

DIN 38414-14

**DIN**

ICS 13.060.50

**Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Schlamm und Sedimente (Gruppe S) – Teil 14: Bestimmung ausgewählter polyfluorierter Verbindungen (PFC) in Schlamm, Kompost und Boden – Verfahren mittels Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (HPLC-MS/MS) (S 14)**

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge – Sludge and sediments (group S) – Part 14: Determination of selected polyfluorinated compounds (PFC) in sludge, compost and soil – Method using high performance liquid chromatography and mass spectrometric detection (HPLC-MS/MS) (S 14)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues – Boues et sédiments (groupe S) – Partie 14: Dosage des composés sélectionnés perfluorocarbure (PFC) dans l'eau de boues, de compost et du sol – Méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance et spectrométrie de masse (CLHP-MS/MS) (S 14)

Gesamtumfang 41 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN



# Inhalt

Seite

Vorwort .....	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich .....	6
2 Normative Verweisungen .....	7
3 Begriffe .....	7
4 Grundlage des Verfahrens.....	8
5 Störungen .....	8
5.1 Allgemeines.....	8
5.2 Störungen bei der Extraktion, der Reinigung 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 .....	13
10.1 Probenvorbereitung.....	13
10.2 Extraktion .....	14
10.3 Reinigung von Extrakten .....	14
10.4 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) .....	15
10.5 Detektion.....	16
10.6 Blindwertmessungen .....	16
11 Kalibrierung.....	17
11.1 Grundlagen.....	17
11.2 Kalibrierung mit externem Standard.....	18
11.3 Kalibrierung mit internem Standard .....	19
11.4 Prüfung der Kalibrierung .....	20
12 Bestimmung der Wiederfindungsraten .....	21
12.1 Allgemeines.....	21
12.2 Wiederfindungsraten der Extraktion und der Extraktreinigung .....	21
12.3 Wiederfindungsraten von internen Standards .....	22
13 Auswertung .....	23
13.1 Allgemeines.....	23
13.2 Bestätigung einzelner Substanzen .....	23
13.3 Berechnung des Einzelergebnisses .....	24
14 Angabe der Ergebnisse.....	25
15 Analysenbericht.....	25
16 Verfahrenskenndaten .....	25

<b>Anhang A</b> (informativ) <b>Beispiele für Arbeitsbedingungen und Wiederfindungsraten</b> .....	<b>29</b>
<b>Anhang B</b> (informativ) <b>Beispiele für HPLC-Säulen und Chromatogramme</b> .....	<b>32</b>
<b>Anhang C</b> (informativ) <b>Beispiele für Detektion</b> .....	<b>37</b>
<b>Anhang D</b> (informativ) <b>Beispiele für die Erweiterung des Verfahrens</b> .....	<b>39</b>
<b>Anhang E</b> (informativ) <b>Erläuterungen</b> .....	<b>40</b>
<b>Literaturhinweise</b> .....	<b>41</b>

#### Bilder

<b>Bild B.1</b> — Chromatographische Trennung, Beispiel 1 .....	<b>32</b>
<b>Bild B.2</b> — Chromatographische Trennung, Beispiel 2.....	<b>33</b>
<b>Bild B.3</b> — Chromatographische Trennung, Beispiel 3.....	<b>34</b>
<b>Bild B.4</b> — Chromatographische Trennung, Beispiel 4.....	<b>35</b>
<b>Bild B.5</b> — Chromatographische Trennung, Beispiel 5.....	<b>36</b>
<b>Bild C.1</b> — Beispiel für ein MS-Chromatogramm (Auszug) einer Probe (Oberflächenwasser) mit verzweigten und unverzweigten Carbonsäuren .....	<b>38</b>
<b>Bild C.2</b> — Beispiel für ein MS-Chromatogramm (Auszug) einer Probe (Oberflächenwasser) mit verzweigten und unverzweigten Sulfonsäuren.....	<b>38</b>

#### Tabellen

<b>Tabelle 1</b> — Substanzen, deren Bestimmung nach diesem Verfahren erprobt wurde .....	<b>6</b>
<b>Tabelle 2</b> — Bedeutung der Indizes .....	<b>18</b>
<b>Tabelle 3</b> — Beispiel für die Zuordnung der internen Standardsubstanzen zu den Analyten .....	<b>19</b>
<b>Tabelle 4</b> — Verfahrenskenndaten für die HPLC-MS/MS-Messung.....	<b>26</b>
<b>Tabelle 5</b> — Verfahrenskenndaten für die Matrix Klärschlamm .....	<b>27</b>
<b>Tabelle 6</b> — Verfahrenskenndaten für die Matrix Boden.....	<b>27</b>
<b>Tabelle 7</b> — Verfahrenskenndaten für die Matrix Futtermittel .....	<b>28</b>
<b>Tabelle A.1</b> — Beispiele für Wiederfindungsraten aus Boden und Gewässersediment .....	<b>29</b>
<b>Tabelle A.2</b> — Beispiele für Wiederfindungsraten aus Klärschlamm .....	<b>30</b>
<b>Tabelle A.3</b> — Beispiele für Wiederfindungsraten aus Kompost .....	<b>31</b>
<b>Tabelle C.1</b> — Massenübergänge der zu bestimmenden Substanzen.....	<b>37</b>
<b>Tabelle C.2</b> — Massenübergänge geeigneter interner Standardsubstanzen .....	<b>37</b>