

DIN 38407-35

The logo for DIN (Deutsches Institut für Normung) consists of the letters 'DIN' in a bold, sans-serif font, with horizontal lines above and below the letters.

ICS 13.060.50

**Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung –
Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) –
Teil 35: Bestimmung ausgewählter Phenoxyalkancarbonsäuren und weiterer acider Pflanzenschutzmittelwirkstoffe – Verfahren 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 – Method 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 – Méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance et spectrométrie de masse (CLHP-MS/MS) (F 35)

Gesamtumfang 46 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen.....	8
3 Begriffe	8
4 Grundlage des Verfahrens	8
5 Störungen	9
5.1 Störungen durch die Probenahme.....	9
5.2 Störungen bei der Extraktion	9
5.3 Störungen bei der Hochleistungsflüssigkeits-Chromatographie und Massenspektrometrie	9
6 Bezeichnung.....	9
7 Reagenzien	9
8 Geräte.....	11
9 Probenahme	12
10 Durchführung.....	13
10.1 Probenvorbereitung.....	13
10.2 Extraktion	13
10.3 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC)	14
10.4 Detektion.....	14
10.5 Blindwertmessungen	15
11 Kalibrierung.....	16
11.1 Grundlagen.....	16
11.2 Kalibrierung mit externem Standard.....	17
11.3 Kalibrierung mit internem Standard	18
11.4 Kalibrierung nach dem Verfahren der Standardaddition	19
11.5 Prüfung der Kalibrierung	20
12 Bestimmung der Wiederfindungsraten	20
12.1 Wiederfindungsraten des Verfahrens.....	20
12.2 Wiederfindungsraten aus Proben	21
12.3 Wiederfindungsraten von internen Standards	22
13 Auswertung	23
13.1 Bestätigung einzelner Substanzen	23
13.2 Berechnung des Einzelergebnisses bei Kalibrierung mit externem Standard	23
13.3 Berechnung des Einzelergebnisses bei Kalibrierung mit internem Standard	24
13.4 Berechnung des Einzelergebnisses bei Standardaddition	25
14 Angabe der Ergebnisse.....	25
15 Analysenbericht.....	25
16 Verfahrenskenndaten	26

Anhang A (informativ) Beispiele für Sorbentien, Arbeitsbedingungen und Wiederfindungsraten	30
Anhang B (informativ) Beispiele für HPLC-Säulen und Chromatogramme	35
Anhang C (informativ) Beispiele für Detektion	42
Anhang D (informativ) Beispiele für Erweiterung des Verfahrens	44
Anhang E (informativ) Erläuterungen	45
Literaturhinweise	46

Bilder

Bild B.1 — Chromatographische Trennung, Beispiel 1.....	36
Bild B.2 — Chromatographische Trennung, Beispiel 2.....	37
Bild B.3 — Chromatographische Trennung, Beispiel 3.....	38
Bild B.4 — Chromatographische Trennung und Nachsäulenzugabe von TRIS-Puffer.....	39
Bild B.5 — Chromatographische Trennung für anreicherungsfreie Bestimmung	41

Tabellen

Tabelle 1 — Pflanzenschutzmittelwirkstoffe, deren Bestimmung nach diesem Verfahren erprobt wurde	6
Tabelle 2 — Bedeutung der Indizes	17
Tabelle 3 — Verfahrenskenndaten nach DIN 38402-42 zur Bestimmung ausgewählter Pflanzenbehandlungsmittel – Verfahren mittels HPLC/MS-MS; Probe 1 Standardlösung	26
Tabelle 4 — Verfahrenskenndaten nach DIN 38402-42 zur Bestimmung ausgewählter Pflanzenbehandlungsmittel – Verfahren mittels HPLC/MS-MS; Probe 2 Trinkwasser, aufgestockt	27
Tabelle 5 — Verfahrenskenndaten nach DIN 38402-42 zur Bestimmung ausgewählter Pflanzenbehandlungsmittel – Verfahren mittels HPLC/MS-MS; Grundwasser, aufgestockt	28
Tabelle 6 — Verfahrenskenndaten nach DIN 38402-42 zur Bestimmung ausgewählter Pflanzenbehandlungsmittel – Verfahren mittels HPLC/MS-MS; Oberflächenwasser, aufgestockt	29
Tabelle A.1 — Beispiele für Wiederfindungsraten mit Bakerbond SDB-2, 30 mg (Arbeitsbedingungen siehe A.1.1)	32
Tabelle A.2 — Beispiele für Wiederfindungsraten mit Oasis HLB (Arbeitsbedingungen siehe A.1.2 und A.1.3).....	33
Tabelle A.3 — Beispiele für Wiederfindungsraten mit Focus und Isolute ENV◆ (Arbeitsbedingungen siehe A.1.4 und A.1.5).....	34
Tabelle B.1 — Änderung der gemessenen Signal-zu-Rauschen-Verhältnisse durch Nachsäulenzugabe von TRIS-Puffer.....	40
Tabelle C.1 — Massenübergänge der zu bestimmenden Substanzen.....	42
Tabelle C.2 — Massenübergänge von geeigneten internen Standardsubstanzen.....	43