53	6,55		1 000	500
C ₁₁	65,25	7,94		3 000	660
C ₁₂	45,32	3,93	2 000		
C ₁₂	50,18	4,76	2 000	800	
C ₁₂	55,00	5,74	2 000	2 000	
C ₁₂	65,08	8,59		900	1 000
C ₁₂	69,98	10,62			830
C ₁₃	59,98	7,56		100	730
C ₁₃	65,18	9,34			6 000
Summe SCCP (ng/ml)			10 000	10 000	10 000
^a Der Chlorgehalt der Gemische ist als gewichteter Mittelwert berechnet.					

Die hergestellten Lösungen in einem Kühlschrank bei 2 °C bis 8 °C lagern. Bei Vermeidung von Verlusten des Lösemittels durch Verdunstung, kann die Lösung fünf Jahre verwendet werden.

Im Handel ebenfalls erhältliche SCCP-Referenzstammlösungen (siehe Tabelle 2, letzte drei Spalten) verwenden, z. B. in Cyclohexan oder *n*-Hexan. Siehe [8].

Ein Beispiel ist DRE-ZS22102105HP¹. Siehe [8].

- 1 DRE-ZS22102105HP ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung dieses genannten Produktes durch ISO.

6.3 Stammlösung der internen Standards aus einzelnen Kongeneren

Es sind im Handel erhältliche Standardlösungen aus einzelnen Kongeneren zu verwenden und eine Stammlösung in Propanon (Aceton) (6.1) ist in einer Konzentration von z. B. 1 µg/ml zuzubereiten.

Einzelne SCCP-Kongenerere mit Chlorgehalten zwischen 50 % und 67 % sind als interne Standards geeignet, z. B.:

- 1,1,1,3,10,11-Hexachlorundecan, mit z. B. 0,1 µg/ml;
- 1,1,1,3,11,13,13,13-Octachlortridecan, mit z. B. 0,1 µg/ml;
- 1,2,5,5,6,9,10-Heptachlordecan, mit z. B. 0,01 µg/ml.

ANMERKUNG 1 Die verschiedenen einzelnen SCCP-Kongenerere, die als interne Standardsubstanzen verwendet werden, tragen zur Summe der SCCP in den der Umwelt entnommenen Proben bei. Gleichwohl beträgt der Beitrag näherungsweise < 1 %, was bedeutet, dass die Vergrößerung der Messunsicherheit vernachlässigt werden kann.

ANMERKUNG 2 Verschiedene einzelne SCCP-Kongenerere können unterschiedliche Responsefaktoren erzeugen, daher kann es notwendig sein, unterschiedliche Konzentrationen zu verwenden.

Falls validiert, können andere SCCP-Einzelkongenerere als interne Standards verwendet werden, wenn das Kongener während des gesamten analytischen Verfahrens dieselben Eigenschaften aufweist, wie die SCCP, die bestimmt werden.

Die Lösungen können im Kühlschrank bei einer Temperatur zwischen 2 °C und 8 °C gelagert werden.

6.4 Kalibrierlösungen

Standardgemische nach Tabelle 2 verwenden. Mindestens neun Kalibrierlösungen (siehe Tabelle 3) in Konzentrationen herstellen, die der Empfindlichkeit des Massenspektrometers entsprechen. Die Lösungen (6.2) und die Stammlösung der internen Standardlösung (6.3) mit *n*-Heptan verdünnen und vereinigen, um Lösungen für den Kalibrierbereich herzustellen, wie z. B. in Tabelle 3 gezeigt.