

DIN 38413-6:2007-02 (D)

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Einzelkomponenten (Gruppe P) - Teil 6: Bestimmung von Acrylamid - Verfahren mittels Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (HPLC-MS/MS) (P 6)

Inhalt	Seite
Vorwort.....	4
1 Anwendungsbereich.....	4
2 Normative Verweisungen	5
3 Grundlage des Verfahrens	6
4 Störungen.....	6
4.1 Probenahme	6
4.2 Extraktion	6
4.3 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und Massenspektrometrie	7
5 Bezeichnung.....	7
6 Reagenzien.....	8
7 Geräte	9
8 Probennahme und Probenaufarbeitung	10
9 Durchführung.....	11
9.1 Probenvorbereitung.....	11
9.2 Extraktion	11
9.3 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC).....	11
9.4 Identifizierung und Quantifizierung mittels Massenspektrometrie (HPLC-MS/MS).....	12
9.5 Blindwertmessungen.....	13
10 Kalibrierung.....	13
10.1 Allgemeines.....	13
10.2 Kalibrierung des chromatographischen Bestimmungsschrittes	14
10.3 Kalibrierung mit internem Standard über das Gesamtverfahren	15
10.4 Bestimmung der laborinternen prozentualen Wiederfindung.....	17
11 Auswertung	18
12 Angabe der Ergebnisse	18
13 Analysenbericht.....	19
14 Verfahrenskenndaten	19
Anhang A (informativ) Beispiele für Adsorbentmaterialien	21
Anhang B (informativ) Beispiele für HPLC-Säulen	22

Anhang C (informativ) Beispiele für HPLC-MS/MS-Bedingungen und -Chromatogramme.....	23
Anhang D (informativ) Erläuterungen.....	32
Literaturhinweise.....	34

Bilder

Bild C.1 — Chromatogramm von Acrylamid, Übergang: 72 → 55.....	24
Bild C.2 — Chromatogramm von Acrylamid, Übergang: 72 → 44.....	25
Bild C.3 — Chromatogramm von Acrylamid-D₃, Übergang: 75 → 58.....	26
Bild C.4 — Chromatogramm von Acrylamid, Bezugslösung (25 ng/l), Übergang: 72 → 55.....	28
Bild C.5 — Chromatogramm von Acrylamid, Wasserprobe, Übergang: 72 → 55.....	29
Bild C.6 — Chromatogramme von Acrylamid (oben, Übergang: 72 → 55) und Acrylamid-D₃ (unten, Übergang: 75 → 58).....	31

Tabellen

Tabelle 1 — Stoffbezogene physikalische und chemische Daten von Acrylamid	5
Tabelle 2 — Ausgewählte Massenübergänge zur Identifizierung und Quantifizierung	13
Tabelle 3 — Bedeutung der Indizes.....	14
Tabelle 4 — Verfahrenskenndaten für Acrylamid mittels HPLC-MS/MS nach DIN 38402-42.....	20
Tabelle A.1 — Beispiele geeigneter Sorbentien für die Festphasenextraktion von Acrylamid.....	21
Tabelle B.1 — Beispiele empfohlener HPLC-Säulen für die Chromatographie von Acrylamid.....	22