

# DIN 38414-14:2011-08 (D)

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Schlamm und Sedimente (Gruppe S) - Teil 14: Bestimmung ausgewählter polyfluorierter Verbindungen (PFC) in Schlamm, Kompost und Boden - Verfahren mittels Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (HPLC-MS/MS) (S 14)

---

Inhalt	Seite
Vorwort .....	4
Einleitung .....	5
1 Anwendungsbereich .....	6
2 Normative Verweisungen .....	7
3 Begriffe .....	7
4 Grundlage des Verfahrens .....	8
5 Störungen.....	8
5.1 Allgemeines .....	8
5.2 Störungen bei der Extraktion, der Reinigung 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.....	13
10.1 Probenvorbereitung .....	13
10.2 Extraktion .....	14
10.3 Reinigung von Extrakten .....	14
10.4 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC).....	15
10.5 Detektion .....	16
10.6 Blindwertmessungen .....	16
11 Kalibrierung .....	17
11.1 Grundlagen .....	17
11.2 Kalibrierung mit externem Standard .....	18
11.3 Kalibrierung mit internem Standard .....	19
11.4 Prüfung der Kalibrierung.....	20
12 Bestimmung der Wiederfindungsraten .....	21
12.1 Allgemeines .....	21
12.2 Wiederfindungsraten der Extraktion und der Extraktreinigung .....	21
12.3 Wiederfindungsraten von internen Standards .....	22
13 Auswertung .....	23
13.1 Allgemeines .....	23
13.2 Bestätigung einzelner Substanzen.....	23
13.3 Berechnung des Einzelergebnisses.....	24
14 Angabe der Ergebnisse .....	25
15 Analysenbericht.....	25
16 Verfahrenskenndaten .....	25



<b>Anhang A</b> (informativ) <b>Beispiele für Arbeitsbedingungen und Wiederfindungsraten</b> .....	<b>29</b>
<b>Anhang B</b> (informativ) <b>Beispiele für HPLC-Säulen und Chromatogramme</b> .....	<b>32</b>
<b>Anhang C</b> (informativ) <b>Beispiele für Detektion</b> .....	<b>37</b>
<b>Anhang D</b> (informativ) <b>Beispiele für die Erweiterung des Verfahrens</b> .....	<b>39</b>
<b>Anhang E</b> (informativ) <b>Erläuterungen</b> .....	<b>40</b>
<b>Literaturhinweise</b> .....	<b>41</b>

## **Bilder**

<b>Bild B.1</b> — Chromatographische Trennung, Beispiel 1.....	<b>32</b>
<b>Bild B.2</b> — Chromatographische Trennung, Beispiel 2.....	<b>33</b>
<b>Bild B.3</b> — Chromatographische Trennung, Beispiel 3.....	<b>34</b>
<b>Bild B.4</b> — Chromatographische Trennung, Beispiel 4.....	<b>35</b>
<b>Bild B.5</b> — Chromatographische Trennung, Beispiel 5.....	<b>36</b>
<b>Bild C.1</b> — Beispiel für ein MS-Chromatogramm (Auszug) einer Probe (Oberflächenwasser) mit verzweigten und unverzweigten Carbonsäuren .....	<b>38</b>
<b>Bild C.2</b> — Beispiel für ein MS-Chromatogramm (Auszug) einer Probe (Oberflächenwasser) mit verzweigten und unverzweigten Sulfonsäuren.....	<b>38</b>

## **Tabellen**

<b>Tabelle 1</b> — Substanzen, deren Bestimmung nach diesem Verfahren erprobt wurde .....	<b>6</b>
<b>Tabelle 2</b> — Bedeutung der Indizes .....	<b>18</b>
<b>Tabelle 3</b> — Beispiel für die Zuordnung der internen Standardsubstanzen zu den Analyten .....	<b>19</b>
<b>Tabelle 4</b> — Verfahrenskenndaten für die HPLC-MS/MS-Messung.....	<b>26</b>
<b>Tabelle 5</b> — Verfahrenskenndaten für die Matrix Klärschlamm .....	<b>27</b>
<b>Tabelle 6</b> — Verfahrenskenndaten für die Matrix Boden.....	<b>27</b>
<b>Tabelle 7</b> — Verfahrenskenndaten für die Matrix Futtermittel.....	<b>28</b>
<b>Tabelle A.1</b> — Beispiele für Wiederfindungsraten aus Boden und Gewässersediment.....	<b>29</b>
<b>Tabelle A.2</b> — Beispiele für Wiederfindungsraten aus Klärschlamm .....	<b>30</b>
<b>Tabelle A.3</b> — Beispiele für Wiederfindungsraten aus Kompost .....	<b>31</b>
<b>Tabelle C.1</b> — Massenübergänge der zu bestimmenden Substanzen.....	<b>37</b>
<b>Tabelle C.2</b> — Massenübergänge geeigneter interner Standardsubstanzen.....	<b>37</b>