

DIN 38407-42

The logo consists of the letters 'DIN' in a bold, sans-serif font, enclosed within a rectangular border.

ICS 13.060.50

**Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung –
Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) –
Teil 42: Bestimmung ausgewählter polyfluorierter Verbindungen (PFC)
in Wasser – Verfahren mittels
Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und
massenspektrometrischer Detektion (HPLC-MS/MS) nach Fest-
Flüssig-Extraktion (F 42)**

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge –
Jointly determinable substances (group F) –

Part 42: Determination of selected polyfluorinated compounds (PFC) in water – Method
using high performance liquid chromatography and mass spectrometric detection
(HPLC/MS-MS) after solid-liquid extraction (F 42)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des
boues –

Substances déterminables ensemble (groupe F) –

Partie 42: Dosage des composés sélectionnés polyfluorocarbure (PFC) dans l'eau –
Méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance et spectrométrie de
masse (HPLC/MS-MS) après extraction solide-liquide (F 42)

Gesamtumfang 43 Seiten

Inhalt

	Seite
Vorwort.....	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen.....	7
3 Begriffe.....	7
4 Grundlage des Verfahrens.....	7
5 Störungen.....	8
5.1 Allgemeines.....	8
5.2 Störungen bei der Extraktion und der Aufarbeitung von Extrakten.....	8
5.3 Störungen bei der Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und Massenspektrometrie.....	8
6 Bezeichnung.....	9
7 Reagenzien.....	9
8 Geräte.....	11
9 Probenahme.....	12
10 Durchführung.....	12
10.1 Allgemeines.....	12
10.2 Probenvorbereitung.....	12
10.3 Extraktion.....	12
10.4 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC).....	13
10.5 Detektion.....	14
10.6 Blindwertmessungen.....	14
11 Kalibrierung.....	15
11.1 Grundlagen.....	15
11.2 Kalibrierung mit externem Standard.....	16
11.3 Kalibrierung mit internem Standard.....	17
11.4 Prüfung der Kalibrierung.....	18
12 Bestimmung der Wiederfindungsraten.....	19
12.1 Wiederfindungsraten des Verfahrens.....	19
12.2 Wiederfindungsraten von internen Standards.....	20
13 Auswertung.....	21
13.1 Allgemeines.....	21
13.2 Bestätigung einzelner Substanzen.....	21
13.3 Berechnung des Einzelergebnisses.....	22
14 Angabe der Ergebnisse.....	23
15 Analysenbericht.....	23
16 Verfahrenskenndaten.....	23
Anhang A (informativ) Beispiele für Sorbentien, Arbeitsbedingungen und Wiederfindungsraten.....	27
Anhang B (informativ) Beispiele für HPLC-Säulen und Chromatogramme.....	34
Anhang C (informativ) Beispiele für Detektion.....	39
Anhang D (informativ) Beispiele für die Erweiterung des Verfahrens.....	41
Anhang E (informativ) Erläuterungen.....	42
Literaturhinweise.....	43

Bilder

Bild B.1 — Chromatographische Trennung, Beispiel 1.....	34
Bild B.2 — Chromatographische Trennung, Beispiel 2.....	35
Bild B.3 — Chromatographische Trennung, Beispiel 3.....	36
Bild B.4 — Chromatographische Trennung, Beispiel 4.....	37
Bild B.5 — Chromatographische Trennung, Beispiel 5.....	38
Bild C.1 — Beispiel für ein MS-Chromatogramm (Auszug) einer Probe (Oberflächenwasser) mit verzweigten und unverzweigten Carbonsäuren	40
Bild C.2 — Beispiel für ein MS-Chromatogramm (Auszug) einer Probe (Oberflächenwasser) mit verzweigten und unverzweigten Sulfonsäuren	40

Tabellen

Tabelle 1 — Substanzen, deren Bestimmung nach diesem Verfahren erprobt wurde	6
Tabelle 2 — Bedeutung der Indizes	16
Tabelle 3 — Beispiel für die Zuordnung der internen Standardsubstanzen zu den Analyten	17
Tabelle 4 — Verfahrenskennndaten für die HPLC-MS/MS-Messung.....	24
Tabelle 5 — Verfahrenskennndaten für die Matrix Trinkwasser.....	25
Tabelle 6 — Verfahrenskennndaten für die Matrix Grundwasser.....	25
Tabelle 7 — Verfahrenskennndaten für die Matrix Oberflächenwasser.....	26
Tabelle 8 — Verfahrenskennndaten für die Matrix behandeltes Abwasser.....	26
Tabelle A.1 — Beispiele für Wiederfindungsraten aus Reinstwasser (nach 7.2).....	30
Tabelle A.2 — Beispiele für Wiederfindungsraten aus Trinkwasser.....	31
Tabelle A.3 — Beispiele für Wiederfindungsraten aus Oberflächenwasser	32
Tabelle A.4 — Beispiele für Wiederfindungsraten aus behandeltem Abwasser (Kläranlagenabläufe)	33
Tabelle C.1 — Massenübergänge der zu bestimmenden Substanzen.....	39
Tabelle C.2 — Massenübergänge geeigneter interner Standardsubstanzen.....	39