

DIN 38407-42:2011-03 (D)

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung -
Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) - Teil 42: Bestimmung ausgewählter
polyfluorierter Verbindungen (PFC) in Wasser - Verfahren mittels Hochleistungs-
Flüssigkeitschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (HPLC-
MS/MS) nach Fest- Flüssig-Extraktion (F 42)

Inhalt	Seite
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Grundlage des Verfahrens	7
5 Störungen.....	8
5.1 Allgemeines	8
5.2 Störungen bei der Extraktion und der Aufarbeitung von Extrakten	8
5.3 Störungen bei der Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und Massenspektrometrie.....	8
6 Bezeichnung	9
7 Reagenzien.....	9
8 Geräte	11
9 Probenahme	12
10 Durchführung.....	12
10.1 Allgemeines	12
10.2 Probenvorbereitung	12
10.3 Extraktion	12
10.4 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC).....	13
10.5 Detektion	14
10.6 Blindwertmessungen	14
11 Kalibrierung	15
11.1 Grundlagen	15
11.2 Kalibrierung mit externem Standard	16
11.3 Kalibrierung mit internem Standard	17
11.4 Prüfung der Kalibrierung.....	18
12 Bestimmung der Wiederfindungsraten	19
12.1 Wiederfindungsraten des Verfahrens	19
12.2 Wiederfindungsraten von internen Standards	20
13 Auswertung	21
13.1 Allgemeines	21
13.2 Bestätigung einzelner Substanzen.....	21
13.3 Berechnung des Einzelergebnisses.....	22
14 Angabe der Ergebnisse	23
15 Analysenbericht.....	23
16 Verfahrenskenndaten.....	23
Anhang A (informativ) Beispiele für Sorbentien, Arbeitsbedingungen und Wiederfindungsraten	27

Anhang B (informativ) Beispiele für HPLC-Säulen und Chromatogramme.....	34
Anhang C (informativ) Beispiele für Detektion.....	39
Anhang D (informativ) Beispiele für die Erweiterung des Verfahrens.....	41
Anhang E (informativ) Erläuterungen.....	42
Literaturhinweise	43

Bilder

Bild B.1 — Chromatographische Trennung, Beispiel 1	34
Bild B.2 — Chromatographische Trennung, Beispiel 2	35
Bild B.3 — Chromatographische Trennung, Beispiel 3	36
Bild B.4 — Chromatographische Trennung, Beispiel 4	37
Bild B.5 — Chromatographische Trennung, Beispiel 5	38
Bild C.1 — Beispiel für ein MS-Chromatogramm (Auszug) einer Probe (Oberflächenwasser) mit verzweigten und unverzweigten Carbonsäuren	40
Bild C.2 — Beispiel für ein MS-Chromatogramm (Auszug) einer Probe (Oberflächenwasser) mit verzweigten und unverzweigten Sulfonsäuren	40

Tabellen

Tabelle 1 — Substanzen, deren Bestimmung nach diesem Verfahren erprobt wurde.....	6
Tabelle 2 — Bedeutung der Indizes	16
Tabelle 3 — Beispiel für die Zuordnung der internen Standardsubstanzen zu den Analyten.....	17
Tabelle 4 — Verfahrenskennndaten für die HPLC-MS/MS-Messung	24
Tabelle 5 — Verfahrenskennndaten für die Matrix Trinkwasser	25
Tabelle 6 — Verfahrenskennndaten für die Matrix Grundwasser	25
Tabelle 7 — Verfahrenskennndaten für die Matrix Oberflächenwasser	26
Tabelle 8 — Verfahrenskennndaten für die Matrix behandeltes Abwasser	26
Tabelle A.1 — Beispiele für Wiederfindungsraten aus Reinstwasser (nach 7.2).....	30
Tabelle A.2 — Beispiele für Wiederfindungsraten aus Trinkwasser	31
Tabelle A.3 — Beispiele für Wiederfindungsraten aus Oberflächenwasser	32
Tabelle A.4 — Beispiele für Wiederfindungsraten aus behandeltem Abwasser (Kläranlagenabläufe)	33
Tabelle C.1 — Massenübergänge der zu bestimmenden Substanzen	39
Tabelle C.2 — Massenübergänge geeigneter interner Standardsubstanzen	39