

# 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	Verfahrenskenndaten .....	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	Verfahrenskenndaten .....	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 (Extraktions- und Anreicherungsausbeuten).....	47
14.6.2.3	Prüfung des Meßplatzes und Korrektur der Wiederfindungsrate mit zusätzlichem 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 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>