DIN 3599:2022-02 (D)

Feststoff - GC-MS-Screening - Qualitative und halbquantitative Übersichtsanalyse

Inhalt

Seite

Vorwort 4

Einleitung 5

1 Anwendungsbereich 6

2 Normative Verweisungen 6

3 Begriffe 7

4 Kurzbeschreibung 8

5 Störungen 8

6 Reagenzien 8

7 Standardsubstanzen 9
7.1 Interne Standards 9
7.2 Externe Standards 10

8 Geräte 10
8.1 Extraktionsgeräte 10
8.2 Gaschromatograph 11

9 Durchführung 11
9.1 Standardlösungen 11
9.1.1 Stammlösung 11
9.1.2 Arbeitslösung 11
9.2 Probenvorbereitung 11
9.3 Probenaufbereitung 11
9.3.1 Probenaufbereitung VOC-Übersichtsanalyse 11
9.3.2 Probenaufbereitung SVOC-Übersichtsanalyse 12
9.3.3 Clean-up 13
9.4 GC-MS-Bestimmung 13
9.5 Auswertung 14
9.5.1 Identifizierung der gefundenen Substanzen 14
9.5.2 Berechnung des Retentionsindex einer Substanz 16
9.5.3 Überprüfung des GC-MS-Systems 16
9.5.4 Berechnung der Resultate der halbquantitativen Bestimmung 18

10 Angabe der Ergebnisse 18

Anhang A (informativ) Ergebnisse der Vergleichsuntersuchung 20

Anhang B (informativ) Beispiele für gerätetechnische Bedingungen 29

Anhang C (informativ) Beispiel für die Darstellung der Ergebnisse einer Übersichtsanalyse 31

Anhang D (informativ) Liste empfehlenswerter Datenbanken (Spektrenbibliotheken) 35

Literaturhinweise 36

Bilder

Bild C.1 — Chromatogramm des Probenextraktes 32

Tabellen

Tabelle 1 — Typische Kontaminationsquellen 8

Tabelle 2 — Identifizierungsklassen 15

Tabelle 3 — Fragmente von Decafluortriphenylphosphin 17

Tabelle 4 — Fragmente von 4-Bromfluorbenzol 17

Tabelle A.1 — Anzahl der Labore mit erfolgreicher Identifizierung der Zielverbindungen in der synthetischen Standardlösung (Probe 4) 20

Tabelle A.2 — Ergebnisse halbquantitative Bestimmung synthetische Standardlösung (Probe 4) 21

Tabelle A.3 — Verwendete Bezugssubstanzen zur halbquantitativen Bestimmung (Probe 4) 21

Tabelle A.4 — Anzahl der Labore mit erfolgreicher Identifizierung der Zielverbindungen in der dotierten Bodenprobe (Probe 1) 23

Tabelle A.5 — Ergebnisse halbquantitative Bestimmung dotierte Bodenprobe (Probe 1) 23

Tabelle A.6 — Verwendete Bezugssubstanzen zur halbquantitativen Bestimmung (Probe 1) 24

Tabelle A.7 — Mehrfach identifizierte Substanzen durch die Teilnehmer in Probe 2 25

Tabelle A.8 — Ergebnisse halbquantitative Analyse der intensivsten Signale in Probe 2 26

Tabelle A.9 — Mehrfach identifizierte Substanzen durch die Teilnehmer in Probe 3 26

Tabelle A.10 — Ergebnisse halbquantitative Analyse der intensivsten Signale in Probe 3 27

Tabelle C.1 — Identifizierung und halbquantitative Bestimmung der höchsten erhaltenen Signale 33