E DIN 3608:2023-08 (D)

Erscheinungsdatum: 2023-07-07

Feststoff - Bestimmung von Perfluoralkansaeuren mittels LC-MS/MS nach oxidativem Aufschluss von Bodeneluaten (TOP Assay)

Inhalt

Seite

Vorwort 4

Einleitung 5

1 Anwendungsbereich 6

2 Normative Verweisungen 6

3 Begriffe 7

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens 8

5 Störungen 8
5.1 Allgemeines 8

6 Reagenzien 9

7 Standardsubstanzen 10
7.1 Herstellung von Internen Standardlösungen 10
7.2 Herstellung der Dotierlösung der Laborkontrollprobe 10

8 Geräte 10

9 Probenahme 11

10 Durchführung 11
10.1 Allgemeines 11
10.2 Probenaufbereitung 11
10.3 LC-MS/MS-Bestimmung 12
10.4 Berechnung des TOP Assay 13

11 Qualitätssicherung 13
11.1 Blindwerte 13
11.2 Laborkontrollprobe 13
11.3 Prüfung auf Vollständigkeit der Oxidation in den Probenextrakten 14

12 Angabe der Ergebnisse 14

13 Analysenbericht 14

Anhang A (informativ) Ergebnisse der Vergleichsuntersuchung 16

Anhang B (informativ) Beispiele für Konditionen zur Anreicherung mittels SPE 19
B.1 Beispiel 1 19
B.2 Beispiel 2 19
B.3 Beispiel 3 20
B.4 Beispiel 4 20

Anhang C (informativ) Beispiel einer Ergebnisdarstellung 21

Anhang D (informativ) Massenübergänge einiger ausgewählter Vorläufersubstanzen 23

Anhang E (informativ) Umrechenfaktoren der PFCA in die jeweiligen Fluoräquivalente 24

Literaturhinweise 25

Tabellen

Tabelle 1 — PFCA, deren Bestimmung durch die DIN 38407-42 erprobt ist 6

Tabelle A.1 — Ergebnisse TOP Assay Eluat 1 16

Tabelle A.2 — Ergebnisse TOP Assay Eluat 2 16

Tabelle A.3 — Ergebnisse Einzelsubstanzen zu TOP Assay Eluat 1 17

Tabelle A.4 — Ergebnisse Einzelsubstanzen zu TOP Assay Eluat 2 17

Tabelle A.5 —Ergebnisse untersuchte Precursor-Verbindungen in der nicht-oxidierten Probe des Eluat 1 18

Tabelle A.6 — Ergebnisse untersuchte Precursor-Verbindungen in der nicht-oxidierten Probe des Eluat 2 18

Tabelle D.1 — Massenübergänge ausgewählter Vorläufersubstanzen 23

Tabelle E.1 — Umrechnungsfaktoren ausgewählter PFCA 24