

DIN 38407-39:2011-09 (D)

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) - Teil 39: Bestimmung ausgewählter polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe (PAK) - Verfahren mittels Gaschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) (F 39)

Inhalt	Seite
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Grundlage des Verfahrens	6
4 Störungen.....	9
4.1 Störungen bei der Probenahme, Lagerung und Extraktion	9
4.2 Störungen bei der Gaschromatographie und Massenspektrometrie	9
5 Bezeichnung	10
6 Reagenzien.....	10
7 Geräte	13
8 Probenahme	14
9 Durchführung.....	14
9.1 Allgemeines	14
9.2 Extraktion	14
9.3 Weitere Aufarbeitung des Extraktes.....	15
9.3.1 Direkte Aufarbeitung des Extrakts	15
9.3.2 Aufarbeitung nach Einengen des Extrakts	15
9.3.3 Extraktreinigung	16
9.4 Gaschromatographie – Massenspektrometrie	16
9.5 Blindwertmessung	16
9.6 Kriterien für die GC-MS-Identifizierung der Zielverbindungen	17
9.6.1 GC-MS-Kriterien.....	17
9.6.2 Identifizierung	18
9.6.3 Wahrscheinliches Vorkommen	18
9.6.4 Negatives Ergebnis (Abwesenheit der Zielverbindung).....	19
9.6.5 Vorschläge für die Wahl der diagnostischen Ionen.....	19
9.6.6 Zielverbindungen mit weniger als drei Fragmenten	19
10 Kalibrierung	21
10.1 Allgemeines	21
10.2 Kalibrierung zur Verfahrenseinführung und -validierung	23
10.3 Routinekalibrierung.....	24
10.4 Gültigkeitskontrolle/Justierung	24
10.5 Kalibrierung mit internem Standard	24
10.5.1 Kalibrierung mit internem Standard über das Gesamtverfahren	24
10.5.2 Kalibrierung mit internem Standard nicht über das Gesamtverfahren	25
10.6 Bestimmung der Wiederfindungsraten	26
10.7 Qualitätskriterien zur Messung	27
11 Angabe der Ergebnisse	28
12 Analysenbericht.....	28
13 Verfahrenskenndaten	28

Anhang A (informativ) Beispiele für geeignete Trennsäulen und -bedingungen	30
A.1 Kapillarsäulen	30
A.2 Gerätetechnische Aufnahmebedingungen	30
A.3 Massenspektrometrische Detektionsbedingungen	31
Anhang B (informativ) Beispielchromatogramm	32
Anhang C (informativ) Weitere, nach diesem Verfahren bestimmbare poly- und heterocyclische aromatische Kohlenwasserstoffe	33
Anhang D (informativ) Beispiele für interne Standards	34
Anhang E (informativ) Erläuterungen.....	35
Literaturhinweise	36

Bilder

Bild B.1 — Beispielchromatogramm.....	32
--	-----------

Tabellen

Tabelle 1 — Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe, die nach diesem Verfahren bestimmt werden können	7
Tabelle 2 — Charakteristische Massen polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe; (siehe auch Beispiel im Anhang B).....	20
Tabelle 3 — Beispiel für eine Verdünnungsreihe zur Herstellung von Kalibrier- bzw. Aufstocklösungen	22
Tabelle 4 — Beispiel für die Verdünnungsreihe der internen Standards (I).....	23
Tabelle 5 — Beispiel für eine Verdünnungsreihe zur Herstellung von Kalibrierlösungen für die Verfahrenskenndaten.....	23
Tabelle 6 — Verfahrenskenndaten (alle Massenkonzentrationen in ng/l).....	29
Tabelle A.1 — Massenfenster für Einzelmassenregistrierung	31
Tabelle A.2 — Übersicht Verbindungsgruppen nach Tabelle A.1	31
Tabelle C.1 — Weitere, nach diesem Verfahren bestimmbare PAK	33
Tabelle C.2 — Weitere wichtige Vertreter der PAK und heterocyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffe, die gemeinsam auftreten können und qualitative Rückschlüsse auf die Herkunft der PAK ermöglichen	33
Tabelle D.1 — Beispiele für deuterierte sowie mit dem ¹³C-Isotop markierte interne Standardverbindungen	34