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**