DIN 38407-42:2011-03 (D)

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) - Teil 42: Bestimmung ausgewählter polyfluorierter Verbindungen (PFC) in Wasser - Verfahren mittels Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (HPLC-MS/MS) nach Fest- Flüssig-Extraktion (F 42)

Inhalt

Seite

Vorwort 4

Einleitung 5

1 Anwendungsbereich 6

2 Normative Verweisungen 7

3 Begriffe 7

4 Grundlage des Verfahrens 7

5 Störungen 8
5.1 Allgemeines 8
5.2 Störungen bei der Extraktion und der Aufarbeitung von Extrakten 8
5.3 Störungen bei der Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und Massenspektrometrie 8

6 Bezeichnung 9

7 Reagenzien 9

8 Geräte 11

9 Probenahme 12

10 Durchführung 12
10.1 Allgemeines 12
10.2 Probenvorbereitung 12
10.3 Extraktion 12
10.4 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) 13
10.5 Detektion 14
10.6 Blindwertmessungen 14

11 Kalibrierung 15
11.1 Grundlagen 15
11.2 Kalibrierung mit externem Standard 16
11.3 Kalibrierung mit internem Standard 17
11.4 Prüfung der Kalibrierung 18

12 Bestimmung der Wiederfindungsraten 19
12.1 Wiederfindungsraten des Verfahrens 19
12.2 Wiederfindungsraten von internen Standards 20

13 Auswertung 21
13.1 Allgemeines 21
13.2 Bestätigung einzelner Substanzen 21
13.3 Berechnung des Einzelergebnisses 22

14 Angabe der Ergebnisse 23

15 Analysenbericht 23

16 Verfahrenskenndaten 23

Anhang A (informativ) **Beispiele für Sorbentien, Arbeitsbedingungen und Wiederfindungsraten** 27

Anhang B (informativ) **Beispiele für HPLC-Säulen und Chromatogramme** **34**
Anhang C (informativ) **Beispiele für Detektion** **39**
Anhang D (informativ) **Beispiele für die Erweiterung des Verfahrens** **41**
Anhang E (informativ) **Erläuterungen** **42**
Literaturhinweise **43**

Bilder

Bild B.1 — Chromatographische Trennung, Beispiel 1 ..... **34**
Bild B.2 — Chromatographische Trennung, Beispiel 2 ..... **35**
Bild B.3 — Chromatographische Trennung, Beispiel 3 ..... **36**
Bild B.4 — Chromatographische Trennung, Beispiel 4 ..... **37**
Bild B.5 — Chromatographische Trennung, Beispiel 5 ..... **38**
Bild C.1 — Beispiel für ein MS-Chromatogramm (Auszug) einer Probe (Oberflächenwasser) mit verzweigten und unverzweigten Carbonsäuren **40**
Bild C.2 — Beispiel für ein MS-Chromatogramm (Auszug) einer Probe (Oberflächenwasser) mit verzweigten und unverzweigten Sulfonsäuren **40**

Tabellen

Tabelle 1 — Substanzen, deren Bestimmung nach diesem Verfahren erprobt wurde **6**
Tabelle 2 — Bedeutung der Indizes **16**
Tabelle 3 — Beispiel für die Zuordnung der internen Standardsubstanzen zu den Analyten **17**
Tabelle 4 — Verfahrenskenndaten für die HPLC-MS/MS-Messung **24**
Tabelle 5 — Verfahrenskenndaten für die Matrix Trinkwasser **25**
Tabelle 6 — Verfahrenskenndaten für die Matrix Grundwasser **25**
Tabelle 7 — Verfahrenskenndaten für die Matrix Oberflächenwasser **26**
Tabelle 8 — Verfahrenskenndaten für die Matrix behandeltes Abwasser **26**
Tabelle A.1 — Beispiele für Wiederfindungsraten aus Reinstwasser (nach 7.2) **30**
Tabelle A.2 — Beispiele für Wiederfindungsraten aus Trinkwasser **31**
Tabelle A.3 — Beispiele für Wiederfindungsraten aus Oberflächenwasser **32**
Tabelle A.4 — Beispiele für Wiederfindungsraten aus behandeltem Abwasser (Kläranlagenabläufe) **33**
Tabelle C.1 — Massenübergänge der zu bestimmenden Substanzen **39**
Tabelle C.2 — Massenübergänge geeigneter interner Standardsubstanzen **39**