DIN 38414-24:2000-10 (D)

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Schlamm und Sedimente (Gruppe S) - Teil 24: Bestimmung von polychlorierten Dibenzodioxinen (PCDD) und polychlorierten Dibenzofuranen (PCDF) (S 24)

Inhalt

Seite

Vorwort 1

1 Anwendungsbereich 1

2 Normative Verweisungen 2

3 Grundlagen des Verfahrens 2

4 Störungen 2

5 Bezeichnung 3

6 Geräte 3

7 Reagenzien 4

8 Probenahme 7

9 Durchführung 7
9.1 Probenvorbereitung 7
9.1.1 Trocknung 7
9.1.2 Extraktion 8
9.1.3 Reinigung des Extraktes 8
9.1.3.1 Ausschütteln mit Schwefelsäure 8
9.1.3.2 Schwefelsäure/Natriumhydroxid-Säulen-Behandlung 8
9.1.3.3 Aluminiumoxid-Säule 8
9.1.3.4 Silbernitrat/Kieselgel-Säule 9
9.1.3.5 Gelpermeationschromatographie 9
9.1.4 Herstellung der Messlösung für GC/MS 10
9.1.5 Ermittlung des Blindwertes 10
9.2 Bestimmung mittels GC/MS 10
9.2.1 Gaschromatographie 10
9.2.1.1 Allgemeines 10
9.2.1.2 Prüfung der Trennleistung 10
9.2.1.3 Ermittlung der Beobachtungszeiten für die Massenregistrierung 10
9.2.1.4 Prüfung des linearen Arbeitsbereiches 10
9.2.2 Massenspektrometrie 10
9.2.2.1 Ermittlung der messplatzspezifischen Chlorisotopenverhältnisse 11
9.2.2.2 Identifizierung 12
9.2.2.3 Ausführungsbeispiel für Quadrupolmassenspektrometrie 12
9.2.2.4 Ausführungsbeispiel für hochauflösende Massenspektrometrie 12

10 Auswertung 12

11 Angabe der Ergebnisse 13

12 Analysenbericht 15

13 Verfahrenskenndaten 15

Anhang A (informativ) Schematische Darstellung des Verfahrensganges 18

Anhang B (informativ) Chlorisotopenverhältnisse 19

Anhang C (informativ) Beispiele für Chromatogramme an einem hochauflösenden Massenspektrometer 21

Anhang D (informativ) Beispiele für Chromatogramme an einem niedrigauflösenden Massenspektrometer 22

Anhang E (informativ) Erläuterungen 23