

DIN 38407-37**DIN**

ICS 13.060.50

Einsprüche bis 2012-03-31

Entwurf

**Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung –
Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) –
Teil 37: Bestimmung von Organochlorpestiziden, Polychlorbiphenylen
und Chlorbenzolen in Wasser – Verfahren mittels Gaschromatographie
und massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) nach
Flüssig-Flüssig-Extraktion (F 37)**

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge –
Jointly determinable substances (group F) –
Part 37: Determination of organochlorine pesticides, polychlorinated biphenyls and
chlorobenzene in water – Method using gas chromatography and mass spectrometric
detection (GC-MS) after liquid-liquid extraction (F 37)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des
boues –
Substances déterminables ensemble (groupe F) –
Partie 37: Dosage des pesticides organochlorés, des polychlorobiphényles et
chlorebenzène – Méthode par chromatographie gazeuse et spectrométrie de masse
(GC-MS) après extraction liquide-liquide (F 37)

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2011-11-07 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 in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann
im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter
www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de, sofern dort wiedergegeben;
- 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 relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 40 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort.....	4
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Normative Verweisungen	6
3 Grundlage des Verfahrens	7
4 Störungen	7
4.1 Störungen während der Extraktion	7
4.2 Störungen bei der Aufkonzentrierung	7
4.3 Störungen bei der Gaschromatographie	7
5 Bezeichnung.....	8
6 Reagenzien	8
6.1 Allgemeines	8
7 Geräte	10
7.1 Allgemeines	10
8 Probenahme und Probenvorbereitung	11
9 Durchführung	11
9.1 Vorbehandlung der Glasgeräte	11
9.2 Probenvorbehandlung.....	11
9.3 Extraktion.....	12
9.4 Aufkonzentrierung des Extraktes.....	12
9.5 Clean-up	12
9.6 Gaschromatographie	13
9.7 Kontrollmaßnahmen	14
9.8 Identifizierung einzelner Verbindungen.....	14
10 Kalibrierung	17
10.1 Allgemeines	17
10.2 Kalibrierung mit internem Standard.....	18
10.3 Bestimmung der laborinternen Wiederfindungsraten	18
10.4 Bestimmung der Wiederfindungsrate der internen Standards	19
11 Auswertung	20
11.1 Auswertung einzelner Ergebnisse	20
12 Angabe des Ergebnisses	21
13 Analysenbericht	21
14 Verfahrenskenndaten	21
Anhang A (informativ) Schematische Darstellung der Bestimmung von Chlorpestiziden, PCB und Chlorbenzolen	22
Anhang B (informativ) Beispiele für den Ansatz von Lösungen	23
Anhang C (informativ) Beispiele für gaschromatographische Bedingungen	25
Anhang D (informativ) Alternative Clean-up-Verfahren.....	38
Anhang E (informativ) Erläuterungen	39
Literaturhinweise	40

Bilder

Bild A.1 — Fließschemata des Verfahrensprinzips.....	22
Bild C.1 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 179,9	26
Bild C.2 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 215,9	26
Bild C.3 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 249,8	27
Bild C.4 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 283,9	27
Bild C.5 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 180,9	28
Bild C.6 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 272,0	28
Bild C.7 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 262,8	29
Bild C.8 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 310,8	29
Bild C.9 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 310,8	30
Bild C.10 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 352,9	30
Bild C.11 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 182,9	31
Bild C.12 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 372,8	31
Bild C.13 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 246,1	32
Bild C.14 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 235,1	32
Bild C.15 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 194,9	33
Bild C.16 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 271,8	33
Bild C.17 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 255,9	34
Bild C.18 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 291,9	34
Bild C.19 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 325,9	35
Bild C.20 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 359,8	35
Bild C.21 — Ausgewähltes Ion-Chromatogramm der SIM-Masse 393,8	36

Tabellen

Tabelle 1 — Nach diesem Verfahren bestimmbare Verbindungen.....	5
Tabelle 2 — Beispiele für die Massenfragmente der Bezugsverbindungen mit Angabe der zur Analytik verwendeten internen Standards	15
Tabelle 3 — Bedeutung der Indizes	17