

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

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

Bilder

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

Tabellen

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