

	DIN EN 17892	
ICS 13.060.50 Wasserbeschaffenheit – Bestimmung ausgewählter Per- und Polyfluoralkylsubstanzen in Trinkwasser – Verfahren mittels Flüssigkeitschromatographie/Tandem- Massenspektrometrie (LC-MS/MS); Deutsche Fassung EN 17892:2024 Water quality – Determination of selected per- and polyfluoroalkyl substances in drinking water – Method using liquid chromatography/tandem-mass spectrometry (LC-MS/MS); German version EN 17892:2024 Qualité de l’eau – Détermination de substances per- et polyfluoroalkylées sélectionnées dans l’eau potable – Méthode par chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem (LC-MS/MS); Version allemande EN 17892:2024 Gesamtumfang 46 Seiten DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)		

Nationales Vorwort

Das Dokument EN 17892:2024 wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 119-01-03-02-21 AK „Per- und polyfluorierte Alkylsubstanzen (PFAS)“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung (CEN/TC 230, ISO/TC 147)“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Bezeichnung des Verfahrens:

Bestimmung ausgewählter Per- und Polyfluoralkylsubstanzen in Trinkwasser — Verfahren mittels Flüssigkeitschromatographie/Tandem-Massenspektrometrie (LC-MS/MS (F 55):

Verfahren DIN EN 17892 — F 55

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 5667-1	siehe	DIN EN ISO 5667-1
ISO 5667-3	siehe	DIN EN ISO 5667-3
ISO 5667-5	siehe	DIN ISO 5667-5
ISO 5667-6	siehe	DIN EN ISO 5667-6
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 8466-2	siehe	DIN ISO 8466-2
ISO 21253-1	siehe	DIN EN ISO 21253-1
ISO 21253-2	siehe	DIN EN ISO 21253-2

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

Die vorliegende Norm enthält das vom DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW) und von der Wasserchemischen Gesellschaft — Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh) — gemeinsam erarbeitete Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung:

Bestimmung ausgewählter Per- und Polyfluoralkylsubstanzen in Trinkwasser — Verfahren mittels Flüssigkeitschromatographie/Tandem-Massenspektrometrie (LC-MS/MS (F 55)). Die als DIN-Normen veröffentlichten Deutschen Einheitsverfahren sind bei der DIN Media GmbH einzeln oder zusammengefasst erhältlich. Außerdem werden die genormten Deutschen Einheitsverfahren in der Loseblattsammlung „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ gemeinsam von der DIN Media GmbH und der Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA publiziert.

Normen oder Norm-Entwürfe mit dem Gruppentitel *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung* sind in folgende Gebiete (Haupttitel) aufgeteilt:

Allgemeine Angaben (Gruppe A)

Sensorische Verfahren (Gruppe B)

Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)

Anionen (Gruppe D)

Kationen (Gruppe E)

Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F)

Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)

Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)

Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)

Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)

Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)

Einzelkomponenten (Gruppe P)

Schlamm und Sedimente (Gruppe S)

Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Telefon 030 2601–2448, oder die DIN Media GmbH, 10772 Berlin, Auskunft.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 5667-1, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Erstellung von Probenahmeprogrammen und Probenahmetechniken*

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Konservierung und Handhabung von Wasserproben*

DIN EN ISO 5667-6, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 6: Anleitung zur Probenahme aus Fließgewässern*

DIN EN ISO 21253-1, *Wasserbeschaffenheit — Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen — Teil 1: Kriterien für die Identifizierung von Zielverbindungen mittels Gaschromatographie und Flüssigchromatographie mit Massenspektrometrie*

DIN EN ISO 21253-2, *Wasserbeschaffenheit — Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen — Teil 2: Kriterien für die quantitative Bestimmung organischer Stoffe mit einem Multianalyt-Verfahren*

DIN ISO 5667-5, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 5: Anleitung zur Probenahme von Trinkwasser aus Aufbereitungsanlagen und Rohrnetzsystemen*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 8466-2, *Wasserbeschaffenheit — Kalibrierung und Auswertung analytischer Verfahren und Beurteilung von Verfahrenskennwerten — Teil 2: Kalibrierstrategie für nichtlineare Kalibrierfunktionen zweiten Grades*

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit —
Bestimmung ausgewählter Per- und Polyfluoralkylsubstanzen
in Trinkwasser —
Verfahren mittels Flüssigkeitschromatographie/Tandem-
Massenspektrometrie (LC-MS/MS)

Water quality —
Determination of selected per- and polyfluoroalkyl
substances in drinking water —
Method using liquid chromatography/tandem-mass
spectrometry (LC-MS/MS)

Qualité de l'eau —
Détermination de substances per- et polyfluoroalkylées
sélectionnées dans l'eau potable —
Méthode par chromatographie en phase liquide couplée
à la spectrométrie de masse en tandem (LC-MS/MS)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 19. Mai 2024 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	9
3 Begriffe	9
4 Grundlage des Verfahrens	9
5 Störungen	10
5.1 Probenahme	10
5.2 Blindwerte	10
5.3 Störungen, die während der Flüssigkeitschromatographie und Massenspektrometrie auftreten	10
6 Reagenzien	11
7 Geräte	13
8 Probenahme	14
9 Durchführung	15
9.1 Teil A: Direktinjektions-Verfahren	15
9.1.1 Allgemeines	15
9.1.2 Probenahme	15
9.1.3 Probenvorbereitung	15
9.2 Teil B: Verfahren mit SPE-Anreicherung	15
9.2.1 Allgemeines	15
9.2.2 Probenahme	16
9.2.3 Probenvorbereitung	16
9.2.4 Extraktion	16
9.3 Betriebsbedingungen für die LC-MS/MS	18
9.4 Blindwert-Bestimmung	20
9.4.1 Allgemeines	20
9.4.2 Verfahren mit Direktinjektion	21
9.4.3 Verfahren mit Festphasenextraktion (SPE)	21
9.5 Identifizierung	21
9.6 Kalibrierung	22
9.6.1 Allgemeine Anforderungen	22
9.6.2 Kalibrierung mit externem Standard	23
9.6.3 Kalibrierung mit internem Standard	24
9.6.4 Prüfung der Kalibrierung	25
10 Berechnung	25
10.1 Konzentrationsberechnung mittels Kalibrierfunktion	25
10.2 Konzentrationsberechnung mittels Kalibrierung über externe Standards	25
10.3 Konzentrationsberechnung mittels Kalibrierung über interne Standards	26
10.4 Behandlung von Ergebnissen außerhalb des Kalibrierbereichs	26
10.5 Berechnung verzweigter Isomere	26
11 Bestimmung der Wiederfindung	27
11.1 Wiederfindung	27
11.2 Wiederfindung interner Standards	28
12 Angabe der Ergebnisse	28
13 Analysenbericht	28
Anhang A (informativ) Verfahrenskennndaten	30
Anhang B (informativ) Instrumentelle Bedingungen und Chromatogramme	37
Literaturhinweise	42

Bilder

Bild B.1 — Perfluoralkylcarbonsäuren und Perfluorooctansulfonamid	38
Bild B.2 — Perfluoralkansulfonsäuren, 6 : 2 Fluortelomersulfonsäure und Hexafluorpropylenoxid-Dimersäure	39
Bild B.3 — Analyse von Perfluoralkylcarbonsäuren mittels SPE-LC-MS/MS-Verfahren	41
Bild B.4 — Analyse von Perfluoralkylsulfonsäuren mittels SPE-LC-MS/MS-Verfahren	41

Tabellen

Tabelle 1 — Analyten, deren Bestimmung nach diesem Verfahren validiert wurde	7
Tabelle 2 — Ausgewählte Ionen, die in der Bestimmung (der Zielsubstanz) verwendet werden .	18
Tabelle 3 — Ausgewählte Ionen zur Bestimmung interner Standards und korrespondierende Analyten (zwingend erforderlich, wenn keine spezifische interne Standardsubstanz verfügbar ist oder stattdessen eine externe Kalibrierung angewendet wird)	20
Tabelle 4 — Erläuterung der Indizes	23
Tabelle A.1 — Angaben zu den Proben für die Validierungsstudie im Juli 2023	30
Tabelle A.2 — Probe A: Matrix Trinkwasser — Verfahrenskennndaten Teil A: Direktinjektions-Verfahren (siehe 9.1), Erläuterung der Symbole nach Tabelle A.7	31
Tabelle A.3 — Probe B: Matrix Grundwasser — Verfahrenskennndaten Part A: Direktinjektions-Verfahren (siehe 9.1)	32
Tabelle A.4 — Probe C: Matrix Oberflächenwasser — Verfahrenskennndaten Teil A: Direktinjektions-Verfahren (siehe 9.1)	32
Tabelle A.5 — Probe A: Matrix Trinkwasser — Verfahrenskennndaten Teil B: Verfahren mit SPE-Anreicherung (siehe 9.2)	33
Tabelle A.6 — Probe B: Matrix Grundwasser — Verfahrenskennndaten Teil B: Verfahren mit SPE-Anreicherung (siehe 9.2)	34
Tabelle A.7 — Probe C: Matrix Oberflächenwasser — Verfahrenskennndaten Teil B: Verfahren mit SPE-Anreicherung (siehe 9.2)	35
Tabelle B.1 — Beispiel für instrumentelle LC-MS/MS-Bedingungen	37
Tabelle B.2 — Beispiel für instrumentelle Bedingungen bei der Online-SPE-LC-MS/MS mit HLB-Material	40

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 17892:2024) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Dezember 2024, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Dezember 2024 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Per- und Polyfluoralkylsubstanzen (PFAS) sind industriell hergestellte Chemikalien, die mindestens eine vollständig fluorierte Methyl- oder Methylen-Gruppe enthalten (ohne ein daran gebundenes H/Cl/Br/I-Atom) [1]. Diese Definition wird auch für dieses Dokument gewählt (siehe 3.1). Der United States Environmental Protection Agency (U.S. EPA) zufolge bilden PFAS eine chemische Familie, die aus über 8 000 einzelnen Substanzen besteht [2]. Es handelt sich um eine Gruppe von weit verbreitet angewendeten, künstlich hergestellten Chemikalien. Perfluoralkylsubstanzen sind persistent und können sich im Laufe der Zeit im menschlichen Körper und in der Umwelt anreichern. Aufgrund ihrer speziellen Eigenschaften und ihrer Stabilität fanden einige dieser Verbindungen breite Verwendung in der Industrie, als Komponenten in Feuerlöschschäumen oder für Verbraucherprodukte und sind jetzt als Hintergrundkontamination ubiquitär nachweisbar [3].

PFAS – insbesondere die kurzkettigen – können durch Herstellung, Anwendung und Entsorgung in den Wasserkreislauf gelangen. PFAS werden in der EU-Trinkwasserrichtlinie EU 2020/2184 [4] als zu überwachender Parameter aufgeführt, mit einem maximal zulässigen Parameterwert von 0,10 µg/l als Summe von 20 ausgewählten PFAS. Diese umfassen perfluorierte Carbon- und perfluorierte Sulfonsäuren mit einer Kettenlänge von jeweils vier bis dreizehn Kohlenstoffatomen.

Langkettige Verbindungen wie PFOA, PFNA, PFHxS und PFOS reichern sich im menschlichen Blut und in der Leber an und ihre Halbwertszeiten im menschlichen Organismus betragen mehrere Jahre. Im Jahr 2020 hat die Europäische Behörde für Lebensmittelsicherheit (EFSA, en: European Food Safety Authority) auf Basis epidemiologischer Studien und der sehr empfindlichen Wirkung auf das menschliche Immunsystem für die vier genannten Substanzen PFOA, PFNA, PFHxS und PFOS eine wöchentlich tolerierbare Aufnahmemenge (TWI, en: tolerably weekly intake) von 4,4 ng/kg Körpergewicht abgeleitet [5].

Wegen des niedrigen TWI, den die EFSA für die vier Substanzen PFOA, PFNA, PFHxS und PFOS empfiehlt, sollte zumindest die Analyse dieser vier EFSA-PFAS mit einer Nachweisgrenze weit unter dem maximal zulässigen Parameterwert von 0,10 µg/l möglich sein.

WARNUNG — Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Arbeitgebers, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen.

WICHTIG — Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach diesem Dokument Fachleute oder Fach-einrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung des gelösten Anteils ausgewählter Per- und Polyfluoralkylsubstanzen (PFAS) mittels Flüssigkeitschromatografie-Tandem-Massenspektrometrie (LC-MS/MS) in nicht filtriertem Trinkwasser fest. Die Anwendbarkeit des Verfahrens auf andere Wasserarten wie Süßwasser (z. B. Grundwasser, Oberflächenwasser) oder behandeltes Abwasser kann für jeden Einzelfall separat validiert werden.

Für jede Zielverbindung werden sowohl eventuell auftretende verzweigte Isomere als auch das jeweilige unverzweigte Isomer zusammen quantifiziert. Die mit diesem Verfahren ermittelte Stoffauswahl ist repräsentativ für eine Vielzahl von PFAS. Dieses Verfahren wurde für die in Tabelle 1 angegebenen Analyten validiert. Die Liste in dieser Tabelle kann je nach Zweck und Schwerpunkt des Verfahrens modifiziert werden. Der untere Anwendungsbereich dieses Verfahrens kann abhängig von der Empfindlichkeit der verwendeten Geräte und der Matrix der Proben variieren. Für zahlreiche Stoffe, für die diese Norm gilt, kann eine Bestimmungsgrenze (LOQ) von 1 ng/l erreicht werden. Die Verwendung einer Direktinjektion mit großem Probenvolumen, wie in Teil A beschrieben, oder von SPE, wie in Teil B beschrieben, ermöglicht niedrigere LOQs. Analytische Limitierungen können bei kurzkettigen PFAS oder PFAS mit mehr als zehn Kohlenstoffatomen in der Kohlenstoffkette auftreten. Tatsächlich erreichbare LOQs können auch von den Blindwerten abhängig sein, die in den einzelnen Laboren erzielt werden können.

ANMERKUNG Dieses Dokument ermöglicht die Analyse der 20 PFAS, die in Anhang III Teil B Punkt 3 der EU-Trinkwasserrichtlinie EU 2020/2184 [4] zur Überwachung des maximal zulässigen Parameterwerts von 0,10 µg/l für die Summe der PFAS aufgeführt sind.

Darüber hinaus können mithilfe dieses Dokuments auch Alternativen und Ersatzstoffe für diese PFAS-Substanzen analysiert werden.

Tabelle 1 — Analyten, deren Bestimmung nach diesem Verfahren validiert wurde

Analyt	IUPAC Name^a	Formel	Abkürzung	CAS-RN^b
Perfluor- <i>n</i> -butansäure	2,2,3,3,4,4,4-Heptafluorbutansäure	C ₄ HF ₇ O ₂	PFBA	375-22-4
Perfluor- <i>n</i> -Pentansäure	2,2,3,3,4,4,5,5,5-Nonafluorpentansäure	C ₅ HF ₉ O ₂	PFPeA	2706-90-3
Perfluor- <i>n</i> -Hexansäure	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,6-Undecafluorhexansäure	C ₆ HF ₁₁ O ₂	PFHxA	307-24-4
Perfluor- <i>n</i> -Heptansäure	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,7-Tridecafluorheptansäure	C ₇ HF ₁₃ O ₂	PFHpA	375-85-9
Perfluor- <i>n</i> -Octansäure	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-Pentadecafluoroctansäure	C ₈ HF ₁₅ O ₂	PFOA	335-67-1
Perfluor- <i>n</i> -Nonansäure	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,9-Heptadecafluorononansäure	C ₉ HF ₁₇ O ₂	PFNA	375-95-1
Perfluor- <i>n</i> -Decansäure	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,10-Nonadecafluordecansäure	C ₁₀ HF ₁₉ O ₂	PFDA	335-76-2
Perfluor- <i>n</i> -Undecansäure	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,11-Heneicosafluorundecansäure	C ₁₁ HF ₂₁ O ₂	PFUnDA	2058-94-8
Perfluor- <i>n</i> -Dodecansäure	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,12,12,12-Tricosafluordodecansäure	C ₁₂ HF ₂₃ O ₂	PFDoDA	307-55-1
Perfluor- <i>n</i> -Tridecansäure	2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,12,12,13,13,13-Pentacosa-fluortridecansäure	C ₁₃ HF ₂₅ O ₂	PFTTrDA	72629-94-8
Perfluor- <i>n</i> -Butansulfonsäure	1,1,2,2,3,3,4,4,4-Nonafluorbutan-1-sulfonsäure	C ₄ HF ₉ O ₃ S	PFBS	375-73-5
Perfluor- <i>n</i> -Pentansulfonsäure	1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,5-Undecafluorpentan-1-sulfonsäure	C ₅ HF ₁₁ O ₃ S	PFPeS	2706-91-4
Perfluor- <i>n</i> -Hexansulfonsäure	1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,6-Tridecafluorhexan-1-sulfonsäure	C ₆ HF ₁₃ O ₃ S	PFHxS	355-46-4
Perfluor- <i>n</i> -Heptansulfonsäure	1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,7-Pentadecafluorheptan-1-sulfonsäure	C ₇ HF ₁₅ O ₃ S	PFHpS	375-92-8
Perfluor- <i>n</i> -Octansulfonsäure	1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-Heptadecafluoroctan-1-sulfonsäure	C ₈ HF ₁₇ O ₃ S	PFOS	1763-23-1
Perfluor- <i>n</i> -Nonansulfonsäure	1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,9-Nonadecafluornonan-1-sulfonsäure	C ₉ HF ₁₉ O ₃ S	PFNS	68259-12-1
Perfluor- <i>n</i> -Decansulfonsäure	1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,10-Heneicosafluordecen-1-sulfonsäure	C ₁₀ HF ₂₁ O ₃ S	PFDS	335-77-3

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Analyt	IUPAC Name ^a	Formel	Abkürzung	CAS-RN ^b
Perfluor- <i>n</i> -Undecansulfonsäure	1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8, 9,9,10,10,11,11,11-Tricosafuorundecan-1-sulfonsäure	C ₁₁ HF ₂₃ O ₃ S	PFUnDS	749786-16-1
Perfluor- <i>n</i> -Dodecansulfonsäure	1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,12,12,12-Pentacosafuordodecan-1-sulfonsäure	C ₁₂ HF ₂₅ O ₃ S	PFDoDS	79780-39-5
Perfluor- <i>n</i> -Tridecansulfonsäure	1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,11,11,12,12,13,13,13-Heptacosafuorotridecan-1-sulfonsäure	C ₁₃ HF ₂₇ O ₃ S	PFTTrDS	791563-89-8
4:2 Fluortelomersulfonsäure	3,3,4,4,5,5,6,6,6-Nonafluorhexan-1-sulfonsäure	C ₆ H ₅ F ₉ O ₃ S	4:2 FTSA	757124-72-4
6:2 Fluortelomersulfonsäure	3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-Tridecafluorooctan-1-sulfonsäure	C ₈ H ₅ F ₁₃ O ₃ S	6:2 FTSA	27619-97-2
8:2 Fluortelomersulfonsäure	3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,9,9,10,10,10-Heptadecafluordecan-1-sulfonsäure	C ₁₀ H ₅ F ₁₇ O ₃ S	8:2 FTSA	39108-34-4
Perfluorooctansulfonamid	1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-Heptadecafluor-1-octansulfonamid	C ₈ H ₂ F ₁₇ NO ₂ S	FOSA	754-91-6
<i>N</i> -Ethylperfluorooctansulfonamidoessigsäure	2-[Ethyl(1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-heptadecafluoroktylsulfonyl)amino]essigsäure	C ₁₂ H ₈ F ₁₇ NO ₄ S	EtFOSAA	2991-50-6
Hexafluorpropylenoxid-Dimersäure	2,3,3,3-Tetrafluor-2-(1,1,2,2,3,3,3-heptafluorpropoxy)propansäure	C ₆ HF ₁₁ O ₃	HFPO-DA	13252-13-6
4,8-Dioxa-3 <i>H</i> -perfluornonansäure	2,2,3-Trifluor-3-[1,1,2,2,3,3,3-hexafluor-3-(trifluormethoxy)propoxy]propansäure	C ₇ H ₂ F ₁₂ O ₄	DONA	919005-14-4
Perfluor-3-methoxypropansäure	2,2,3,3-Tetrafluor-3-(trifluormethoxy)propansäure	C ₄ HF ₇ O ₃	PFMPA (PF40PeA)	377-73-1
9-Chlorhexa-decafluor-3-oxanonan-1-sulfonsäure	2-(6-Chlor-1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-dodecafluorhexoxy)-1,1,2,2-tetrafluorethansulfonsäure	C ₈ HCIF ₁₆ O ₄ S	9Cl-PF3ONS	73606-19-6
^a IUPAC: International Union of Pure and Applied Chemistry.				
^b CAS-RN: Chemical Abstract Services Registry Number.				

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 5667-1, *Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques*

ISO 5667-3, *Water quality — Sampling — Part 3: Preservation and handling of water samples*

ISO 5667-5, *Water quality — Sampling — Part 5: Guidance on sampling of drinking water from treatment works and piped distribution systems*

ISO 8466-1, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods — Part 1: Linear calibration function*

ISO 8466-2, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 2: Calibration strategy for non-linear second-order calibration functions*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

per- und polyfluorierte Alkylsubstanz PFAS

fluorierte Verbindung, die mindestens ein vollständig fluoriertes Methyl- oder Methylen-Kohlenstoffatom (ohne ein daran gebundenes H-/Cl-/Br-/I-Atom) enthält, d.h. von einigen bekannten Ausnahmen abgesehen, jede chemische Verbindung mit mindestens einer perfluorierten Methylgruppe (–CF₃) oder einer perfluorierten Methylengruppe (–CF₂–)

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Begriff wird im weiteren Sinne auch für Substanzen verwendet, die Chlor und Sauerstoff in einer Polyfluoralkylstruktur enthalten [1].

4 Grundlage des Verfahrens

Teil A dieses Dokuments beschreibt ein Verfahren, das eine Flüssigchromatographie mit Direktinjektion in Verbindung mit Tandem-Massenspektrometrie zum Nachweis (LC-MS/MS) verwendet: Ein Aliquot der unfiltrierten Wasserprobe wird mit Methanol verdünnt und mit einer Lösung von isotopenmarkierten internen Standards versetzt. Die verdünnte Wasserprobe wird direkt in das Analysensystem injiziert. Die Identifizierung und quantitative Bestimmung der in Tabelle 1 aufgeführten Substanzen erfolgt mittels LC-MS/MS.

Teil B dieses Dokuments beschreibt ein Verfahren, das eine Festphasenextraktion ähnlich ISO 21675 vor der LC-MS/MS-Messung verwendet: Die in Tabelle 1 aufgeführten Analyten werden aus der Wasserprobe durch Festphasenextraktion unter Verwendung eines schwachen Anionenaustauscher-Sorbens extrahiert. Die Identifizierung und quantitative Bestimmung der Substanzen im Extrakt erfolgen mittels LC-MS/MS.

Online-Festphasenextraktions-Verfahren können eingesetzt werden, wenn dabei schwache Anionenaustauscher-Sorbenzien oder hydrophil-lipophil ausgeglichene (HLB, en: hydrophilic-lipophilic balanced) SPE-Materialien verwendet werden und berücksichtigt wird, dass langkettige PFAS an den Oberflächen der Gefäße und Schläuche adsorbieren, wenn der Methanol-Gehalt zu gering ist. Das gesamte Verfahren muss validiert sein.

Das Verfahren kann zur Bestimmung weiterer PFAS verwendet werden. Die Genauigkeit muss für jeden Fall geprüft und verifiziert werden, ebenso wie die Lagerbedingungen sowohl der Proben als auch der Referenzlösungen. ISO 21253-1 and ISO 21253-2 können als Anleitung genutzt werden.

5 Störungen

5.1 Probenahme

Langkettige PFAS (z. B. Perfluoralkylcarbonsäuren mit $x \geq 7$ und Perfluoralkansulfonsäuren mit $x \geq 6$, wobei x die Anzahl der perfluorierten C-Atome in der Kette ist) können sich an den Grenzflächen Wasser/Behälter und Wasser/Luft anreichern. Diese Beeinträchtigungen sind abhängig von der Geometrie sowie dem Material der Probengefäße und können durch Minimierung der Probenoberfläche reduziert werden, z. B. durch Verwendung schmaler Gefäße mit kleiner Oberfläche.

5.2 Blindwerte

Es sollte darauf geachtet werden, die Blindwerte in Materialien und Reagenzien zu minimieren. Die Handhabung von unvermeidbaren Blindwerten ist in 9.4 beschrieben.

Niedermolekulare Rückstände in fluorpolymerhaltigen Materialien wie Polyvinylidenfluorid oder Polyvinylidendifluorid (PVDF), Polytetrafluorethylen (PTFE) usw., die häufig in LC-Geräten verwendet werden, können z. B. im Fall von PFOA zu Blindwerten führen. Zur Minderung solcher Beiträge zu Blindwerten sind zur Probenahme, Entnahme und Analyse vorzugsweise Gegenstände aus Glas, Stahl, Polyetheretherketon (PEEK), Polystyrol (PS), Polypropylen (PP), Polyethylen (PE), Polyethylenterephthalat (PET) oder Silikon zu verwenden. Probenahmegefäße (7.1) und Probenfläschchen (7.11) sind vor Gebrauch auf mögliche Blindwerte zu prüfen.

Typische Kontaminationsquellen im LC-System sind Vakuumentgaser, Fritten und Schläuche sowie Pumpenkopfdichtungen. Bei solchen Störungen kann die Entgasung der Eluenten z. B. mit Helium anstelle von Vakuumentgasern durchgeführt werden. Fritten und Schläuche aus Fluorpolymer sind durch Fritten und Schläuche aus Edelstahl oder PEEK zu ersetzen. Sofern vorhanden, sind Pumpenkopfdichtungen aus PE zu verwenden.

Blindwerte, die vom Gerät und/oder den mobilen Phasen stammen, können durch Verwendung einer HPLC-Säule zur Verzögerung von Blindwertpeaks (Delay-Column) (7.13.3) unter Kontrolle gebracht werden.

5.3 Störungen, die während der Flüssigkeitschromatographie und Massenspektrometrie auftreten

Unsymmetrisch auslaufende Signale (Peak-Tailing), unsymmetrisch ansteigende Signale (Peak-Fronting) und/oder verbreiterte Signale (Peaks) weisen auf Störungen in der Chromatographie hin.

Partikel in der Messlösung, z. B. Feinkornanteile des Festphasenmaterials im Fall des Analysenprotokolls B dieses Dokuments oder Feststoffpartikel in der Probe im Fall von Analysenprotokoll A dieses Dokuments können Eingangssiebe bzw. Fritten der LC-Säule verstopfen und in Folge des Druckanstiegs zu Störungen führen; in diesem Fall sind die Messlösungen vor der Analyse zu zentrifugieren (7.10).

Bestandteile der Probenmatrix können die Ionisierung der Zielsubstanzen beeinflussen. Dies kann zu einer Unterdrückung oder Verstärkung der Ionisierung führen. Solche Matrixinterferenzen können durch die Verwendung passender isotoopenmarkierter interner Standards oder durch die Standardadditionsverfahren erkannt und korrigiert werden.