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 Adsorbermaterialien** 21

Anhang B (informativ) **Beispiele für HPLC-Säulen** 22

Seite

Anhang C (informativ) **Beispiele für HPLC-MS/MS-Bedingungen und -Chromatogramme** **23**

Anhang D (informativ) **Erläuterungen** **32**

Literaturhinweise **34**

Bilder

Bild C.1 — Chromatogramm von Acrylamid, Übergang: 72 → 55 ..... **24**

Bild C.2 — Chromatogramm von Acrylamid, Übergang: 72 → 44 ..... **25**

Bild C.3 — Chromatogramm von Acrylamid-D_3, Übergang: 75 → 58 ..... **26**

Bild C.4 — Chromatogramm von Acrylamid, Bezugslösung (25 ng/l), Übergang: 72 → 55 ..... **28**

Bild C.5 — Chromatogramm von Acrylamid, Wasserprobe, Übergang: 72 → 55 ..... **29**

Bild C.6 — Chromatogramme von Acrylamid (oben, Übergang: 72 → 55) und Acrylamid-D_3 (unten, Übergang: 75 → 58) **31**

Tabellen

Tabelle 1 — Stoffbezogene physikalische und chemische Daten von Acrylamid **5**

Tabelle 2 — Ausgewählte Massenübergänge zur Identifizierung und Quantifizierung **13**

Tabelle 3 — Bedeutung der Indizes **14**

Tabelle 4 — Verfahrenskenndaten für Acrylamid mittels HPLC-MS/MS nach DIN 38402-42 ..... **20**

Tabelle A.1 — Beispiele geeigneter Sorbentien für die Festphasenextraktion von Acrylamid **21**

Tabelle B.1 — Beispiele empfohlener HPLC-Säulen für die Chromatographie von Acrylamid **22**