

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