DIN EN ISO 15320:2004-03 (D)

Halbstoff, Papier und Pappe - Bestimmung von Pentachlorphenol in einem wässrigen Extrakt (ISO 15320:2003); Deutsche Fassung EN ISO 15320:2003

Inhalt

Seite

Vorwort 3

1 Anwendungsbereich 3

2 Normative Verweisungen 3

3 Grundlage des Verfahrens 4

4 Geräte 4
4.1 Allgemeine Laborgeräte 4
4.2 Festphasenextraktions-(SPE-)System und SPE-Säulen 4
4.3 Gas-Chromatograph 4
4.4 Kapillarsäule 4
4.5 Detektor 4

5 Reagenzien 4
5.1 Allgemeines 4
5.2 Methanol 5
5.3 Salzsäure 5
5.4 n-Hexan 5
5.5 Schwefelsäure 5
5.6 Essigsäureanhydrid 5
5.7 Kaliumkarbonatlösung 5
5.8 Kalibrierlösung (für ECD) 5
5.8.1 Pentachlorphenol in einer methanolischen Kalibrierstammlösung 5
5.8.2 Pentachlorphenol in einer verdünnten methanolischen Kalibrierstammlösung 5
5.8.3 Pentachlorphenol in einer methanolischen Kalibrierlösung 5
5.9 Interne Standardlösung für ECD 5
5.9.1 2,3,6-Trichlorphenol interne Standard-Stammlösung 5
5.9.2 2,3,6-Triphenol interne Standardlösung 5
5.10 Lösung des internen Standards für MS 6
5.10.1 13 C6 markierte Pentachlorphenollösung (markiert an allen sechs Kohlenstoffatomen), interne Standard-Stammlösung 6
5.10.2 13 C6-markierte Pentachlorphenollösung, interne Standardlösung 6

6 Probenahme und Extraktion 6

7 Durchführung 6
7.1 Vorbereitung 6
7.2 Festphasenanreicherung 6
7.2.1 Konditionierung 6
7.2.2 Anreicherung 6
7.2.3 Elution 6
7.3 Acetylierung 7
7.4 Gaschromatographische Analyse 7

8 Kalibrierung 7
8.1 Kalibrierung für den Elektroneneinfangdetektor, ECD 7
8.1.1 Herstellung der Kalibrierlösung 7
8.1.2 Gaschromatographische Bestimmung 8
8.1.3 Bestimmung der Retentionszeiten von Pentachlorphenol 8

8.1.4 Berechnung der Flächenverhältnisse gegen die Mengenverhältnisse 8
8.2 Kalibrierung des Massenspektrometers mit 13 C-markiertem PCP 9

9 Auswertung 9

10 Präzision 10

11 Prüfbericht 10

Literaturhinweise 10