

ILNAS

Institut luxembourgeois de la normalisation
de l'accréditation, de la sécurité et qualité
des produits et services

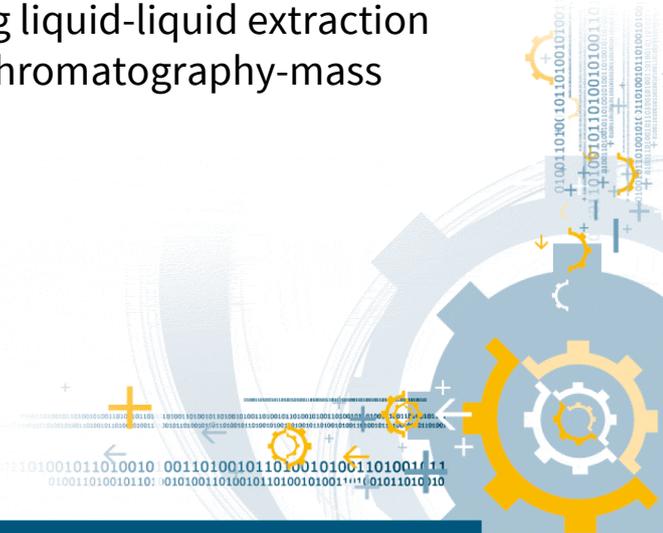
ILNAS-EN ISO 20596-2:2022

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von cyclischen flüchtigen Methylsiloxanen in Wasser - Teil 2: Verfahren mittels Flüssig-Flüssig-

Qualité de l'eau - Détermination de
méthylsiloxanes cycliques volatiles dans
l'eau - Partie 2: Méthode par extraction
liquide-liquide avec chromatographie en

Water quality - Determination of cyclic
volatile methylsiloxanes in water - Part 2:
Method using liquid-liquid extraction
with gas chromatography-mass

09/2022



Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm EN ISO 20596-2:2022 wurde als luxemburgische Norm ILNAS-EN ISO 20596-2:2022 übernommen.

Alle interessierten Personen, welche Mitglied einer luxemburgischen Organisation sind, können sich kostenlos an der Entwicklung von luxemburgischen (ILNAS), europäischen (CEN, CENELEC) und internationalen (ISO, IEC) Normen beteiligen:

- Inhalt der Normen beeinflussen und mitgestalten
- Künftige Entwicklungen vorhersehen
- An Sitzungen der technischen Komitees teilnehmen

<https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html>

DIESES WERK IST URHEBERRECHTLICH GESCHÜTZT

Kein Teil dieser Veröffentlichung darf ohne schriftliche Einwilligung weder vervielfältigt noch in sonstiger Weise genutzt werden - sei es elektronisch, mechanisch, durch Fotokopien oder auf andere Art!

Deutsche Fassung

**Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von cyclischen flüchtigen
Methylsiloxanen in Wasser - Teil 2: Verfahren mittels Flüssig-
Flüssig-Extraktion und Gaschromatographie-
Massenspektrometrie (GC-MS) (ISO 20596-2:2021)**

Water quality - Determination of cyclic volatile
methylsiloxanes in water - Part 2: Method using liquid-
liquid extraction with gas chromatography-mass
spectrometry (GC-MS) (ISO 20596-2:2021)

Qualité de l'eau - Détermination de méthylsiloxanes
cycliques volatiles dans l'eau - Partie 2: Méthode par
extraction liquide-liquide avec chromatographie en
phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM) (ISO
20596-2:2021)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 19. September 2022 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, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, 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	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Grundlage des Verfahrens	7
4.1 Konservierung und Extraktion	7
5 Störungen	7
5.1 Störungen bei der Probennahme und -verarbeitung	7
5.2 Störungen bei Verwendung der GC-MS-Kopplung	7
5.3 Erfassung von Störungen	8
6 Reagenzien	8
7 Geräte	10
8 Nachweis- und Bestimmungsgrenze	11
9 Qualitätskontrolle	11
10 Probenahme und Probenlagerung	12
10.1 Vorbereitung der Probenahme	12
10.2 Probenahme	12
11 Extraktion und Analyse	12
11.1 Extraktion	12
11.2 GC-Bedingungen	12
12 Kalibrierung	13
12.1 Allgemeines	13
12.2 Berechnungen bei der Kalibrierung	13
12.3 Gehaltsbestimmung	14
12.4 Berechnung der Analysenergebnisse	14
12.5 Umgang mit Analysenergebnissen außerhalb des Kalibrierbereichs	15
13 Angabe der Ergebnisse	15
14 Analysenbericht	16
Anhang A (informativ) GC-MS-Bedingungen	17
Anhang B (informativ) Nachweis- und Bestimmungsgrenzen	19
Anhang C (informativ) Beispiele von Qualitätskontrollproben	20
C.1 Qualitätskontrolle	20
C.2 Transport-Blindproben (en: trip blanks)	20
C.3 Probenahme-Blindproben (en: field blanks)	20
C.4 Probenahme-Aufstockproben (en: field spikes)	20
C.5 Prozedurblindproben (en: procedural blanks)	20
Anhang D (informativ) Verfahrenskenndaten	21
Literaturhinweise	23

Tabellen

Tabelle 1 — Analyten, die mit dem hier beschriebenen Verfahren bestimmt werden können . . .	6
Tabelle 2 — Kalibrierstandards	10
Tabelle 3 — Bedeutung von Indizes	13
Tabelle A.1 — Ausgewählte Ionen für die einzelnen Analyten	18
Tabelle D.1 — Verfahrenskenndaten	22

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 20596-2:2021 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ als EN ISO 20596-2:2022 übernommen, 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 März 2023, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis März 2023 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.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, 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 20596-2:2021 wurde von CEN als EN ISO 20596-2:2022 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (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 Normungsthemen 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, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) 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.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 20596 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

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.

Einleitung

Das in diesem Dokument beschriebene Verfahren verwendet Polyethylen niedriger Dichte zur Verhinderung des Verlusts von Analyten während des Transports und der Lagerung. Die Proben werden mittels Flüssig-Flüssig-Extraktion aufgearbeitet und dadurch die apolaren Probenanteile in ein unpolares Lösemittel überführt. Dieses wird anschließend in einen Gas-Chromatographen injiziert, in dem die einzelnen Bestandteile aufgetrennt werden, welche dann mittels Massenspektrometrie (GC-MS) quantifiziert werden.

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, sowie das vorgeschriebene Verfahren zur Abfallbeseitigung einzuhalten.

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

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der wichtigsten cyclischen flüchtigen Methylsiloxane (cVMS, en: cyclic volatile methylsiloxanes) in Wasserproben fest. Polyethylen niedriger Dichte (LDPE, en: low density polyethylene) wird in dem beschriebenen Verfahren zur Vermeidung von Verlusten der cyclischen flüchtigen Methylsiloxane bei Probennahme und -verarbeitung verwendet. Die Proben werden mit Hexan extrahiert, das die einzelnen ^{13}C -markierten cVMS enthält, die als interne Quantifizierungsstandards verwendet werden. Die Extrakte werden anschließend mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS) analysiert.

ANMERKUNG Durch die Verwendung von ^{13}C -markierten – aber chemisch identischen – Substanzen als interne Standardmaterialien, die nahezu die gleichen physikochemischen Eigenschaften wie die entsprechenden Analyten haben, werden substanzspezifische Effekte bei der Kalibrierung im Wesentlichen vermieden. Da sie kaum wasserlöslich sind, werden sie über das Extraktionsmittel Hexan in das Analysensystem eingeführt.

Dieses Dokument ist anwendbar für die Bestimmung von Spurengehalten der im Folgenden aufgeführten cVMS in Oberflächenwässern (Flüsse, Ströme) sowie in Abwässern (Zu- und Ablauf von Klärwerken).

Tabelle 1 — Analyten, die mit dem hier beschriebenen Verfahren bestimmt werden können

Analyt	Bruttoformel	Übliche Abkürzung	CAS ^a -RN
Octamethylcyclotetrasiloxan	$\text{C}_8\text{H}_{24}\text{O}_4\text{Si}_4$	D4	556-67-2
Decamethylcyclopentasiloxan	$\text{C}_{10}\text{H}_{30}\text{O}_5\text{Si}_5$	D5	541-02-6
Dodecamethylcyclohexasiloxan	$\text{C}_{12}\text{H}_{36}\text{O}_6\text{Si}_6$	D6	540-97-6
^a CAS-RN Chemical Abstracts Services Registrierungsnummer			

Mit diesem Verfahren können cVMS-Gehalte zwischen 0,1 µg/l bis 250 µg/l bestimmt werden. In besonders kontrollierten Laborumgebungen, in denen mögliche Kontaminationen minimiert werden können, kann die untere Bestimmungsgrenze, um bis zu einem Faktor 10 reduziert werden.

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 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 5667-4, *Water quality — Sampling — Part 4: Guidance on sampling from lakes, natural and man-made*

ISO 5667-6, *Water quality — Sampling — Part 6: Guidance on sampling of rivers and streams*

ISO 5667-10, *Water quality — Sampling — Part 10: Guidance on sampling of waste waters*

ISO 5667-14, *Water quality — Sampling — Part 14: Guidance on quality assurance and quality control of environmental water sampling and handling*

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*