

DIN EN ISO 18635



ICS 13.060.50

**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung kurzkettiger 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**

Water quality –
Determination of short-chain polychlorinated alkanes (SCCPs) in sediment, sewage sludge and
suspended (particulate) matter –
Method using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and electron capture negative
ionization (ECNI) (ISO 18635:2016);
German version EN ISO 18635:2016

Qualité de l'eau –
Détermination des alcanes polychlorés à chaîne courte dans les sédiments et matières en
suspension (particules) –
Méthode par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CPG-SM) et
ionisation chimique négative (ICN) (ISO 18635:2016);
Version allemande EN ISO 18635:2016

Gesamtumfang 45 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 18635:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom 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 kurzketziger polychlorierter Alkane (SCCP) in Sediment, Klärschlamm und Schwebstoff — Gaschromatographisch-massenspektrometrisches Verfahren (GC-MS) unter Anwendung negativer chemischer Ionisation und Elektroneneinfang (ECNI) (H 48):

Verfahren DIN EN ISO 18635 — H 48

Für die Anwendung in Deutschland wird folgender Hinweis gegeben:

In B.3 Kalibrierung mittels multipler Regression für die Summe der SCCP ist mithilfe von beispielsweise Excel die Berechnung mit der LINEST-Funktion (RGP-Funktion) problemlos möglich.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5667-1	siehe DIN EN ISO 5667-1
ISO 5667-12	siehe DIN 38414-11
ISO 5667-13	siehe DIN EN ISO 5667-13
ISO 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2
ISO 8466-1	siehe DIN 38402-51
ISO 12010	siehe DIN EN ISO 12010

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 – eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker – gemeinsam erarbeitete Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung:

Bestimmung kurzketziger polychlorierter Alkane (SCCP) in Sediment, Klärschlamm und Schwebstoff —
Gaschromatographisch-massenspektrometrisches Verfahren (GC-MS) unter Anwendung negativer
chemischer Ionisation und Elektroneneinfang (ECNI) (H 48).

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 (Hausanschrift: Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 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 38414-11, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Schlamm und Sedimente (Gruppe S) — Probenahme von Sedimenten (S 11)*

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

DIN EN ISO 5667-13, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 13: Anleitung zur Probenahme von Schlämmen*

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

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit —
Bestimmung kurzkettiger polychlorierter Alkane (SCCP)
in Sediment, Klärschlamm und Schwebstoff —
Gaschromatographisch-massenspektrometrisches Verfahren
(GC-MS) unter Anwendung negativer chemischer Ionisation
und Elektroneneinfang (ECNI)
(ISO 18635:2016)

Water quality —
Determination of short-chain polychlorinated
alkanes (SCCPs) in sediment, sewage sludge and
suspended (particulate) matter —
Method using gas chromatography-mass
spectrometry (GC-MS) and electron capture
negative ionization (ECNI)
(ISO 18635:2016)

Qualité de l'eau —
Détermination des alcanes polychlorés à chaîne
courte dans les sédiments et matières en
suspension (particules) —
Méthode par chromatographie en phase gazeuse-
spectrométrie de masse (CPG-SM) et ionisation
chimique négative (ICN)
(ISO 18635:2016)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 20. Februar 2016 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
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Grundlage des Verfahrens	8
4 Störungen	8
5 Reagenzien	9
6 Geräte	12
7 Probenahme und Probenvorbehandlung	13
8 Durchführung	13
8.1 Extraktion	13
8.2 Extraktreinigung (Clean-up)	14
8.3 Messung und Integration des Chromatogramms	14
8.4 Kalibrierung	15
8.4.1 Allgemeines	15
8.4.2 Grundkalibrierung	16
8.4.3 Bestimmung und Quantifizierung mittels der Kombination von Massenfragmenten	17
8.4.4 Berechnung der Ergebnisse	17
8.4.5 Qualitätsprüfungen zur internen Standardisierung	18
9 Angabe der Ergebnisse	18
10 Analysenbericht	18
Anhang A (normativ) Programm zur beschleunigten Lösemittlextraktion	19
Anhang B (informativ) Erläuterung der Kalibrierung der Summe von SCCP mit multipler linearer Regression	20
B.1 Einfache Kalibrierung mit linearer Regression und inverse Kalibrierung	20
B.2 Kalibrierung mittels multipler linearer Regression	22
B.3 Kalibrierung mittels multipler Regression für die Summe der SCCP	23
B.4 Massenspektrometrische Interpretation der ausgewählten Massenfragmente	25
Anhang C (informativ) Beispiele für typische GC-MS-Bedingungen	26
C.1 Beispiel 1	26
C.2 Beispiel 2	26
C.3 Beispiel 3	27
C.4 Beispiel 4	27
Anhang D (normativ) Alternatives Aufreinigungsverfahren (Clean-Up) für die Säulenchromatographie	28
D.1 Allgemeines	28
D.2 Extraktion	28
D.3 Säulenchromatographie	28
D.4 Interferenzen mit chlorierten Chemikalien (technische Produkte)	29

Anhang E (informativ) Alternatives Aufreinigungsverfahren für die Gelchromatographie	30
Anhang F (informativ) Typische Chromatogramme für Standardlösungen mit 1 µg/ml	31
Anhang G (informativ) Darstellung der Güte der Anpassung für eine Kalibrierung.....	32
Anhang H (informativ) Beispiel für Wiederfindungsraten von Qualitätssicherungsstandards	33
Anhang I (informativ) Chromatogramme realer Proben	35
Anhang J (informativ) Verfahrenskennndaten	38
Anhang K (informativ) Lösungen zur Qualitätskontrolle.....	39
Literaturhinweise.....	41

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 18635:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 2016, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2016 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.

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.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 18635:2016 wurde vom CEN als EN ISO 18635:2016 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees 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 Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen 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. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien 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 empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/147, *Water quality*, Subcommittee SC 2, *Physical, chemical and biochemical methods*.

Einleitung

Bei Anwendung dieser Internationalen Norm sollte im Einzelfall je nach Aufgabenstellung geprüft werden, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen geringfügigen Randbedingungen erforderlich ist.

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 und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

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

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm 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 Sediment, Schwebstoff, Klärschlamm und Boden mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie mit Elektroneneinfang nach negativer chemischer Ionisation (GC-ECNI-MS).

Abhängig von der Matrix und der Nachweisempfindlichkeit der GC-ECNI-MS kann das Verfahren auf Proben mit einer SCCP-Gesamtkonzentration von z. B. 0,03 µg/g bis 3 µg/g angewendet werden.

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).

ISO 5667-12, *Water quality — Sampling — Part 12: Guidance on sampling of bottom sediments*

ISO 5667-13, *Water quality — Sampling — Part 13: Guidance on sampling of sludges*

ISO 5667-17, *Water quality — Sampling — Part 17: Guidance on sampling of bulk suspended solids*

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 12010, *Water quality — Determination of short-chain polychlorinated alkanes (SCCPs) in water — Method using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and negative-ion chemical ionization (NCI)*

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

3 Grundlage des Verfahrens

Bestimmung der Summe von SCCP mit Kohlenstoffkettenlängen von $n\text{-C}_{10}$ bis einschließlich $n\text{-C}_{13}$ in technischen und umweltbedingt veränderten Gemischen mit Chlor-Massenanteilen („Gehalten“) zwischen 50 % und 67 % (z. B. etwa 3 bis 10 Chloratome je Molekül) und unabhängig von den Kohlenstoffkettenlängen in den Kongeneren. Eine Identifizierung des Chlorgehaltes ist nicht erforderlich.

Die Proben werden mit einem internen Standard dotiert und mittels beschleunigter Lösemittelextraktion mit einem organischen Lösemittel extrahiert. Nach der Probenextraktion 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 Einzelionenmodus (SIM, en: selected ion monitoring) unter Anwendung negativer chemischer Ionisation und Elektroneneinfang (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.

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. Dafür werden Lösungen verschiedener technischer Gemische gemessen, die mit einem internen Standard dotiert wurden.

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. Die Kalibrierung erfordert wenigstens drei unterschiedlich zusammengesetzte SCCP-Kalibriergemische.

Diese Standard-Gemische ähneln unterschiedlichen Mischungen, die in der Umwelt gefunden wurden. Nur mithilfe der multiplen linearen Regression und diesen spezifischen Gemischen ist eine Quantifizierung der Vielzahl der beobachteten Gemische in der Umwelt und in den technischen Produkten, beschrieben im Anwendungsbereich und in [6], möglich. Es ist nicht möglich, nur ein Standard-Gemisch für diese komplexe Aufgabe anzuwenden.

4 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 amu erreicht werden. Quadrupol-Massenspektrometer geben oft die Möglichkeit dazu. Die exakten Massen sind 374,958 8; 410,916 9 und 422,935 5 (siehe [6]).

Nach Anwendung des Gesamtverfahrens wurden die folgenden chlorierten Schadstoffe geprüft und festgestellt, dass sie keine Störungen unterhalb der Konzentrationen verursachen (siehe Tabelle 1).

Tabelle 1 — Höchstes Konzentrationsniveau, das keine Störungen verursacht, die höher sind als die Bestimmungsgrenze von 0,03 µg/g

Potentiell störende Verbindungen	Höchstes Konzentrationsniveau, das keine Störungen verursacht, die höher sind als die Bestimmungsgrenze von 0,03 µg/g
Aroclor 1262 ^a	0,25 µg/g
Aroclor 1242 ^a	2 µg/g
Aroclor 1221 ^a	2 µg/g
Camphechlor (Toxaphen)	0,35 µg/g
Halowax 1014 ^a	2 µg/g
Halowax 1051 ^a	0,08 µg/g
MCCP (mittelkettige chlorierte <i>n</i> -Alkane) 42 %	2 µg/g
MCCP (mittelkettige chlorierte <i>n</i> -Alkane) 52 %	1,2 µg/g
MCCP (mittelkettige chlorierte <i>n</i> -Alkane) 57 %	2 µg/g
^a Analytische Standards von Aroclor 1262, Aroclor 1242, Aroclor 1221, Halowax 1014 und Halowax 1051 sind Beispiele für geeignete handelsübliche Produkte. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung dieser genannten Produkte durch ISO.	

5 Reagenzien

Es sind Lösemittel und Reagenzien zu verwenden, die eine ausreichende Reinheit und vernachlässigbar geringe Konzentrationen von SCCP aufweisen, d. h. geringer als die Nachweisgrenze des Verfahrens.

Zur analytischen Qualitätssicherung sind regelmäßig Blindwerte über das Gesamtverfahren zu analysieren, um eine ordnungsgemäße Qualitätskontrolle zu etablieren.

5.1 Lösemittel zur Extraktion und Vorbereitung von Stammlösungen.

Das Lösemittel zur Extraktion ist *n*-Heptan. Andere unpolare Lösemittel, zum Beispiel *n*-Hexan (C₆H₁₄) oder Cyclohexan (C₆H₁₂), können verwendet werden, wenn die Extraktionseffizienz mit der von *n*-Heptan vergleichbar ist.

Zur Konditionierung der Aufreinigungssäule werden Gemische aus *n*-Heptan und Propanon (Aceton), wie unten beschrieben, verwendet.

5.2 SCCP-Referenzstammlösungen.

Es sind im Handel erhältliche Standard-Lösungen zu verwenden, Einzelgemische von SCCP-Kongeneren mit definierter Kohlenstoffkettenlänge und mit verschiedenen, definierten Chlorgehalten in z. B. Cyclohexan oder *n*-Hexan (siehe Tabelle 2, ersten beiden Spalten,). Alternativ im Handel erhältliche, bereits fertig gemischte Lösungen der gleichen Zusammensetzung verwenden.

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 [5] 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, wie sie bei einem Barsch gefunden wurde, siehe [6]. Das Standardgemisch „Sediment Dřevnice“ simuliert ein natürliches Gemisch, das in einem Sediment des Flusses Dřevnice (siehe [7]) gefunden wurde, mit einem hohen Gehalt an C₁₃ und einem höheren Chlorgehalt.

Die Zusammensetzung der Kalibriergemische sowie der unabhängigen Standardlösungen zur Qualitätssicherung sind zwingend, um die Vielzahl der SCCP-Gemische zu quantifizieren. Ein Beispiel für die Wiederfindung von Standardlösungen zur Qualitätssicherung enthält Anhang H.

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

Tabelle 2 — Stammlösungen der Referenzstoffe

Standardlösungen, z. B. <i>n</i> -Heptan			Synthetisch gemischte Standardlösungen, die Gemischen aus der Umwelt ähneln		
<i>n</i> -Alkan-Kettenlänge	Chlorgehalt % der einzelnen Gemische definierter C-Kettenlänge	Durchschnittliche Anzahl Chloratome in den Molekülen (berechnet)	„Ontariosee-Wasser“	„Barsch“	„Sediment Dřevnice“
Berechneter Chlorgehalt (%)			50,2	60,6	65,0
Zusammensetzung, ng/ml					
C ₁₀	44,82	3,22			
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	44,90	4,19			
C ₁₃	50,23	5,16			
C ₁₃	55,03	6,22			
C ₁₃	59,98	7,56		100	730
C ₁₃	65,18	9,34			6 000
Summe der SCCP (ng/ml)			10 000	10 000	10 000

Der Chlorgehalt (dritte Spalte) der Gemische wurde als gewichteter Mittelwert berechnet.

Die vorbereiteten Lösungen in einem Kühlschrank bei 2 °C bis 6 °C lagern.