

# DIN 38407-3:1998-07 (D)

## Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) - Teil 3: Gaschromatographische Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (F 3)

---

| Inhalt   | Seite |
|--|-------|
| Vorwort .....  | 4     |
| Einleitung .....   | 5     |
| 1 Anwendungsbereich .....  | 5     |
| 2 Normative Verweisungen .....   | 7     |
| 3 Technische PCB-Produkte .....  | 9     |
| 4 Allgemeines .....  | 9     |
| 5 Störungen.....   | 10    |
| 5.1 Allgemeines .....  | 10    |
| 5.2 Störungen bei der Bestimmung der PCB mit GC-ECD und GC-MS .....                  | 11    |
| 6 Geräte und Hilfsmaterialien.....   | 11    |
| 6.1 Kapillarchromatograph .....  | 11    |
| 6.2 Detektoren .....   | 12    |
| 6.3 Trennsäulen für die Gaschromatographie.....                                      | 13    |
| 6.4 Weitere Geräte .....   | 13    |
| 7 Reagenzien, Gase und Bezugssubstanzen .....  | 14    |
| 8 Probenahme und Probenlagerung .....  | 21    |
| 9 Durchführung.....  | 22    |
| 9.1 Probenvorbereitung .....   | 22    |
| 9.2 Extraktion .....   | 22    |
| 9.3 Konzentrieren des Extraktes bzw. der Lösungen aus der Reinigung .....            | 23    |
| 9.4 Vorprüfung des Extraktes durch Gaschromatographie .....                          | 23    |
| 9.5 Verfahren zur Extraktreinigung (clean-up) .....                                  | 23    |
| 9.5.1 Allgemeines .....  | 23    |
| 9.5.2 Reinigung mit konzentrierter Schwefelsäure .....                               | 23    |
| 9.5.3 Reinigung mit Kieselgel/Schwefelsäure (siehe [14]) .....                       | 24    |
| 9.5.4 Reinigung mit Silicagel .....  | 24    |
| 9.5.5 Reinigung mit Aluminiumoxid .....  | 24    |
| 9.5.6 Reinigung mit Kieselgel/Silbernitrat.....                                      | 25    |
| 9.5.7 Reinigung des Extraktes mit pyrogenem Kupfer zur Entfernung von Schwefel ..... | 25    |
| 9.6 Gaschromatographische Messung .....  | 25    |
| 10 Kontrolle des Blindwertes .....   | 26    |
| 11 Bestimmung der Wiederfindungsrate .....   | 26    |
| 12 Ermittlung der Konzentration definierter PCB-Indikatorsubstanzen.....             | 26    |
| 12.1 Anwendungsbereich .....   | 26    |

|          |   |    |
|----------|---|----|
| 12.2     | Allgemeines.....  | 27 |
| 12.3     | Grundlagen des Verfahrens.....  | 27 |
| 12.4     | Bezeichnung.....  | 27 |
| 12.5     | Durchführung und Auswertung .....   | 28 |
| 12.6     | Angabe des Ergebnisses .....  | 28 |
| 12.7     | Analysenbericht.....  | 28 |
| 12.8     | Verfahrenskennndaten .....  | 29 |
| 13       | Bestimmung von PCB-Produkten durch Peakmuster-Vergleich.....  | 30 |
| 13.1     | Anwendungsbereich .....   | 30 |
| 13.2     | Allgemeines.....  | 30 |
| 13.3     | Grundlagen des Verfahrens.....  | 30 |
| 13.3.1   | Peakmuster.....   | 30 |
| 13.3.2   | Ähnlichkeitskoeffizient S; (Similarity Index).....  | 30 |
| 13.4     | Bezeichnung.....  | 31 |
| 13.5     | Identifizierung der PCB .....   | 31 |
| 13.6     | Durchführung.....   | 32 |
| 13.7     | Auswertung .....  | 32 |
| 13.7.1   | Peakmuster der PCB-Produkte .....   | 32 |
| 13.7.1.1 | Allgemeines.....  | 32 |
| 13.7.1.2 | Das Peakmuster des PCB mit 42% Massenanteil an Chlor (siehe Bild D.1).....                                | 33 |
| 13.7.1.3 | Das Peakmuster des PCB mit 48 % Massenanteil an Chlor (siehe Bild D.2).....                               | 34 |
| 13.7.1.4 | Das Peakmuster des PCB mit 54% Massenanteil an Chlor (siehe Bild D.3).....                                | 36 |
| 13.7.1.5 | Das Peakmuster des PCB mit 60% Massenanteil an Chlor (siehe Bild D.4).....                                | 37 |
| 13.7.2   | Bestimmung der Wiederfindungsraten .....  | 38 |
| 13.7.3   | Die quantitative Bestimmung der PCB-Produkte .....  | 39 |
| 13.8     | Angabe des Ergebnisses .....  | 40 |
| 13.9     | Analysenbericht.....  | 40 |
| 13.10    | Verfahrenskennndaten .....  | 40 |
| 14       | Gaschromatographisch-massenspektrometrische Bestimmung (GC-MS) von polychlorierten Biphenylen (PCB) ..... | 41 |

|   |   |    |
|---|---|----|
| 14.1  | Anwendungsbereich .....   | 41 |
| 14.2  | Allgemeines .....   | 41 |
| 14.3  | Grundlagen des Verfahrens .....   | 41 |
| 14.4  | Bezeichnung .....   | 42 |
| 14.5  | Allgemeine Hinweise zur GC-MS-Messung .....   | 42 |
| 14.5.1  | Gaschromatographie .....  | 42 |
| 14.5.2  | Massenspektrometrie .....   | 42 |
| 14.6  | Durchführung.....   | 45 |
| 14.6.1  | Vorbereitung des Meßplatzes .....   | 45 |
| 14.6.1.1  | Prüfung der Trennleistung .....   | 45 |
| 14.6.1.2  | Ermittlung der Beobachtungszeiten für die Einzelmassenregistrierung .....   | 45 |
| 14.6.1.3  | Prüfung des linearen Arbeitsbereiches .....   | 46 |
| 14.6.1.4  | Ermittlung der meßplatzspezifischen Chlorisotopenverhältnisse.....  | 46 |
| 14.6.2  | Bestimmung der Wiederfindungsraten über das Gesamtverfahren .....   | 46 |
| 14.6.2.1  | Allgemeines .....   | 46 |
| 14.6.2.2  | Bestimmung der laborinternen Wiederfindungsraten für jede Chlorierungsstufe<br>(Extraktions- und Anreicherungsausbeuten)..... | 47 |
| 14.6.2.3  | Prüfung des Meßplatzes und Korrektur der Wiederfindungsrate mit zusätzlichem<br>internen Standard.....                        | 48 |
| 14.7  | Identifizierung von polychlorierten Biphenylen (PCB).....   | 48 |
| 14.8  | Quantifizierung von polychlorierten Biphenylen (PCB).....   | 49 |
| 14.8.1  | Quantifizierung von Einzelverbindungen .....  | 49 |
| 14.8.2  | Quantifizierung je Chlorierungsstufe.....   | 50 |
| 14.8.3  | Quantifizierung der Gesamtkonzentration .....   | 51 |
| 14.9  | Angabe des Ergebnisses.....   | 51 |
| 14.10   | Analysenbericht .....   | 52 |
| 14.11   | Verfahrenskenndaten.....  | 52 |
| Anhang A (normativ) Berechnungsbeispiele sowie Tabellen zur Erkennung von Störungen bei der<br>massenspektrometrischen Analyse..... |   | 55 |
| Anhang B (normativ) Weitere Bezugssubstanzen .....  |   | 62 |
| Anhang C (normativ) Vorgehensweise zur Ermittlung einer Störung durch technisches TeCBT.....  |   | 64 |

|  |           |
|--|-----------|
| <b>Anhang D (normativ) Beispiele für Gaschromatogramme .....</b>         | <b>65</b> |
| <b>Anhang E (normativ) Bestimmung der Auflösung .....</b>                | <b>69</b> |
| <b>Anhang F (informativ) Verzeichnis der Tabellen und Bilder .....</b>   | <b>70</b> |
| <b>Anhang G (informativ) Literaturhinweise .....</b>                     | <b>72</b> |
| <b>Anhang H (informativ) Angaben zu Produkten und Handelsnamen .....</b> | <b>72</b> |
| <b>Anhang J (informativ) Erläuterungen .....</b>                         | <b>75</b> |