

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	Verfahrenskennndaten	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	Verfahrenskennndaten	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