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 ^{13}C-Isotop markierte interne Standardverbindungen **34**