

**DIN 38407-35**

ICS 13.060.50

Einsprüche bis 2009-08-31

**Entwurf**

**Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung –  
Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) –  
Teil 35: Bestimmung ausgewählter Phenoxyalkancarbonsäuren und  
weiterer acider Pflanzenschutzmittelwirkstoffe mittels  
Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und  
massenspektrometrischer Detektion (HPLC-MS/MS) (F 35)**

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge –  
Jointly determinable substances (group F) –  
Part 35: Determination of selected phenoxyalkyl carbonic acids and further acid plant  
treatment agents using high performance liquid chromatography and mass spectrometric  
detection (HPLC-MS/MS) (F 35)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des  
boues –  
Substances déterminables ensemble (groupe F) –  
Partie 35: Détermination des acides phénoxyalcaniques sélectionnés et d'autres produits  
acide de traitement pour la protection des plantes par chromatographie en phase liquide à  
haute performance et spectrométrie de masse (CLHP-MS/MS) (F 35)

**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2009-04-27 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und  
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses  
Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

vorzugsweise als Datei per E-Mail an [naw@din.de](mailto:naw@din.de) in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im  
Internet unter [www.din.de/stellungnahme](http://www.din.de/stellungnahme) abgerufen werden;

oder in Papierform an den Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN, 10772 Berlin (Hausanschrift:  
Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevante  
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 39 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

## Inhalt

	Seite
Vorwort .....	4
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich .....	5
2 Normative Verweisungen .....	6
3 Begriffe .....	7
4 Grundlage des Verfahrens .....	7
5 Störungen .....	7
5.1 Störungen durch die Probenahme.....	7
5.2 Störungen bei der Extraktion .....	7
5.3 Störungen bei der Hochleistungsflüssigkeits-Chromatographie und Massenspektrometrie .....	7
6 Bezeichnung.....	7
7 Reagenzien .....	8
8 Geräte.....	10
9 Probenahme .....	11
10 Durchführung .....	11
10.1 Probenvorbereitung.....	11
10.2 Extraktion .....	11
10.3 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) .....	12
10.4 Detektion.....	13
10.5 Blindwertmessungen .....	14
11 Kalibrierung .....	14
11.1 Grundlagen.....	14
11.2 Kalibrierung mit externem Standard.....	15
11.3 Kalibrierung mit internem Standard .....	16
11.4 Kalibrierung nach dem Verfahren der Standardaddition .....	17
11.5 Prüfung der Kalibrierung .....	18
12 Bestimmung der Wiederfindungsraten .....	18
12.1 Wiederfindungsraten des Verfahrens.....	18
12.2 Wiederfindungsraten aus Proben .....	19
12.3 Wiederfindungsraten von internen Standards .....	20
13 Auswertung .....	21
13.1 Bestätigung einzelner Substanzen .....	21
13.2 Berechnung des Einzelergebnisses bei Kalibrierung mit externem Standard .....	21
13.3 Berechnung des Einzelergebnisses bei Kalibrierung mit internem Standard .....	22
13.4 Berechnung des Einzelergebnisses bei Standardaddition .....	22
14 Angabe der Ergebnisse.....	23
15 Analysenbericht.....	23
16 Verfahrenskenndaten .....	23
Anhang A (informativ) Beispiele für Sorbentien, Arbeitsbedingungen und Wiederfindungsraten .....	24
Anhang B (informativ) Beispiele für HPLC-Säulen und Chromatogramme .....	29
Anhang C (normativ) Beispiele für Detektion .....	35
Anhang D (informativ) Beispiele für Erweiterung des Verfahrens .....	37
Anhang E (informativ) Erläuterungen.....	38
Literaturhinweise .....	39

**Bilder**

<b>Bild B.1 — Chromatographische Trennung, Beispiel 1.....</b>	<b>29</b>
<b>Bild B.2 — Chromatographische Trennung, Beispiel 2.....</b>	<b>30</b>
<b>Bild B.3 — Chromatographische Trennung, Beispiel 3.....</b>	<b>31</b>
<b>Bild B.4 — Chromatographische Trennung und Nachsäulenzugabe von TRIS-Puffer.....</b>	<b>32</b>
<b>Bild B.5 — Chromatographische Trennung für anreicherungsfreie Bestimmung.....</b>	<b>34</b>

**Tabellen**

<b>Tabelle 1 — Pflanzenschutzmittelwirkstoffe, deren Bestimmung nach diesem Verfahren erprobt wurde.....</b>	<b>5</b>
<b>Tabelle 2 — Bedeutung der Indizes.....</b>	<b>15</b>
<b>Tabelle A.1 — Beispiele für Wiederfindungsraten mit Bakerbond SDB-2, 30 mg (Arbeitsbedingungen siehe A.1.1).....</b>	<b>26</b>
<b>Tabelle A.2 — Beispiele für Wiederfindungsraten mit Oasis HLB (Arbeitsbedingungen siehe A.1.2 und A.1.3).....</b>	<b>27</b>
<b>Tabelle A.3 — Beispiele für Wiederfindungsraten mit Focus und Isolute ENV + (Arbeitsbedingungen siehe A.1.4 und A.1.5).....</b>	<b>28</b>
<b>Tabelle B.1 — Änderung der gemessenen Signal-zu-Rauschen-Verhältnisse durch Nachsäulenzugabe von TRIS-Puffer.....</b>	<b>33</b>
<b>Tabelle C.1 — Massenübergänge der zu bestimmenden Substanzen.....</b>	<b>35</b>
<b>Tabelle C.2 — Massenübergänge von geeigneten internen Standardsubstanzen.....</b>	<b>36</b>