# DIN 38407-35:2010-10 (D)

## Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) - Teil 35: Bestimmung ausgewählter Phenoxyalkancarbonsäuren und weiterer acider Pflanzenschutzmittelwirkstoffe - Verfahren mittels Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (HPLC-MS/MS) (F 35)

## Inhalt

Seite


Vorwort ... 4
Einleitung ... 5
1 Anwendungsbereich ... 6
2 Normative Verweisungen ... 8
3 Begriffe ... 8
4 Grundlage des Verfahrens ... 8
5 Störungen ... 9
5.1 Störungen durch die Probenahme ... 9
5.2 Störungen bei der Extraktion ... 9
5.3 Störungen bei der Hochleistungsflüssigkeits-Chromatographie und Massenspektrometrie ... 9
6 Bezeichnung ... 9
7 Reagenzien ... 9
8 Geräte ... 11
9 Probenahme ... 12
10 Durchführung ... 13
10.1 Probenvorbereitung ... 13
10.2 Extraktion ... 13
10.3 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) ... 14
10.4 Detektion ... 14
10.5 Blindwertmessungen ... 15
11 Kalibrierung ... 16
11.1 Grundlagen ... 16
11.2 Kalibrierung mit externem Standard ... 17
11.3 Kalibrierung mit internem Standard ... 18
11.4 Kalibrierung nach dem Verfahren der Standardaddition ... 19
11.5 Prüfung der Kalibrierung ... 20
12 Bestimmung der Wiederfindungsraten ... 20
12.1 Wiederfindungsraten des Verfahrens ... 20
12.2 Wiederfindungsraten aus Proben ... 21
12.3 Wiederfindungsraten von internen Standards ... 22
13 Auswertung ... 23
13.1 Bestätigung einzelner Substanzen ... 23
13.2 Berechnung des Einzelergebnisses bei Kalibrierung mit externem Standard ... 23
13.3 Berechnung des Einzelergebnisses bei Kalibrierung mit internem Standard ... 24
13.4 Berechnung des Einzelergebnisses bei Standardaddition ... 25
14 Angabe der Ergebnisse ... 25
15 Analysenbericht ... 25
16 Verfahrenskenndaten ... 26

**Anhang A** (informativ) **Beispiele für Sorbentien, Arbeitsbedingungen und Wiederfindungsraten** .....30
**Anhang B** (informativ) **Beispiele für HPLC-Säulen und Chromatogramme** .....35
**Anhang C** (informativ) **Beispiele für Detektion** .....42
**Anhang D** (informativ) **Beispiele für Erweiterung des Verfahrens** .....44
**Anhang E** (informativ) **Erläuterungen** .....45
**Literaturhinweise** .....46

**Bilder**

**Bild B.1 — Chromatographische Trennung, Beispiel 1** .....36
**Bild B.2 — Chromatographische Trennung, Beispiel 2** .....37
**Bild B.3 — Chromatographische Trennung, Beispiel 3** .....38
**Bild B.4 — Chromatographische Trennung und Nachsäulenzugabe von TRIS-Puffer** .....39
**Bild B.5 — Chromatographische Trennung für anreicherungsfreie Bestimmung** .....41

**Tabellen**

**Tabelle 1 — Pflanzenschutzmittelwirkstoffe, deren Bestimmung nach diesem Verfahren erprobt wurde** .....6
**Tabelle 2 — Bedeutung der Indizes** .....17
**Tabelle 3 — Verfahrenskenndaten nach DIN 38402-42 zur Bestimmung ausgewählter Pflanzenbehandlungsmittel – Verfahren mittels HPLC/MS-MS; Probe 1 Standardlösung** .....26
**Tabelle 4 — Verfahrenskenndaten nach DIN 38402-42 zur Bestimmung ausgewählter Pflanzenbehandlungsmittel – Verfahren mittels HPLC/MS-MS; Probe 2 Trinkwasser, aufgestockt** .....27
**Tabelle 5 — Verfahrenskenndaten nach DIN 38402-42 zur Bestimmung ausgewählter Pflanzenbehandlungsmittel – Verfahren mittels HPLC/MS-MS; Grundwasser, aufgestockt** .....28
**Tabelle 6 — Verfahrenskenndaten nach DIN 38402-42 zur Bestimmung ausgewählter Pflanzenbehandlungsmittel – Verfahren mittels HPLC/MS-MS; Oberflächenwasser, aufgestockt** .....29
**Tabelle A.1 — Beispiele für Wiederfindungsraten mit Bakerbond SDB-2, 30 mg (Arbeitsbedingungen siehe A.1.1)** .....32
**Tabelle A.2 — Beispiele für Wiederfindungsraten mit Oasis HLB (Arbeitsbedingungen siehe A.1.2 und A.1.3)** .....33
**Tabelle A.3 — Beispiele für Wiederfindungsraten mit Focus und Isolute ENV+ (Arbeitsbedingungen siehe A.1.4 und A.1.5)** .....34
**Tabelle B.1 — Änderung der gemessenen Signal-zu-Rauschen-Verhältnisse durch Nachsäulenzugabe von TRIS-Puffer** .....40
**Tabelle C.1 — Massenübergänge der zu bestimmenden Substanzen** .....42
**Tabelle C.2 — Massenübergänge von geeigneten internen Standardsubstanzen** .....43