

DIN EN ISO 18635

ICS 13.060.50

Einsprüche bis 2015-01-14

Entwurf

**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung kurzkettiger polychlorierter Alkane (SCCP) in Sedimenten
und Schwebstoffen –
Gaschromatographisches Verfahren mit massenspektrometrischer
Bestimmung (GC-MS) und negativer chemischer Ionisation (NCI)
(ISO/DIS 18635:2014);
Deutsche Fassung prEN ISO 18635:2014**

Water quality –

Determination of short-chain polychlorinated alkanes (SCCPs) in sediment and suspended (particulate) matter –

Method using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and negative-ion chemical ionization (NCI) (ISO/DIS 18635:2014);

German version prEN ISO 18635:2014

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 (CG-SM) avec ionisation chimique négative (ICN) (ISO/DIS 18635:2014);

Version allemande prEN ISO 18635:2014

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2014-11-14 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an naw@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 38 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 18635:2014) 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).

Das Ausgabedatum des Europäischen Norm-Entwurfs stand zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses DIN-EN-ISO-Entwurfs noch nicht fest; der prEN ISO wird jedoch vom CMC unter der angegebenen prEN-Nummer demnächst zur CEN-Umfrage verteilt. Um der deutschen Öffentlichkeit eine möglichst lange Einspruchsfrist einzuräumen, wurde dieser Norm-Entwurf bereits vorab veröffentlicht.

Bezeichnung des Verfahrens:

Bestimmung kurzkettiger polychlorierter Alkane (SCCP) in Sedimenten und Schwebstoffen - Gaschromatographisches Verfahren mit massenspektrometrischer Bestimmung (GC-MS) und negativer chemischer Ionisation (NCI) (H 48):

Verfahren DIN EN ISO 18635 — H 48

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 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 Sedimenten und Schwebstoffen -
Gaschromatographisches Verfahren mit massenspektrometrischer Bestimmung (GC-MS) und negativer
chemischer Ionisation (NCI) (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.

Diesem Verfahren wird bei der Einsortierung in die „Deutschen Einheitsverfahren“ die DEV-Nummer H 48 zugeordnet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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*

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

Wasserbeschaffenheit — Bestimmung kurzkettiger polychlorierter Alkane (SCCP) in Sediment und Schwebstoffen — Gaschromatographisches Verfahren mit massenspektrometrischer Bestimmung (GC-MS) und negativer chemischer Ionisation (NCI) (ISO/DIS 18635:2014)

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 (CG-SM) avec ionisation chimique négative (ICN) (ISO/DIS 18635:2014)

Water quality — Determination of short-chain polychlorinated alkanes (SCCPs) in sediment and suspended (particulate) matter — Method using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and negative-ion chemical ionization (NCI) (ISO/DIS 18635:2014)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.5a

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Grundlage des Verfahrens	5
4 Störungen	6
5 Reagenzien und Standards.....	6
6 Geräte.....	9
7 Probenahme und Probenvorbehandlung.....	10
8 Durchführung	10
8.1 Extraktion	10
8.2 Extraktreinigung (Clean-up)	11
8.3 Messung und Integration des Chromatogramms.....	11
8.4 Kalibrierung	12
8.4.1 Allgemeines	12
8.4.2 Grundkalibrierung.....	12
8.4.3 Bestimmung und Quantifizierung mittels der Kombination von Massenfragmenten	14
8.4.4 Berechnung der Ergebnisse	14
8.4.5 Qualitätsprüfungen zur internen Standardisierung	14
9 Angabe der Ergebnisse.....	15
10 Analysenbericht	15
Anhang A (normativ) Programm zur beschleunigten Lösemittlextraktion	16
Anhang B (informativ) Erläuterung der Kalibrierung der Summe von SCCP mit multipler linearer Regression	17
B.1 Kalibrierung mittels multipler linearer Regression	18
B.2 Kalibrierung mittels multipler Regression für die Summe der SCCP	20
B.3 Massenspektrometrische Interpretation der ausgewählten Massenfragmente	22
Anhang C (informativ) Beispiele für typische GC-MS-Bedingungen	23
C.1 Beispiel 1	23
C.2 Beispiel 2	23
C.3 Beispiel 3	24
C.4 Beispiel 4	24
Anhang D (informativ) Alternative Aufreinigungsverfahren (Clean-Up)	25
D.1 Alternative Aufreinigung	25
D.1.1 Extraktion	25
D.1.2 Säulenchromatographie.....	25
D.1.3 Interferenzen mit chlorierten Substanzen (technische Produkte).....	26
D.2 Alternatives Aufreinigungsverfahren mit Gelchromatographie	26
Anhang E (informativ) Typische Chromatogramme für Standardlösungen mit 1 µg/ml.....	27
Anhang F (informativ) Darstellung der Güte der Anpassung für eine Kalibrierung	28
Anhang G (informativ) Beispiel für Wiederfindungsraten von Qualitätssicherungsstandards	29
Anhang H (informativ) Chromatogramme realer Proben.....	31
Literaturhinweise	34

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 18635:2014) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 18635:2014 wurde vom CEN als prEN ISO 18635:2014 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Bei Anwendung dieser Internationalen Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, 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 fest zur quantitativen Bestimmung der Summe von kurzkettigen polychlorierten *n*-Alkanen. 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 6 300 der etwa 8 000 Kongenere umfassen.

Dieses Verfahren ist anwendbar auf die Bestimmung der Summe von SCCP in Sediment und Schwebstoffen sowie Boden mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie mit Elektroneneinfang nach negativer chemischer Ionisation (GC-ECNI-MS).

Abhängig von der Empfindlichkeit der GC-ECNI-MS kann das Verfahren auf Proben mit einer SCCP-Gesamtkonzentration von z. B. 0,03 µg/g bis 1 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 5667-1, *Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques*

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 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*-C₁₀ bis einschließlich *n*-C₁₃ 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.

SCCP in Sediment- und Schwebstoffproben 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 Verwendung des Elektroneneinfangs nach negativer Ionisation (ECNI, en: electron capture negative ionisation). Die Auswahl der Massenfragmente und die Zusammensetzung der Kalibrierlösungen in dieser Norm sind grundlegend 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 Kalibrierung erfordert die drei beschriebenen und unterschiedlich zusammengesetzten Standardgemische. Diese ähneln verschiedenen technischen Gemischen bzw. Umweltproben bezüglich der gefundenen Verteilungsmuster der Kohlenstoffkettenlängen und des Chlorgehalts.

4 Störungen

Nicht spezifische Matrixstörungen sowie Störungen durch andere umweltbezogene Gegebenheiten werden durch das angegebene Aufreinigungsverfahren effektiv reduziert. Nach Durchführung des gesamten Verfahrens wurden die folgenden Schadstoffe geprüft und festgestellt, dass sie keine Störungen unterhalb der folgenden Konzentrationen verursachen.

Potentiell störende Verbindungen	Höchstes Konzentrationsniveau, das keine Störungen verursacht, die höher sind als die Bestimmungsgrenze von 0,03 µg/g
Aroclor 1262 ¹⁾	0,25 µg/g
Aroclor 1242 ¹⁾	2 µg/g
Aroclor 1221 ¹⁾	2 µg/g
Camphechlor (Toxaphen)	0,35 µg/g
Halowax 1014 ¹⁾	2 µg/g
Halowax 1051 ¹⁾	0,08 µg/g
MCCP (mittelkettige chlorierte n-Alkane) 42 %	2 µg/g
MCCP (mittelkettige chlorierte n-Alkane) 52 %	1,2 µg/g
MCCP (mittelkettige chlorierte n-Alkane) 57 %	2 µg/g

5 Reagenzien und Standards

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.

ANMERKUNG Zur analytischen Qualitätssicherung sind regelmäßig Blindwerte über das Gesamtverfahren zu analysieren, um Kontaminationen und Verschleppungen zu vermeiden.

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.

1) Analytische Standards von Aroclor 1262, Aroclor 1242, Aroclor 1221, Halowax 1014 und Halowax 1051 sind im Handel erhältliche Produkte. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung dieser genannten Produkte durch ISO.

5.2 SCCP-Referenzstammlösungen

Es sind im Handel erhältliche Standard-Lösungen zu verwenden, z. B. Einzelgemische von SCCP-Kongeneren mit definierter Kohlenstoffkettenlänge und mit verschiedenen, definierten Chlorgehalten in Cyclohexan oder *n*-Hexan (erste beide Spalten, siehe Tabelle 1). Alternativ im Handel erhältliche, bereits fertig gemischte Lösungen der gleichen Zusammensetzung verwenden.

Lösungen synthetischer Gemische wurden verwendet, um in der Umwelt vorkommende SCCP sowie technische Produkte von SCCP zu simulieren. Zum Beispiel wurde die synthetische Kalibrierstammlösung „Ontariosee-Wasser“ so gemischt, dass sie Wasser aus dem Ontariosee ähnelt, wie in [4] beschrieben. Seine 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 Kohlenstoffkettenlänge, wie sie bei einem Barsch gefunden wurde, siehe [5]. Das Standardgemisch „Sediment Dřevnice“ simuliert ein natürliches Gemisch, das in einem Sediment des Flusses Dřevnice (siehe [6]) gefunden wurde, mit einem hohen Gehalt an C₁₃ und einem höheren Chlorgehalt.

Die Zusammensetzung der Kalibriergemische sowie der unabhängigen Standardlösungen zur Qualitätssicherung zeigen die Verschiedenheit der SCCP-Gemische, die vom Quantifizierungsverfahren abgedeckt werden.

Die Lösungen „Ontariosee-Wasser“, „Barsch“ und „Sediment Dřevnice“ nach Tabelle 1 vorbereiten.

Tabelle 1 — Stammlösungen der Referenzstoffe

Standardlösungen			Synthetisch gemischte Standardlösungen, die Gemischen aus der Umwelt ähneln		
<i>n</i> -Alkan-Kettenlänge	Chlorgehalt in % der einzelnen Gemische definierter C-Kettenlänge	Durchschnittliche Anzahl Chloratome in den Molekülen (berechnet)	„Ontariosee-Wasser“	„Barsch“	„Sediment Dřevnice“
Berechneter Chlorgehalt in %			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 wird als gewichteter Mittelwert berechnet.

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

5.3 Stammlösungen interner Standards aus einzelnen Kongeneren

Aus im Handel erhältlichen Standardlösungen einzelner Kongenere werden Stammlösungen in Propanon (Aceton) (5.1) mit einer Konzentration von z. B. 1 µg/ml hergestellt.

- Einzelne SCCP-Kongenere mit Chlorgehalten von zwischen 50 % und 67 % (z. B. 1,1,1,3,11,13,13,13-Octachlortridecan, mit z. B. 0,1 µg/ml) sind als interne Standards geeignet, wenn die Massenspur bei der massenspektrometrischen Erfassung nicht durch Matrixbestandteile beeinflusst wird.

ANMERKUNG 1 Die einzelnen SCCP-Kongenere, die als interne Standardsubstanzen verwendet werden, tragen wahrscheinlich zur Summe der SCCP in den der Umwelt entnommenen Proben bei. Gleichwohl beträgt deren Beitrag am SCCP-Gesamtgehalt weniger als 1 %, was bedeutet, dass die resultierende Vergrößerung der Messunsicherheit vernachlässigt werden kann.

ANMERKUNG 2 Verschiedene SCCP-Kongenere können unterschiedliche Responsefaktoren aufweisen. Daher kann es notwendig sein, die tatsächliche Konzentration eines Standards entsprechend anzupassen.

Sofern validiert, können andere SCCP-Einzelkongenere als interner Standard verwendet werden, wenn das Kongener die gleichen Eigenschaften über den gesamten Analysevorgang aufweist, wie die zu bestimmenden SCCP.

Die Lösungen sollten im Kühlschrank bei 2 °C bis 6 °C gelagert werden.

5.4 Materialien für Extraktion und Aufreinigung

- Ottawa-Sand, blindwertfrei;
- Kupferpulver, Korngröße <63 µm;
- Salzsäure, 2 mol/l;
- Al₂O₃, neutral, hohe Aktivität (10 % Wasser);
- Glaswolle.

5.5 Betriebsgase, für GC-MS, mit hohem Reinheitsgrad und nach den Spezifikationen des Herstellers.

5.6 Stickstoff, N₂, Reinheit ≥ 99,996 % Volumenanteil zum Einengen von Lösungen.

5.7 Bezugslösungen (Kalibrierstandards)

Standardgemische nach Tabelle 1 verwenden. Mindestens neun Kalibrierlösungen (siehe Tabelle 2) in Konzentrationen herstellen, die der Empfindlichkeit des Massenspektrometers entsprechen. Die Lösungen (5.2) und die interne Standardlösung (5.3) zusammenführen und mit *n*-Heptan verdünnen, um Lösungen für den Kalibrierbereich herzustellen, wie z. B. in Tabelle 2 gezeigt.