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 Probenvorbehandlung 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

Anhang D (normativ) Beispiele für Gaschromatogramme 65

Anhang E (normativ) Bestimmung der Auflösung 69

Anhang F (informativ) Verzeichnis der Tabellen und Bilder 70

Anhang G (informativ) Literaturhinweise 72

Anhang H (informativ) Angaben zu Produkten und Handelsnamen 72

Anhang J (informativ) Erläuterungen 75