

DIN EN ISO 22892

ICS 13.080.05

Ersatz für
DIN ISO 22892:2006-09

**Bodenbeschaffenheit –
Anleitungen für die Identifizierung von Zielverbindungen durch
Gaschromatographie und Massenspektrometrie (ISO 22892:2006);
Deutsche Fassung EN ISO 22892:2011**

Soil quality –

Guidelines for the identification of target compounds by gas chromatography and mass spectrometry (ISO 22892:2006);

German version EN ISO 22892:2011

Qualité du sol –

Lignes directrices pour l'identification des composés cibles par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse (ISO 22892:2006);

Version allemande EN ISO 22892:2011

Gesamtumfang 27 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 22892:2006 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ erarbeitet und als EN ISO 22892:2011 durch das Technische Komitee CEN/TC 345 „Charakterisierung von Böden“ übernommen, dessen Sekretariat vom NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Unterausschuss NA 119-01-02-02 UA „Chemische und physikalische Verfahren“ im Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Es wird empfohlen, bei den Arbeiten nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

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

ISO 10382	siehe	DIN ISO 10382
ISO 11264	siehe	DIN ISO 11264
ISO 15009	siehe	DIN ISO 15009
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 22892:2006-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) normative Verweisungen wurden aktualisiert;
- b) die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN ISO 22892: 2006-09

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 10382, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung von Organochlorpestiziden und polychlorierten Biphenylen — Gaschromatographisches Verfahren mit Elektroneneinfang-Detektor*

DIN ISO 11264, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung von Herbiziden — Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit UV-Detektion*

DIN ISO 15009, *Bodenbeschaffenheit — Gaschromatographische Bestimmung des Anteils an flüchtigen aromatischen Kohlenwasserstoffen, Naphthalin und flüchtigen Halogenkohlenwasserstoffen — Thermische Desorption nach Ausblasen und Sammeln auf einem Adsorbens*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

Deutsche Fassung

Bodenbeschaffenheit —
Anleitungen für die Identifizierung von Zielverbindungen durch
Gaschromatographie und Massenspektrometrie
(ISO 22892:2006)

Soil quality —
Guidelines for the identification of target compounds by
gas chromatography and mass spectrometry
(ISO 22892:2006)

Qualité du sol —
Lignes directrices pour l'identification de composés
cibles par chromatographie en phase gazeuse et
spectrométrie de masse
(ISO 22892:2006)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 10. Juni 2011 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, 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, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

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

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Kurzbeschreibung	5
3 Begriffe	5
4 Geräte.....	6
5 Durchführung	7
5.1 Retentionszeiten	7
5.2 Massenspektren, Auswahl der Diagnose-Ionen	7
6 Qualitative Bestimmung.....	8
6.1 GC-MS-Verfahren	8
6.2 Zusätzliche Informationen	9
6.3 Dokumentation der Anwesenheit von Zielverbindungen	12
6.3.1 Identifizierung	12
6.3.2 Anzeichen	13
6.3.3 Nichtvorhandensein der Zielverbindung (< Nachweisgrenze).....	13
7 Prüfbericht.....	13
Anhang A (informativ) Für die Identifizierung mit GC/MS anzuwendende Diagnose-Ionen.....	14
Anhang B (informativ) Beispiele	17
B.1 Beispiel 1, Endosulfan	17
B.1.1 Identifizierung	17
B.1.2 Anzeichen	19
B.1.3 Negatives Ergebnis.....	20
B.2 Beispiel 2, Fluoranthen	20
B.2.1 Identifizierung	21
B.2.2 Negatives Ergebnis.....	22
Anhang C (informativ) Beispiele für Spektren.....	23
Literaturhinweise	25

Vorwort

Der Text von ISO 22892:2006 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 22892:2011 durch das Technische Komitee CEN/TC 345 „Charakterisierung von Böden“ übernommen, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Dezember 2011, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Dezember 2011 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte 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, 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, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 22892:2006 wurde vom CEN als EN ISO 22892:2011 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

In vielen analytischen Normen ist ein gaschromatographisches (GC) Verfahren in Verbindung mit einer massenspektrometrischen (MS) Detektion beschrieben. Diese Detektion ist ein wirkungsvolles Instrument, wenn es richtig angewendet wird. In dieser Internationalen Norm sind Anleitungen für die Identifizierung von Zielverbindungen enthalten. Diese Internationale Norm kann zusammen mit spezifischen Analysenormen oder mit jedem GC-MS-Verfahren angewendet werden. Das Ergebnis einer Untersuchung nach dem hier beschriebenen Verfahren lautet mit Bezug auf die Zielverbindung: identifiziert, angezeigt oder nicht vorhanden.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm enthält Kriterien für die GC-MS-Identifizierung von Zielverbindungen in Bodenproben. Diese Internationale Norm kann mit solchen Normen angewendet werden, die für die Bestimmung von spezifischen Verbindungen entwickelt wurden. Die Identifizierungskriterien beruhen auf dem Vergleich der Retentionszeiten und der anschließenden Auswertung der Elektronenstoßmassenspektren oder, sofern erforderlich, zusätzlichen massenspektrometrischen Verfahren sowie weiteren relevanten Faktoren.

ANMERKUNG Diese Internationale Norm ist auch für andere Umweltproben anwendbar.

2 Kurzbeschreibung

Eine Zielverbindung gilt als identifiziert, wenn die Messwerte den Kriterien entsprechen, die in dieser Norm oder der Norm, in der die Verfahren für die Analyse der Zielverbindung beschrieben sind, festgelegt sind. Die Kriterien beruhen auf den relativen Retentionszeiten und der Intensität der im Abtastmodus ausgewählten und im Modus der selektiven Ionenregistrierung (SIM) gemessenen Diagnose-Ionen sowie weiteren relevanten Faktoren. Zusätzliche Informationen bezüglich Diagnose-Ionen aus anderen Internationaler Normen zur Analyse von Zielverbindungen können herangezogen werden. Es wird das Prinzip der Identifizierungspunkte angewendet.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Zielverbindung

ausgewählte Verbindung, deren Vorhandensein bzw. Nichtvorhandensein festgestellt wird

ANMERKUNG Diese Definition gilt auch für Derivate der ursprünglichen Verbindungen, die bei einer beabsichtigten Derivatisierung oder einer On-line-Derivatisierung entstehen.

3.2

Standardverbindung

Zielverbindung, die die höchstmögliche Reinheit aufweist und bei der Analyse zu Bezugszwecken verwendet werden kann

ANMERKUNG Mögliche Unreinheiten sollten keinerlei Einfluss auf das Massenspektrum der Standardverbindung haben.

3.3

Retentionszeitstandard

Verbindung, die der Probe (oder dem Probenextrakt) und der externen Standardlösung zugegeben und eingesetzt wird, um die relativen Retentionszeiten der Zielverbindungen zu berechnen

ANMERKUNG Der Retentionszeitstandard kann mit den internen Standards identisch sein.

3.4

relative Retentionszeit

Verhältnis zwischen der Retentionszeit der Zielverbindung und der Retentionszeit des Retentionszeitstandards

3.5

geringste identifizierbare Konzentration

geringste Konzentration der Zielverbindung, bei der diese, sofern sie in der Probe vorhanden ist, unter Anwendung der in der vorliegenden Internationalen Norm angegebenen Kriterien identifiziert werden kann

ANMERKUNG 1 Es ist erforderlich, dass das ausgewählte Diagnose-Ion mit der geringsten Intensität noch mit einem Signal-Rausch-Verhältnis (S/N) von mehr als 3:1 im Massenspektrum vorhanden ist.

ANMERKUNG 2 Diese Konzentration ist in hohem Maße abhängig von der Empfindlichkeit der Messgeräte und den Leistungskennwerten des Analyseverfahrens.

3.6

Diagnose-Ion

ausgewähltes Fragment-Ion, Molekül-Ion oder sonstiges charakteristisches Ion aus dem Massenspektrum der Zielverbindung mit der höchstmöglichen Spezifität

3.7

Identifizierungspunkt

Ergebnis der massenspektrometrischen Untersuchung oder sonstiger Untersuchungen/Informationen, die der Identifizierung eines Bestandteils in Umweltmatrizes dienen

3.8

selektive Ionenregistrierung

SIM

(en: Selected Ion Mode)

Messung der Intensität von ausschließlich ausgewählten Diagnose-Ionen

4 Geräte

Da diese Internationale Norm weitere Normen, in denen GC-MS eingesetzt wird, ergänzt, wird davon ausgegangen, dass die angewendete gerätetechnische Ausstattung den Anforderungen dieser Normen entspricht. Eine detaillierte Beschreibung liegt dadurch nicht im Anwendungsbereich dieser Internationalen Norm. Geeignete Anforderungen an die Qualitätssicherung sind in ISO/IEC 17025 angegeben.

Mindestanforderungen sind:

Ionisationsmodus:	Elektronenstoß
Elektronenenergie:	Abhängig von der Anwendung (üblicherweise 70 eV);
Massenbereich:	Peaks (Massen) mit $S/N < 3$ werden nicht aufgezeichnet, und der Abtastbereich ist auf einen Bereich zwischen 35 (um eine Messung des Sauerstoffs und des Stickstoffs zu vermeiden) und der größten Masse der Zielverbindung + 10 Atommasseneinheiten (u) begrenzt.
Abtastgeschwindigkeit:	Die Abtastgeschwindigkeit sollte dem 10-fachen der Peakfrequenz entsprechen, wobei der Mindestwert bei 7 Abtastungen je Peak liegt.
Abtastmodus:	Zyklisch, linear. Vollständige Abtastung oder selektive Ionenregistrierung
Massenauflösung:	Auf die Nennauflösung abzustimmen; die Peakbreite in halber Höhe sollte bei keiner Abstimmmasse 0,7 u überschreiten.

5 Durchführung

5.1 Retentionszeiten

Die relative Retentionszeit der Zielverbindung ist unter Anwendung einer externen Kalibrierstandardlösung zu bestimmen, die eine geeignete Anzahl von internen Standards enthält. Die relativen Retentionszeiten werden unter Anwendung der Retentionszeitstandards berechnet. Der Wert der berechneten relativen Retentionszeit muss kleiner als 2 sein.

5.2 Massenspektren, Auswahl der Diagnose-Ionen

Sofern verfügbar, sind für jede Zielverbindung drei Diagnose-Ionen auszuwählen. Die Intensitäten dieser Ionen, I_1 , I_2 , I_3 , sind in der externen Kalibrierstandardlösung (mindestens drei Injektionen) als Peakfläche oder Peakhöhe der entsprechenden Chromatogramme des Stroms der extrahierten Ionen zu bestimmen. Die relativen Intensitäten werden als Verhältnis der bestimmten Peakhöhen (oder -flächen) zur Peakhöhe (oder -fläche) des intensivsten Diagnose-Ions berechnet. In Anhang A ist eine Tabelle mit geeigneten Diagnose-Ionen für eine Reihe von Stoffen angegeben. Diagnose-Ionen können auch durch das angewendete Standardanalyseverfahren festgelegt sein.

Nicht immer ist es möglich, drei Diagnose-Ionen zu erhalten (beispielsweise bei polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen). In einem solchen Fall sind die verfügbaren Ionen auszuwählen.

Für die Auswahl der Diagnose-Ionen, die einen hohen „Eindeutigkeitswert“ [3] aufweisen sollten, wird Folgendes empfohlen:

- hohe m/z -Werte sollten aufgrund ihrer höheren Signifikanz bevorzugt werden;
- gerade Massenfragmente sind ungeraden vorzuziehen;
- sofern möglich, sollte das Molekül-Ion als eines der Diagnose-Ionen ausgewählt werden;
- die Intensität diagnostischer Ionen ist vorzugsweise größer als 15 % im Verhältnis zum Basis-Peak im Spektrum;
- sofern charakteristische Isotopencluster im Massenspektrum vorliegen (z. B. Chlor), sollten nicht mehr als zwei Diagnose-Ionen aus einem Isotopencluster ausgewählt werden. Isotope können für komplexe Verbindungen, d. h. zinnorganische Verbindungen, äußerst charakteristisch sein;
- wenn bei der Probenvorbereitung die Zielverbindungen mit einem Reagens mit niedriger Spezifität abgeleitet wurden, sollte nur eines der beiden Ionen M^+ und $[M\text{-der}]^+$ als Diagnose-Ion ausgewählt werden (M^+ ist das Molekül-Ion der derivatisierten Zielverbindung);
- bei der Auswahl der Diagnose-Ionen sind mögliche Säulenartefakte zu berücksichtigen, indem die entsprechenden Massen vermieden werden (z. B. m/z 73, 207, 281).

Die Peakform und die Retentionszeit aller gemessenen Diagnose-Ionen müssen identisch sein. Ko-eluierende Stoffe können die Peakform beeinflussen. Sofern der interessierende Peak separat integriert werden kann, ist seine Verwendung möglich. Die Peakmaxima der Chromatogramme des Stromes der extrahierten Ionen stellen die Kriterien dar.

Es wird davon ausgegangen, dass Diagnose-Ionen nur aus dem untersuchten Analyt stammen. Das bedeutet, dass theoretisch sämtliche Diagnose-Ionen, die zu ein und demselben Analyt gehören, dieselbe Retentionszeit aufweisen. Wenn die Retentionszeit eines ausgewählten Diagnose-Ions von den Retentionszeiten der anderen Diagnose-Ionen desselben Analyts abweicht, ist möglicherweise ein Ko-Elutionsmittel oder ein teilweise entmischter Stoff vorhanden, der dieselbe Masse ergibt. In diesem Fall kann das jeweilige Diagnose-Ion nicht verwendet werden.