

DIN 38407-39



ICS 13.060.50

**Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung –  
Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) –  
Teil 39: Bestimmung ausgewählter polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe (PAK) – Verfahren mittels Gaschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) (F 39)**

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

Part 39: Determination of selected polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) – Method using gas chromatography with mass spectrometric detection (GC-MS) (F 39)

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

Substances déterminables ensemble (groupe F) –

Partie 39: Détermination de hydrocarbures aromatiques polynucléaires (HAP) sélectionnés dans l'eau – Méthode par chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse (CG-SM) (F 39)

Gesamtumfang 36 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN



## Inhalt

Seite

Vorwort .....	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich .....	6
2 Normative Verweisungen.....	6
3 Grundlage des Verfahrens.....	6
4 Störungen .....	9
4.1 Störungen bei der Probenahme, Lagerung und Extraktion .....	9
4.2 Störungen bei der Gaschromatographie und Massenspektrometrie.....	9
5 Bezeichnung .....	10
6 Reagenzien .....	10
7 Geräte.....	13
8 Probenahme .....	14
9 Durchführung .....	14
9.1 Allgemeines.....	14
9.2 Extraktion .....	14
9.3 Weitere Aufarbeitung des Extraktes.....	15
9.3.1 Direkte Aufarbeitung des Extrakts.....	15
9.3.2 Aufarbeitung nach Einengen des Extrakts .....	15
9.3.3 Extraktreinigung .....	16
9.4 Gaschromatographie – Massenspektrometrie .....	16
9.5 Blindwertmessung.....	16
9.6 Kriterien für die GC-MS-Identifizierung der Zielverbindungen .....	17
9.6.1 GC-MS-Kriterien .....	17
9.6.2 Identifizierung .....	18
9.6.3 Wahrscheinliches Vorkommen .....	18
9.6.4 Negatives Ergebnis (Abwesenheit der Zielverbindung).....	19
9.6.5 Vorschläge für die Wahl der diagnostischen Ionen .....	19
9.6.6 Zielverbindungen mit weniger als drei Fragmenten .....	19
10 Kalibrierung.....	21
10.1 Allgemeines.....	21
10.2 Kalibrierung zur Verfahrenseinführung und -validierung .....	23
10.3 Routinekalibrierung .....	24
10.4 Gültigkeitskontrolle/Justierung .....	24
10.5 Kalibrierung mit internem Standard .....	24
10.5.1 Kalibrierung mit internem Standard über das Gesamtverfahren .....	24
10.5.2 Kalibrierung mit internem Standard nicht über das Gesamtverfahren.....	25
10.6 Bestimmung der Wiederfindungsraten .....	26
10.7 Qualitätskriterien zur Messung .....	27
11 Angabe der Ergebnisse.....	28
12 Analysenbericht.....	28
13 Verfahrenskenndaten .....	28
Anhang A (informativ) Beispiele für geeignete Trennsäulen und -bedingungen .....	30
A.1 Kapillarsäulen .....	30
A.2 Gerätetechnische Aufnahmebedingungen .....	30
A.3 Massenspektrometrische Detektionsbedingungen .....	31
Anhang B (informativ) Beispielchromatogramm .....	32

<b>Anhang C (informativ) Weitere, nach diesem Verfahren bestimmbare poly- und heterocyclische aromatische Kohlenwasserstoffe.....</b>	<b>33</b>
<b>Anhang D (informativ) Beispiele für interne Standards .....</b>	<b>34</b>
<b>Anhang E (informativ) Erläuterungen .....</b>	<b>35</b>
<b>Literaturhinweise.....</b>	<b>36</b>

## Bilder

<b>Bild B.1 — Beispielchromatogramm .....</b>	<b>32</b>
---	-----------

## Tabellen

<b>Tabelle 1 — Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe, die nach diesem Verfahren bestimmt werden können .....</b>	<b>7</b>
<b>Tabelle 2 — Charakteristische Massen polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe; (siehe auch Beispiel im Anhang B) .....</b>	<b>20</b>
<b>Tabelle 3 — Beispiel für eine Verdünnungsreihe zur Herstellung von Kalibrier- bzw. Aufstocklösungen .....</b>	<b>22</b>
<b>Tabelle 4 — Beispiel für die Verdünnungsreihe der internen Standards (I).....</b>	<b>23</b>
<b>Tabelle 5 — Beispiel für eine Verdünnungsreihe zur Herstellung von Kalibrierlösungen für die Verfahrenskenndaten .....</b>	<b>23</b>
<b>Tabelle 6 — Verfahrenskenndaten (alle Massenkonzentrationen in ng/l) .....</b>	<b>29</b>
<b>Tabelle A.1 — Massenfenster für Einzelmassenregistrierung.....</b>	<b>31</b>
<b>Tabelle A.2 — Übersicht Verbindungsgruppen nach Tabelle A.1 .....</b>	<b>31</b>
<b>Tabelle C.1 — Weitere, nach diesem Verfahren bestimmbare PAK.....</b>	<b>33</b>
<b>Tabelle C.2 — Weitere wichtige Vertreter der PAK und heterocyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffe, die gemeinsam auftreten können und qualitative Rückschlüsse auf die Herkunft der PAK ermöglichen.....</b>	<b>33</b>
<b>Tabelle D.1 — Beispiele für deuterierte sowie mit dem <sup>13</sup>C-Isotop markierte interne Standardverbindungen .....</b>	<b>34</b>