

# 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

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

## Bilder

<b>Bild B.1 — Beispielchromatogramm.....</b>	<b>32</b>
--	-----------

## Tabellen

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