

# DIN 38413-6:2007-02 (D)

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Einzelkomponenten (Gruppe P) - Teil 6: Bestimmung von Acrylamid - Verfahren mittels Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (HPLC-MS/MS) (P 6)

---

Inhalt	Seite
Vorwort.....	4
1 Anwendungsbereich.....	4
2 Normative Verweisungen .....	5
3 Grundlage des Verfahrens .....	6
4 Störungen.....	6
4.1 Probenahme .....	6
4.2 Extraktion .....	6
4.3 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und Massenspektrometrie .....	7
5 Bezeichnung.....	7
6 Reagenzien.....	8
7 Geräte .....	9
8 Probennahme und Probenaufarbeitung .....	10
9 Durchführung.....	11
9.1 Probenvorbereitung.....	11
9.2 Extraktion .....	11
9.3 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC).....	11
9.4 Identifizierung und Quantifizierung mittels Massenspektrometrie (HPLC-MS/MS).....	12
9.5 Blindwertmessungen.....	13
10 Kalibrierung.....	13
10.1 Allgemeines.....	13
10.2 Kalibrierung des chromatographischen Bestimmungsschrittes .....	14
10.3 Kalibrierung mit internem Standard über das Gesamtverfahren .....	15
10.4 Bestimmung der laborinternen prozentualen Wiederfindung.....	17
11 Auswertung .....	18
12 Angabe der Ergebnisse .....	18
13 Analysenbericht.....	19
14 Verfahrenskenndaten .....	19
Anhang A (informativ) Beispiele für Adsorbentmaterialien .....	21
Anhang B (informativ) Beispiele für HPLC-Säulen .....	22

<b>Anhang C (informativ) Beispiele für HPLC-MS/MS-Bedingungen und -Chromatogramme.....</b>	<b>23</b>
<b>Anhang D (informativ) Erläuterungen.....</b>	<b>32</b>
<b>Literaturhinweise.....</b>	<b>34</b>

#### **Bilder**

<b>Bild C.1 — Chromatogramm von Acrylamid, Übergang: 72 → 55.....</b>	<b>24</b>
<b>Bild C.2 — Chromatogramm von Acrylamid, Übergang: 72 → 44.....</b>	<b>25</b>
<b>Bild C.3 — Chromatogramm von Acrylamid-D<sub>3</sub>, Übergang: 75 → 58.....</b>	<b>26</b>
<b>Bild C.4 — Chromatogramm von Acrylamid, Bezugslösung (25 ng/l), Übergang: 72 → 55.....</b>	<b>28</b>
<b>Bild C.5 — Chromatogramm von Acrylamid, Wasserprobe, Übergang: 72 → 55.....</b>	<b>29</b>
<b>Bild C.6 — Chromatogramme von Acrylamid (oben, Übergang: 72 → 55) und Acrylamid-D<sub>3</sub> (unten, Übergang: 75 → 58).....</b>	<b>31</b>

#### **Tabellen**

<b>Tabelle 1 — Stoffbezogene physikalische und chemische Daten von Acrylamid .....</b>	<b>5</b>
<b>Tabelle 2 — Ausgewählte Massenübergänge zur Identifizierung und Quantifizierung .....</b>	<b>13</b>
<b>Tabelle 3 — Bedeutung der Indizes.....</b>	<b>14</b>
<b>Tabelle 4 — Verfahrenskenndaten für Acrylamid mittels HPLC-MS/MS nach DIN 38402-42.....</b>	<b>20</b>
<b>Tabelle A.1 — Beispiele geeigneter Sorbentien für die Festphasenextraktion von Acrylamid.....</b>	<b>21</b>
<b>Tabelle B.1 — Beispiele empfohlener HPLC-Säulen für die Chromatographie von Acrylamid.....</b>	<b>22</b>