

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

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

Bilder

Bild B.1 — Beispielchromatogramm	32
---	-----------

Tabellen

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