DIN 38407-36:2014-09 (D)

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) - Teil 36: Bestimmung ausgewählter Pflanzenschutzmittelwirkstoffe und anderer organischer Stoffe in Wasser - Verfahren mittels Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (HPLC-MS/MS bzw. -HRMS) nach Direktinjektion (F 36)

Inhalt

Seite

Vorwort ... 3
Einleitung ... 4
1 Anwendungsbereich ... 5
2 Normative Verweisungen ... 7
3 Begriffe ... 7
4 Grundlage des Verfahrens ... 8
5 Störungen ... 8
5.1 Störungen bei der Probenvorbereitung ... 8
5.2 Störungen bei der Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und Massenspektrometrie ... 8
6 Bezeichnung ... 8
7 Reagenzien ... 8
8 Geräte ... 11
9 Probenahme ... 11
10 Durchführung ... 12
10.1 Allgemeines ... 12
10.2 Probenvorbereitung ... 12
10.3 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) ... 12
10.4 Detektion ... 13
10.4.1 Allgemeines ... 13
10.4.2 Tandem-Massenspektrometrie (MS/MS) ... 13
10.4.3 Hochauflösende Massenspektrometrie (HRMS) ... 14
10.4.4 Blindwertmessungen ... 14
11 Kalibrierung ... 14
11.1 Allgemeines ... 14
11.2 Kalibrierung mit externem Standard ... 16
11.3 Kalibrierung mit internem Standard ... 17
11.4 Prüfung der Kalibrierung ... 18
12 Bestimmung von Wiederfindungsraten ... 18
12.1 Allgemeines ... 18
12.2 Wiederfindungsraten aus Proben ... 19
12.3 Wiederfindungsraten von internen Standards ... 19
13 Auswertung ... 20
13.1 Bestätigung einzelner Substanzen ... 20
13.2 Berechnung des Einzelergebnisses bei Kalibrierung mit externem Standard ... 21
13.3 Berechnung des Einzelergebnisses bei Kalibrierung mit internem Standard ... 21
14 Angabe der Ergebnisse ... 22
15 Analysenbericht ... 22
16 Verfahrenskenndaten ... 22
Anhang A (informativ) Verfahrenskenndaten ... 23
Anhang B (informativ) Beispiele für Wiederfindungsraten ... 28
Anhang C (informativ) Beispiele für HPLC-Säulen und Chromatogramme ... 29

C.1 Chromatographische Bedingungen für das Chromatogramm in Bild C.1 29
C.2 Chromatographische Bedingungen für die Chromatogramme in Bild C.2 30
C.3 Chromatographische Bedingungen für das Chromatogramm in Bild C.3 31
Anhang D (informativ) Beispiele für Detektion 32
Anhang E (informativ) Beispiele für Erweiterung des Verfahrens 34
Literaturhinweise 38