DIN 3608:2024-08 (D)

Feststoff - Bestimmung von Perfluoralkansäuren mittels LC-MS/MS nach oxidativem Aufschluss von Bodeneluaten (TOP-Assay)

Inhalt

Seite

Vorwort ... 4

Einleitung ... 5

1 Anwendungsbereich ... 6

2 Normative Verweisungen ... 6

3 Begriffe und Abkürzungen ... 6
3.1 Begriffe ... 6
3.2 Abkürzungen ... 7

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens ... 8

5 Störungen ... 8

6 Reagenzien ... 9
6.1 Allgemeines ... 9

7 Standardsubstanzen ... 10
7.1 Herstellung von Internen Standardlösungen ... 10
7.2 Herstellung der Dotierlösung der Laborkontrollprobe ... 10

8 Geräte ... 11
8.1 Allgemeines ... 11

9 Probenahme ... 11

10 Durchführung ... 11
10.1 Allgemeines ... 11
10.2 Probenaufbereitung ... 12
10.3 LC-MS/MS-Bestimmung ... 13
10.4 Berechnung des TOP-Assay ... 13

11 Qualitätssicherung ... 13
11.1 Allgemeines ... 13
11.2 Blindwerte ... 13
11.3 Laborkontrollprobe ... 14
11.4 Prüfung auf Vollständigkeit der Oxidation in den Probenextrakten ... 14

12 Angabe der Ergebnisse ... 14

13 Analysenbericht ... 15

Anhang A (informativ) Ergebnisse des Validierungsringversuchs ... 16

Anhang B (informativ) Beispiele für Konditionen zur Anreicherung mittels SPE ... 19
B.1 Allgemeines ... 19
B.2 Beispiel 1 ... 19
B.3 Beispiel 2 ... 19
B.4 Beispiel 3 ... 20
B.5 Beispiel 4 ... 20

Anhang C (informativ) Beispiel einer Ergebnisdarstellung ... 21

Anhang D (informativ) Massenübergänge einiger ausgewählter Vorläufersubstanzen ... 23

Anhang E (informativ) Umrechnungsfaktoren der PFCA in die jeweiligen Fluoräquivalente **24**
Literaturhinweise **25**

Tabellen

Tabelle 1 — PFCA, deren Bestimmung durch DIN 38407-42:2011-03 erprobt ist **8**

Tabelle A.1 — Ergebnisse TOP-Assay Eluat 1 ..... **16**

Tabelle A.2 — Ergebnisse TOP-Assay Eluat 2 ..... **16**

Tabelle A.3 — Ergebnisse Einzelsubstanzen zu TOP-Assay Eluat 1 ..... **17**

Tabelle A.4 — Ergebnisse Einzelsubstanzen zu TOP-Assay Eluat 2 ..... **17**

Tabelle A.5 —Ergebnisse untersuchte Precursor-Verbindungen in der nicht-oxidierten Probe des Eluat 1 ..... **18**

Tabelle A.6 — Ergebnisse untersuchte Precursor-Verbindungen in der nicht-oxidierten Probe des Eluat 2 ..... **18**

Tabelle D.1 — Massenübergänge ausgewählter Vorläufersubstanzen **23**

Tabelle E.1 — Umrechnungsfaktoren ausgewählter PFCA **24**