

# 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<br>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<br>Massenspektrometrie (HPLC-MS/MS)..... | 12    |
| 9.5 Blindwertmessungen.....  | 13    |
| 10 Kalibrierung.....   | 13    |
| 10.1 Allgemeines.....  | 13    |
| 10.2 Kalibrierung des chromatographischen<br>Bestimmungsschrittes .....                  | 14    |
| 10.3 Kalibrierung mit internem Standard über das<br>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    |

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

#### **Bilder**

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

#### **Tabellen**

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