

	DIN EN 62321-6 (VDE 0042-1-6)	DIN
	Diese Norm ist zugleich eine VDE-Bestimmung im Sinne von VDE 0022. Sie ist nach Durchführung des vom VDE-Präsidium beschlossenen Genehmigungsverfahrens unter der oben angeführten Nummer in das VDE-Vorschriftenwerk aufgenommen und in der „etz Elektrotechnik + Automation“ bekannt gegeben worden.	VDE
ICS 29.020 Teilweiser Ersatz für DIN EN 62321 (VDE 0042-1):2009-12 Siehe Anwendungsbeginn Verfahren zur Bestimmung von bestimmten Substanzen in Produkten der Elektrotechnik – Teil 6: Polybromierte Biphenyl- und Diphenylether in Polymeren durch Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS) (IEC 62321-6:2015); Deutsche Fassung EN 62321-6:2015 Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 6: Polybrominated biphenyls and polybrominated diphenyl ethers in polymers by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) (IEC 62321-6:2015); German version EN 62321-6:2015 Détermination de certaines substances dans les produits électrotechniques – Partie 6: Diphényles polybromés et diphényléthers polybromés dans des polymères par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS) (IEC 62321-6:2015); Version allemande EN 62321-6:2015 Gesamtumfang 63 Seiten DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE		

Anwendungsbeginn

Anwendungsbeginn für die von CENELEC am 2015-07-10 angenommene Europäische Norm als DIN-Norm ist 2016-05-01.

Für **DIN EN 62321 (VDE 0042-1):2009-12** besteht eine Übergangsfrist bis 2018-07-10.

Nationales Vorwort

Vorausgegangener Norm-Entwurf: E DIN EN 62321-6 (VDE 0042-1-6):2011-10.

Für dieses Dokument ist das nationale Arbeitsgremium K 135 „Erfassung von Stoffen in Produkten der Elektrotechnik“ der DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE (www.dke.de) zuständig.

Die enthaltene IEC-Publikation wurde vom TC 111 „Environmental Standardization for Electrical and Electronic Products and Systems“ erarbeitet.

Das IEC-Komitee hat entschieden, dass der Inhalt dieser Publikation bis zu dem Datum (stability date) unverändert bleiben soll, das auf der IEC-Website unter „<http://webstore.iec.ch>“ zu dieser Publikation angegeben ist. Zu diesem Zeitpunkt wird entsprechend der Entscheidung des Komitees die Publikation

- bestätigt,
- zurückgezogen,
- durch eine Folgeausgabe ersetzt oder
- geändert.

Das Original-Dokument enthält Bilder in Farbe, die in der Papierversion in einer Graustufen-Darstellung wiedergegeben werden. Elektronische Versionen dieses Dokuments enthalten die Bilder in der originalen Farbdarstellung.

Änderungen

Gegenüber **DIN EN 62321 (VDE 0042-1):2009-12** wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Die Norm wurde in verschiedene Teile aufgeteilt;
- b) die HPLC- und die IAMS-Methode wurden neu aufgenommen;
- c) die Abfolge der Unterabschnitte wurde an die Vorgaben für die Reihe 62321 angepasst.

Frühere Ausgaben

DIN EN 62321 (VDE 0042-1): 2009-12

Nationaler Anhang NA (informativ)

Zusammenhang mit Europäischen und Internationalen Dokumenten

Für den Fall einer undatierten Verweisung im normativen Text (Verweisung auf ein Dokument ohne Angabe des Ausgabedatums und ohne Hinweis auf eine Abschnittsnummer, eine Tabelle, ein Bild usw.) bezieht sich die Verweisung auf die jeweils aktuellste Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments.

Für den Fall einer datierten Verweisung im normativen Text bezieht sich die Verweisung immer auf die in Bezug genommene Ausgabe des Dokuments.

Eine Information über den Zusammenhang der zitierten Dokumente mit den entsprechenden Deutschen Dokumenten ist nachstehend wiedergegeben.

Tabelle NA.1

Europäisches Dokument	Internationales Dokument	Deutsches Dokument	Klassifikation im VDE-Vorschriftenwerk
EN 62321 (alle Teile)	IEC 62321 (alle Teile)	DIN EN 62321 (VDE 0042-1) (alle Teile)	VDE 0042-1
EN 62321:2009	IEC 62321:2008	DIN EN 62321 (VDE 0042-1):2009-12	VDE 0042-1
EN 62321-1:2013	IEC 62321-1:2013	DIN EN 62321-1 (VDE 0042-1-1):2014-02	VDE 0042-1-1
EN 62321-2:2014	IEC 62321-2:2013	DIN EN 62321-2 (VDE 0042-1-2):2014-09	VDE 0042-1-2

Nationaler Anhang NB (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN 62321 (VDE 0042-1) (alle Teile), *Produkte in der Elektrotechnik – Bestimmung von Bestandteilen der sechs Inhaltstoffe (Blei, Quecksilber, Cadmium, sechswertiges Chrom, polybromiertes Biphenyl, polybromierter Diphenylether), die einer Beschränkung unterworfen sind*

DIN EN 62321 (VDE 0042-1):2009-12, *Produkte in der Elektrotechnik – Bestimmung von Bestandteilen der sechs Inhaltstoffe (Blei, Quecksilber, Cadmium, sechswertiges Chrom, polybromiertes Biphenyl, polybromierter Diphenylether), die einer Beschränkung unterworfen sind (IEC 62321:2008); Deutsche Fassung EN 62321:2009*

DIN EN 62321-1 (VDE 0042-1-1):2014-02, *Verfahren zur Bestimmung von bestimmten Substanzen in Produkten der Elektrotechnik – Teil 1: Einleitung und Übersicht (IEC 62321-1:2013); Deutsche Fassung EN 62321-1:2013*

DIN EN 62321-2 (VDE 0042-1-2):2014-09, *Verfahren zur Bestimmung von bestimmten Substanzen in Produkten der Elektrotechnik – Teil 2: Demontage, Zerlegung und mechanische Probenvorbereitung (IEC 62321-2:2013); Deutsche Fassung EN 62321-2:2014*

Verfahren zur Bestimmung von bestimmten Substanzen in Produkten der
Elektrotechnik –

Teil 6: Polybromierte Biphenyl- und Diphenylether in Polymeren durch
Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS)
(IEC 62321-6:2015)

Determination of certain substances in
electrotechnical products –
Part 6: Polybrominated biphenyls and
polybrominated diphenyl ethers in polymers by
gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)
(IEC 62321-6:2015)

Détermination de certaines substances dans les
produits électrotechniques –
Partie 6: Diphényles polybromés et
diphényléthers polybromés dans des polymères
par chromatographie en phase gazeuse-
spectrométrie de masse (GC-MS)
(IEC 62321-6:2015)

Diese Europäische Norm wurde von CENELEC am 2015-07-10 angenommen. CENELEC-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC Management Centre oder bei jedem CENELEC-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CENELEC-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem CEN-CENELEC Management Centre mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CENELEC-Mitglieder sind die nationalen elektrotechnischen Komitees von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.

CENELEC

Europäisches Komitee für Elektrotechnische Normung
European Committee for Electrotechnical Standardization
Comité Européen de Normalisation Electrotechnique

CEN-CENELEC Management Centre: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

© 2015 CENELEC – Alle Rechte der Verwertung, gleich in welcher Form und in welchem Verfahren, sind weltweit den Mitgliedern von CENELEC vorbehalten.

Ref. Nr. EN 62321-6:2015 D

Europäisches Vorwort

Der Text des Dokuments 111/368/FDIS, zukünftige 1. Ausgabe der IEC 62321-6, erarbeitet vom IEC/TC 111 „Environmental standardization for electrical and electronic products and systems“, wurde zur parallelen IEC-CENELEC-Abstimmung vorgelegt und von CENELEC als EN 62321-6:2015 angenommen

Nachstehende Daten wurden festgelegt:

- spätestes Datum, zu dem dieses Dokument auf nationaler Ebene durch Veröffentlichung einer identischen nationalen Norm oder durch Anerkennung übernommen werden muss (dop): 2016-04-10
- spätestes Datum, zu dem nationale Normen, die diesem Dokument entgegenstehen, zurückgezogen werden müssen (dow): 2018-07-10

Dieses Dokument ersetzt EN 62321:2009 (teilweise).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CENELEC [und/oder CEN] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm IEC 62321-6:2015 wurde von CENELEC ohne irgendeine Abänderung als Europäische Norm angenommen.

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	2
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe und Abkürzungen	9
3.1 Begriffe	9
3.2 Abkürzungen	9
4 Messprinzip	10
5 Reagenzien und Materialien	10
6 Ausrüstung	10
7 Probenahme	11
8 Durchführung	11
8.1 Allgemeine Anweisungen zur Analyse	11
8.2 Probenvorbereitung	12
8.2.1 Stammlösungen	12
8.2.2 Vorextraktion der Soxhlet-Exraktoren	12
8.2.3 Probenextraktion	12
8.2.4 Alternative Extraktionsverfahren für lösliche Polymere	13
8.2.5 Zugabe des internen Standards (IS)	13
8.3 Geräteparameter	14
8.4 Kalibriersubstanzen	16
8.5 Kalibrierung	17
8.5.1 Allgemeines	17
8.5.2 Stammlösung aus PBB (1 µg/ml für jedes Kongener), PBDE (1 µg/ml für jedes Kongener) und Ersatzstandard (1 µg/ml)	17
8.5.3 Standardlösungen	17
9 Berechnung der PBB- und der PBDE-Konzentration	18
9.1 Allgemeines	18
9.2 Berechnung	18
10 Präzision	21
10.1 Schwellenwert-Bewertung	21
10.2 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	21
11 Qualitätssicherung und -lenkung	22
11.1 Auflösung	22
11.2 Leistungsfähigkeit	23
11.3 Nachweisgrenze (LOD) oder Methodennachweisgrenze (MDL) und Bestimmungsgrenze (LOQ)	24
12 Prüfbericht	25

Anhang A (informativ) Bestimmung von PBB und PBDE in Polymeren mittels Ionen-Anlagerungs-Massenspektrometrie (IAMS)	26
A.1 Messprinzip	26
A.2 Reagenzien und Materialien	26
A.3 Ausrüstung	26
A.4 Probenahme	27
A.4.1 Allgemeines	27
A.4.2 Qualitative Stufe	27
A.4.3 Halbquantitative Stufe	27
A.5 Durchführung	27
A.5.1 Allgemeine Anweisungen zur Analyse	27
A.5.2 Probenvorbereitung	27
A.5.3 Geräteparameter	28
A.5.4 Kalibriersubstanzen	29
A.5.5 Kalibrierung	30
A.6 Berechnung der PBB- und der PBDE-Konzentration	31
A.6.1 Allgemeines	31
A.6.2 Berechnung	31
A.6.3 Bewertung mehrdeutiger Spektren	32
A.7 Präzision	34
A.7.1 Schwellenwert-Bewertung	34
A.7.2 Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	34
A.8 Qualitätssicherung und -lenkung	35
A.8.1 Empfindlichkeit	35
A.8.2 Wiederfindung	35
A.8.3 Blindversuch	36
A.8.4 Nachweisgrenze (LOD) und Bestimmungsgrenze (LOQ)	36
A.9 Prüfbericht	36
Anhang B (informativ) Schematische Darstellung eines IAMS-Messgeräts	37
Anhang C (informativ) Bestimmung von PBB und PBDE in Polymeren mittels Hochleistungsflüssigchromatographie mit UV-Detektion (HPLC-UV)	38
C.1 Messprinzip	38
C.2 Reagenzien und Materialien	38
C.3 Ausrüstung	38
C.4 Probenahme	39
C.5 Durchführung	39
C.5.1 Allgemeine Anweisungen zur Analyse	39
C.5.2 Probenvorbereitung	39
C.5.3 Geräteparameter	40

C.5.4	Kalibriersubstanzen.....	40
C.6	Kalibrierung	41
C.6.1	Allgemeines.....	41
C.6.2	Standardlösungen	41
C.7	Berechnung der PBB- und der PBDE-Konzentration.....	42
C.7.1	Allgemeines.....	42
C.7.2	Berechnung	42
C.8	Präzision.....	43
C.8.1	Schwellenwert-Bewertung.....	43
C.8.2	Wiederholpräzision und Vergleichpräzision	43
C.9	Qualitätssicherung und -lenkung.....	44
C.9.1	Wiederfindung der Standard-Aufstockung	44
C.9.2	Interne Kontrollproben und Blindproben	44
C.9.3	Nachweisgrenzen (LOD) und Bestimmungsgrenzen (LOQ).....	45
C.10	Prüfbericht.....	45
Anhang D (informativ)	Beispiele von Chromatogrammen bei vorgeschlagenen Bedingungen	46
D.1	GC-MS-Methode	46
D.2	IAMS-Methode	48
D.3	HPLC-UV-Methode	52
Anhang E (informativ)	Beispiel für eine Anwendungsmöglichkeit von IAMS-, HPLC- und GC-MS-Prüfverfahren	54
Anhang F (informativ)	Ergebnisse des internationalen Ringversuchs 4B (IIS4B).....	55
Literaturhinweise		58
Anhang ZA (normativ)	Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen	59
Bilder		
Bild A.1	– Massenspektren von DecaBB und TBBA, die im Scan-Modus und im Profil-Modus erhalten wurden.....	33
Bild A.2	– Identifizierung von Tetra- und PentaBDE anhand des Isotopenmusters.....	33
Bild B.1	– Schematische Darstellung eines IAMS-Messgeräts.....	37
Bild D.1	– Totalionenchromatogramm vom PBDE-Gemisch, BDE-1 bis BDE-206 (5 µg/ml), BDE-209 (50 µg/ml)	47
Bild D.2	– Totalionenchromatogramm vom PBB-Gemisch (3,5 µg/ml).....	47
Bild D.3	– Totalionenchromatogramm von kombinierten PBB- und PBDE-Gemischen (BDE-1 bis BDE-206 – 5 µg/ml, BDE-209 – 50 µg/ml, PBB – 3,5 µg/ml)	48
Bild D.4	– Massenspektrum jedes PBDE-Kongeners mit IAMS-1 (TriBDE bis HexaBDE).....	49
Bild D.5	– Massenspektrum jedes PBDE-Kongeners mit IAMS-2 (HeptaBDE bis DecaBDE)	49
Bild D.6	– Massenspektren von technischem OctaBDE(a) als Gemisch.....	50
Bild D.7	– Temperaturprogrammierte Chromatographie eines jeden PBDE-Kongeners in der quantitativen Analyse des Referenzmaterials (ERM EC-590)	51
Bild D.8	– Chromatogramm und UV-Spektrum von DecaBDE	52

Bild D.9 – Chromatogramm und UV-Spektrum von DecaBB	52
Bild D.10 – Chromatogramm und UV-Spektrum von OctaBDE	52
Bild D.11 – Chromatogramm und UV-Spektrum von OctaBB	53
Bild E.1 – Flussdiagramm als Beispiel für eine Anwendungsmöglichkeit von IAMS-, HPLC- und GC-MS-Prüfverfahren.....	54
Tabellen	
Tabelle 1 – Matrix-Aufstocklösung.....	12
Tabelle 2 – Referenzmassen für die quantitative Bestimmung von PBBs	15
Tabelle 3 – Referenzmassen für die quantitative Bestimmung von PBDEs.....	15
Tabelle 4 – Beispielliste von handelsüblichen, für die Kalibrierung in dieser Analyse geeignet befundenen Kongeneren.....	16
Tabelle 5 – Kalibrierlösungen von PBB und PBDE	17
Tabelle 6 – IIS4B-Schwellenwert-Bewertung	21
Tabelle 7 – IIS4B-Wiederholpräzision und -Vergleichpräzision	22
Tabelle 8 – Berechnungsbeispiel.....	23
Tabelle A.1 – Bedingungen für die IAMS-Messung.....	28
Tabelle A.2 – Beispielliste von handelsüblichen Kalibrier-Referenzmaterialien, die für diese Analyse als geeignet betrachtet werden	29
Tabelle A.3 – Beispiele von PBDE-Responsefaktor-Standards (d. h. BDE-WD (Wellington), Lösung/Gemisch von polybromierten Diphenylether-Kongeneren (PBDE)).....	29
Tabelle A.4 – Kalibriersubstanzmengen.....	30
Tabelle A.5 – Responsefaktor jedes PBDE-Kongeners	32
Tabelle A.6 – IIS4B-Schwellenwert-Bewertung.....	34
Tabelle A.7 – IIS4B-Wiederholpräzision und -Vergleichpräzision	35
Tabelle C.1 – Beispielliste von handelsüblichen technischen Kalibriergemischen, die für diese Untersuchung als geeignet betrachtet werden.....	41
Tabelle C.2 – Konzentration der Standardstammlösung (mg/100 ml)	41
Tabelle C.3 – IIS4B-Schwellenwert-Bewertung.....	43
Tabelle C.4 – IIS4B-Wiederholpräzision und -Vergleichpräzision.....	44
Tabelle D.1 – PBB- und PBDE-Kongeneren im Gemisch	46
Tabelle F.1 – Statistische Daten für GC-MS	55
Tabelle F.2 – Statistische Daten für IAMS.....	56
Tabelle F.3 – Statistische Daten für HPLC-UV.....	57

Einleitung

Die weit verbreitete Nutzung elektrotechnischer Produkte hat die Aufmerksamkeit bezüglich ihrer Umweltauswirkungen verstärkt. In vielen Ländern hat dies zu gesetzlichen Regelungen geführt, die die Entsorgung, die verwendeten Substanzen sowie den Energieverbrauch elektrotechnischer Produkten betreffen.

Die Verwendung von bestimmten Stoffen (z. B. Blei (Pb), Cadmium (Cd) und polybromierte Diphenylether (PBDE)) in elektrotechnischen Produkten stellt eine Problemquelle bei der aktuellen und geplanten regionalen Gesetzgebung dar.

Der Zweck der Normenreihe **IEC 62321** ist es daher, Prüfverfahren zur Verfügung zu stellen, die es der elektrotechnischen Industrie erlauben, die Gehalte bestimmter Problemstoffe in elektrotechnischen Produkten weltweit in vergleichbarer Weise bestimmen zu können.

ACHTUNG – Personen, die diese Internationale Norm anwenden, sollten mit der normalen Laborpraxis vertraut sein. Diese Norm gibt nicht vor, alle Sicherheitsprobleme zu behandeln, die im Zusammenhang mit ihrer Anwendung, wenn überhaupt, auftreten. Es ist die Verantwortung des Anwenders, entsprechende Maßnahmen zum Arbeits- und Gesundheitsschutz sowie die Übereinstimmung mit allen geltenden nationalen Gesetzen sicherzustellen.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von IEC 62321 beschreibt eine normative und zwei informative Techniken zur Bestimmung von polybromierten Biphenylen (PBB) und polybromierten Diphenylethern (PBDE) in Polymeren elektrotechnischer Produkte.

Das Prüfverfahren mit Gaschromatographie-Massenspektrometrie-Kopplung (GC-MS) ist für die Bestimmung von mono- bis decabromierten Biphenylen (PBB) und mono- bis decabromierten Diphenylethern (PBDE) geeignet.

Die Anhänge A und C enthalten Verfahren, die Ionen-Anlagerungs-Massenspektrometrie (IAMS) nutzen, gekoppelt mit Direktprobenaufgabesystem (DIP) (en: direct injection probe), und Hochdruck-Flüssigkeitschromatographie, gekoppelt mit einem Photodiodenarray-Ultraviolett-Detektor (HPLC-PDA/UV). Diese Verfahren finden Anwendung als schnelle qualitative oder halbquantitative Methode, weisen aber Einschränkungen auf, wie zum Beispiel Interferenzen oder die Anzahl oder Art der PBBs- und PBDEs-Verbindungen innerhalb ihres Anwendungsbereiches.

Die Technik der Ionen-Anlagerungs-Massenspektrometrie (IAMS) ist beschränkt auf die Bestimmung von Decabrombiphenyl und technischen Gemischen von Decabromdiphenylether-, Octabromdiphenylether- und Pentabromdiphenylether-Flammschutzmittelverbindungen. Die Bestimmung anderer PBB und PBDE mittels dieser Methode wurde nicht bewertet.

Die Hochdruck-Flüssigkeitschromatographie ist beschränkt auf die Bestimmung von technischen Gemischen von Decabromdiphenylether-, Octabromdiphenylether-, Decabrombiphenyl- und Octabrombiphenyl-Flammschutzmittelverbindungen. Die Bestimmung anderer PBBs und PBDEs mittels dieser Methode wurde nicht bewertet.

Diese Prüfverfahren wurden für die Anwendung auf PS-HI (hochschlagfestes Polystyrol) und PC/ABS (ein Gemisch aus Polycarbonat und Acrylnitril-Butadien-Styrol) bewertet, die Gehalte einzelner PBDEs zwischen 20 mg/kg und 2 000 mg/kg und einen PBDE-Gesamtgehalt zwischen 1 300 mg/kg und 5 000 mg/kg enthalten, wie in dieser Norm einschließlich Anhang F beschrieben. Die Anwendung dieser Verfahren auf andere Polymerarten, PBB, andere PBDE-Verbindungen oder auf andere Konzentrationsbereiche als die vorstehend festgelegten, wurde nicht spezifisch bewertet.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

IEC 62321:2008, *Electrotechnical products – Determination of levels of six regulated substances (lead, mercury, cadmium, hexavalent chromium, polybrominated biphenyls, polybrominated diphenyl ethers)*

IEC 62321-1:2013, *Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 1: Introduction and overview*

IEC 62321-2:2013, *Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 2: Disassembly, disjointment and mechanical sample preparation*

3 Begriffe und Abkürzungen

3.1 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1.1

halbquantitativ

ein Maß für die Genauigkeit einer Messung, wobei die relative Messunsicherheit des Ergebnisses bei einem vorgegebenen statistischem Vertrauensniveau von 68 % typischerweise 30 % oder geringer ist

3.1.2

technisches Gemisch

handelsübliches Produkt (z. B. Flammschutzmittel), das für den industriellen Gebrauch hergestellt wird und dessen Reinheit nicht so eindeutig definiert ist, wie bei einem einzelnen hochreinen Kalibrierstandard

3.2 Abkürzungen

BDE	bromierter Diphenylether
BFR	bromiertes Flammschutzmittel
Br	Brom
CIC	Verbrennungsisenenchromatographie (en: combustion – ion chromatography)
DIP	Direktprobenaufgabesystem
GC-MS	Gaschromatographie-Massenspektrometrie
HPLC-UV	Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie mit Ultraviolett-Detektion
IAMS	Ionen-Anlagerungs-Massenspektrometrie
IS	interner Standard
MDL	Methodennachweisgrenze (Nachweisgrenze des Verfahrens)
LOD	Nachweisgrenze (en: limit of detection)
LOQ	Bestimmungsgrenze (en: limit of quantification)
PBB	polybromiertes Biphenyl
PBDE	polybromierter Diphenylether
PDA	Photodiodenarraydetektor
PS-HI (oder HIPS)	hochschlagfestes Polystyrol
PTV	Programmierte Temperaturverdampfung
QC	Qualitätslenkung (en: quality control)
SIM	Einzelionennachweis (en: single (or “selected”) ion monitoring)
XRF	Röntgenfluoreszenzspektroskopie
TICS	vorläufig identifizierte Verbindungen (en: tentatively identified compounds)
RSD	relative Standardabweichung
CCC	Kontrollstandard für die kontinuierliche Überprüfung der Kalibrierung
BSA	Bis(trimethylsilyl)acetamid
BSTFA	N,O-Bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamid
BCR 681	Bureau Communautaire de Référence
	ANMERKUNG BCR 681 enthält 7 Spurenelemente in einer Polyethylenmatrix. Der zertifizierte Wert für Br ist (98 ± 5) mg/kg.
GC	Gaschromatographie

ABS	Acrylnitril-Butadien-Styrol-Kunststoff
PDA/UV	Ultraviolett-Photodiodenarraydetektor
OFP	Octafluorpentanol
PTFE	Polytetrafluorethylen

4 Messprinzip

PBB- und PBDE-Verbindungen werden durch Soxhlet-Extraktion der Polymere und anschließende qualitativer Trennung mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS) bestimmt, qualitativ und quantitativ mittels Einzelionenmessung (SIM) (en: single (or „selected“) ion monitoring).

5 Reagenzien und Materialien

Vor der Verwendung müssen alle Chemikalien auf Verunreinigungen und Blindwerte wie folgt geprüft werden:

- Toluol (GC-Reinheitsgrad oder besser);
- Helium (Reinheit besser als 99,999 % (V/V))
- Lösung von technischem BDE-209 mit einem BDE-209-Anteil von ~ 96,9 % und BDE-206 ~ 1,5 %;
- Kalibriersubstanzen: siehe 8.4;
- Ersatz- und interne Standards:
 - Ersatzstandards zur Überwachung der Wiederfindung von Analyten nach 8.2.1 a), 8.2.3 c), 8.2.4 e), 8.5.2 und 8.5.3, z. B. DBOFB (4,4'-Dibromoctafluorbiphenyl) (n);
 - interne Standards für die Korrektur von Einspritzfehlern nach 8.2.1 b), 8.2.5 und 8.5.3, z. B. CB209 (2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-Decachlorbiphenyl).

Die Standards sind bei Anwendung eines Quadrupolmassenspektrometers brauchbar. Ein hoch auflösendes Massenspektrometer erfordert jedoch den Einsatz anderer geeigneter Standardsubstanzen mit einer dem Analyten vergleichbaren Masse und Elutionsdauer. Für massereiche PBDEs werden ¹³C-markierte NonaBDE und ¹³C-markierte DecaBDEs empfohlen.

ANMERKUNG Die vorgeschlagenen Standards eignen sich für die Messung der Konzentrationen von Mono- bis OctaBDE. Wegen deren geringen Masse und „hohen“ Flüchtigkeit sind diese Standards möglicherweise für die Messung von DecaBDE- und NonaBDE-Konzentrationen ungeeignet. Ein weitaus besserer Kalibrierstandard für diese besonderen Analysen wäre ¹³C-markiertes DecaBDE oder einer der ¹³C-markierten NonaBDEs. Einige Labore, die nach dem Prinzip Massengeschäft/niedriger Preis arbeiten, mögen diese markierten Materialien für ihren Geschäftsplan als zu teuer empfinden. Ein potenziell kostengünstiger Ersatz ist DecaBB (BB209). BB209 hat eine hohe Masse (943,1 g/mol im Vergleich zu 959,1 g/mol für DecaBDE oder 864,2 g/mol für NonaBDE) und eluiert unmittelbar vor den drei NonaBDEs an einer gewöhnlichen DB-5-Säule. Das Vorhandensein wesentlicher Mengen an DecaBB in der Probe selbst lässt sich bequem durch Beobachtung der Peakfläche dieses Standards und Vergleich mit derjenigen feststellen, die von der hinzugefügten Menge an DecaBB zu erwarten ist. Die Verwendung der vorgeschlagenen markierten Standards oder DecaBB sollte sich auf solche Analysen beschränken, bei denen die allein interessierenden Analyte DecaBDEs und/oder NonaBDEs sind. Mit einer zusätzlichen Untersuchung kann es möglich sein, andere Standards herauszufinden, die die hohe Masse haben und Schwerflüchtigkeit aufweisen, die für die quantitative Bestimmung der NonaBDEs und DecaBDEs notwendig sind.

6 Ausrüstung

Folgende Ausrüstungsgegenstände müssen bei der Analyse verwendet werden:

- Analysenwaage zum Wägen mit einer Genauigkeit von 0,000 1 g;
- Messkolben mit einem Fassungsvermögen von 1 ml, 5 ml, 10 ml, 100 ml;

- c) Soxhlet-Extraktoren:
 - 30-ml-Soxhlet-Extraktoren,
 - 100-ml-Rundkolben,
 - Schliffstopfen NS 29/32,
 - Dimroth-Kühler NS 29/32,
 - Siedesteinchen (z. B. Glasperlen oder Raschig-Ringe);
- d) Extraktionshülse (Zellulose, 30 ml, Innendurchmesser 22 mm, Höhe 80 mm);
- e) Glaswolle (für die Extraktionshülse);
- f) deaktivierter Injektor Liner (für GC-MS);
- g) Heizmantel;
- h) Trichter;
- i) Aluminiumfolie;
ANMERKUNG Es können auch braune oder kohlegelebe Glasgefäße verwendet werden, wie in den Ausführungen zur Durchführung angegeben.
- j) Mikroliter-Spritze oder automatische Pipette;
- k) Pasteur-Pipette;
- l) 1,5-ml-Probenfläschchen mit 100- μ l-Einsatz aus Glas und Schraubverschluss mit einer Dichtung aus Polytetrafluorethylen (PTFE) oder, in Abhängigkeit vom Analysensystem, ein vergleichbares Probengefäß. Entsprechend den Angaben im Text zur Durchführung müssen Braun- oder Kohlegelebgasgefäße verwendet werden.
- m) Probenschüttler (Minishaker) (auch bekannt als Vortexer oder Vortex-Mischer).
- n) Für die Analyse wird ein Gaschromatograph mit einer Kapillarsäule verwendet, der mit einem massenspektrometrischen Detektor (Elektronenstoßionisierung, EI) gekoppelt ist. Der massenspektrometrische Detektor muss in der Lage sein, einen Einzelionennachweis durchzuführen, und muss über einen oberen Massenbereich von mindestens 1 000 m/z verfügen. Dieser hohe Massenbereich wird benötigt, um DecaBDE und NonaBDE eindeutig identifizieren zu können. In Bezug auf die Vergleichpräzision wird ausdrücklich die Anwendung eines automatischen Probengebers empfohlen.
- o) Eine Säulenlänge von etwa 15 m sorgt für eine hinreichende Trennleistung bei PBB- und PBDE-Verbindungen (bezüglich eines Beispiels für eine geeignete Säule siehe 8.3 a)).
- p) 0,45- μ m-PTFE-Filtermembran.

7 Probenahme

Sofern nicht anderweitig angegeben (z. B. „... mit einer Kneifzange“), erfolgt die Probenahme wie in IEC 62321-2 beschrieben, wobei das Kryomahlen unter Kühlung mit flüssigem Stickstoff empfohlen wird. Die Proben müssen vor der Extraktion auf eine Korngröße von 500 μ m gemahlen werden.

8 Durchführung

8.1 Allgemeine Anweisungen zur Analyse

Die folgenden allgemeinen Anweisungen sind zu befolgen:

- a) Um Blindwerte zu verringern, ist die Reinheit sämtlicher Glasgeräte (mit Ausnahme der Messkolben) sicherzustellen, und die Glaswolle (siehe Abschnitt 6 e)) ist für mindestens 30 min bei 450 °C zu deaktivieren. Um während der Extraktion und Analyse den Zerfall und/oder eine Debromierung von PBDE durch UV-Licht zu vermeiden, müssen Glasgeräte aus Braun- oder Kohlegelebglass verwendet werden.

ANMERKUNG Wenn kein Braun- oder Kohlegelebglass zur Verfügung steht, kann Aluminiumfolie als Lichtschutz verwendet werden.

- b) Wenn die in der Probe enthaltene Menge an Brom (bestimmt durch XRF, CIC oder andere Methoden) beträchtlich über dem 0,1-%-Bereich liegt, ist es notwendig, die Analyse mit einer vorgegebenen Probenmenge vorzunehmen oder die Analyse mit einem Extrakt zu wiederholen, der vor Zugabe des internen Standards entsprechend verdünnt wurde.

8.2 Probenvorbereitung

8.2.1 Stammlösungen

Die folgenden Stammlösungen müssen hergestellt werden:

- Ersatzstandard (zur Überwachung der Wiederfindung des Analyten): 50 µg/ml in Toluol (z. B. DBOFB);
- interner Standard (für die Korrektur von Einspritzfehlern): 10 µg/ml in Toluol (z. B. CB209);
- Lösung von polybromiertem Biphenyl (PBB-Lösung): 50 µg/ml in einem organischen Lösemittel;
- Lösung von polybromiertem Diphenylether (PBDE-Lösung): 50 µg/ml in einem organischen Lösemittel; alle bromierten Spezies des mono- bis decabromierten Biphenyls (PBB) und mono- bis decabromierten Diphenylethers (PBDE) müssen in den PBB- und PBDE-Stammlösungen enthalten sein (siehe 8.4). Andere Stammlösungskonzentrationen können unter der Voraussetzung verwendet werden, dass die in 8.5.3 angegebenen Standardlösungskonzentrationen erreicht werden.
- Matrix-Aufstocklösung mit insgesamt vier kongenere (artverwandten) Kalibrierstandards in Toluol wie in Tabelle 1 angegeben. Die Zugabe von 1 ml einer Matrix-Aufstocklösung, die jedes der vier Kongenere in einer Konzentration von 10 µg/ml enthält, eignet sich für die Zuführung der geforderten 10 µg (siehe 11.2 b)) in der Matrixaufstockprobe.

Tabelle 1 – Matrix-Aufstocklösung

Grad der Bromierung	Anzahl der PBDE-Kongenere	Anzahl der PBB-Kongenere
Mono- bis Penta-	1	1
Hexa- bis Deca-	1	1

8.2.2 Vorextraktion der Soxhlet-Extraktoren

Zur Reinigung der Soxhlet-Extraktoren (siehe Abschnitt 6 c)) ist mit 70 ml Toluol eine zweistündige Vorextraktion vorzunehmen. Das zum Waschen verwendete Lösemittel ist zu verwerfen.

8.2.3 Probenextraktion

Für die Probenextraktion müssen folgende Verfahrensschritte eingehalten werden:

- Etwa (100 ± 10) mg der Probe sind über einen Trichter (siehe Abschnitt 6 h)) quantitativ in die Extraktionshülse (siehe Abschnitt 6 d)) zu überführen. Um die quantitative Überführung sicherzustellen, wird der Trichter mit etwa 10 ml des als Extraktionslösemittel verwendeten Toluols gespült. Die Probenmasse ist auf 0,1 mg aufzuzeichnen.
- 200 µl des Ersatzstandards (siehe 8.2.1 a)) (50 µg/ml) sind hinzuzufügen (nach 8.2.1).
- Um das Aufschwimmen der Probe zu verhindern, wird die Extraktionshülse mit Glaswolle (siehe Abschnitt 6 e)) verschlossen. Etwa 60 ml Lösemittel werden in den 100-ml-Rundkolben gegeben, worauf die Einrichtung zum Ausschluss von Licht mit Aluminiumfolie abgedeckt und die Probe für mindestens 2 h in Zyklen von jeweils 2 min bis 3 min extrahiert wird. Kürzere Extraktionszeiten können besonders bei den PBDEs mit höheren Molekularmassen zu geringeren Ausbeuten des Analyten führen.
- Der Extrakt wird in einen 100-ml-Messkolben überführt und der Rundkolben mit etwa 5 ml Lösemittel gespült.

ANMERKUNG Wenn die Lösung infolge der Matrix eine Trübung aufweist, lässt sich diese durch Hinzufügen von 1 ml Methanol verringern. Der Unterschied zwischen der Dichte von Methanol und Toluol kann in diesem Fall bei der Berechnung vernachlässigt werden.

- e) Der Messkolben wird mit 100 ml Lösemittel aufgefüllt. Bei einer löslichen Polymerprobe darf das in 8.2.4 beschriebene alternative Extraktionsverfahren angewendet werden.

8.2.4 Alternative Extraktionsverfahren für lösliche Polymere

Bei einer löslichen Polymerprobe, insbesondere PS-HI (oder HIPS), darf das folgende alternative Extraktionsverfahren angewendet werden:

- a) 100 mg Probe sind auf $\pm 0,1$ mg in ein Probenfläschchen aus Braun- oder Kohlegeblglas (siehe Abschnitt 6 I)) (Volumen mindestens 20 ml) einzuwägen.

ANMERKUNG 1 Bei Proben mit möglicherweise sehr niedrigen oder sehr hohen PBB- und/oder PBDE-Konzentrationen können auch andere Probenmengen verwendet werden.

- b) 9,8 ml eines geeigneten Lösemittels sind in das Probenfläschchen zu überführen und die Masse des Gemischs ist aufzuzeichnen.

ANMERKUNG 2 Das Lösemittelvolumen kann für Proben mit möglicherweise sehr niedrigen oder sehr hohen PBB- und/oder PBDE-Konzentrationen auch dementsprechend angepasst werden.

- c) Zu der im Probenfläschchen befindlichen Lösung sind 200 μ l des Ersatzstandards (siehe 8.2.1 a)) (50 μ g/ml) hinzuzufügen und die neue Masse ist aufzuzeichnen. Die Gesamtmasse von Probe, Lösemittel, Fläschchen und Verschluss ist aufzuzeichnen.

- d) Das Probenfläschchen ist fest zu verschließen. Es ist in ein Ultraschallbad einzusetzen und für 30 min zu beschallen, bis sich die Probe gelöst hat. Um zu verhindern, dass sich der Verschlussdeckel durch Vibrationen löst, darf ein kleines Stück Klebeband benutzt werden. Nachdem sich die Probe gelöst hat, das Fläschchen abkühlen lassen und die Masse aufzeichnen. Zu verifizieren ist, ob die Masse noch dieselbe ist wie oben unter Schritt c) aufgezeichnet.

- e) 1,0 ml der Lösung ist in ein neues braunes oder kohlegebtes Probenfläschchen (Volumen mindestens 12 ml) zu überführen und das Aliquot ist auf $\pm 0,1$ mg zu wägen.

- f) Für das Polymer ist ein inaktives Lösemittel (Fällmittel) auszuwählen, das ein gutes Lösemittel für PBB/PBDE ist. 9,0 ml dieses Fällmittels sind in das Fläschchen zu überführen und die Masse des Fläschchens nebst Inhalt ist auf $\pm 0,1$ mg aufzuzeichnen.

- g) Das Polymer ist absetzen zu lassen oder das Gemisch ist durch eine PTFE-Membran mit 0,45 μ m Porenweite zu filtrieren. Andernfalls ist ein aliquoter Anteil der Lösung von 1,0 ml in einen 10-ml-Messkolben zu überführen und das Aliquot auf $\pm 0,1$ mg zu wägen. Das Volumen ist bis zur Marke mit frischem Lösemittel aufzufüllen, gut zu durchmischen und die Endmasse ist aufzuzeichnen.

ANMERKUNG 3 Z. B. ist eine HIPS-Probe in Toluol zu lösen und dann ein 1,0-ml-Aliquotl der Lösung mit 9,0 ml Isooctan zu verdünnen.

- h) Wenn der Schritt der Polymerfällung befolgt wurde, ist eine 10%ige Lösung des Lösemittels in dem Fällmittel herzustellen und ein kalibrierter Messkolben zu verwenden, um die Dichte des Gemischs zu bestimmen. Diese Dichte ist bei späteren Berechnungen einzusetzen.

- i) Nach dem gleichen Verfahren ist eine Blindextraktion und -verdünnung herzustellen.

- j) Die in 8.2.5, 8.3, 8.4 und 8.5 beschriebenen Analysenverfahren und Geräteparameter sind einzuhalten. Die PBB- oder PBDE-Konzentration in der Probe ist nach Abschnitt 9 zu berechnen.

8.2.5 Zugabe des internen Standards (IS)

Von jeder zu analysierenden Probe und jedem Standard ist ein aliquoter Anteil von 1 ml vorzubereiten und in ein 1-ml-Probenfläschchen zu überführen. 20 μ l der Lösung des internen Standards (8.2.1 b)) sind in das Probenfläschchen zu überführen und dieses ist zu verschließen. Das Fläschchen ist zum Durchmischen des Inhalts zweimal umzudrehen.

1 μ l der Probenlösung ist in das GC-MS-Gerät einzuspritzen und unter Anwendung der in 8.3 beschriebenen Parameter zu analysieren.

8.3 Geräteparameter

Für die Optimierung eines bestimmten GC-MS-Systems können unterschiedliche Bedingungen notwendig sein, um eine wirksame Trennung aller bei der Kalibrierung verwendeten Kongenere zu erreichen und die Anforderungen bezüglich QC und Nachweisgrenzen (LOD) einzuhalten. Die folgenden Parameter wurden als geeignet befunden und sind als Beispiel angegeben:

- a) GC-Säule: unpolar (Phenyl-Arylen-Polymer äquivalent zu 5 %-igem Phenylmethylpolysiloxan), Länge 15 m, Innendurchmesser 0,25 mm, Filmdicke 0,1 µm. Für die beim Verfahren festgelegten GC-Bedingungen ist eine Hochtemperatursäule (Maximum = 400 °C) zu verwenden.
- b) Es können PTV-, Cool-On-Column-, Split-/splitlose Injektoren oder vergleichbare Einspritzsysteme verwendet werden. Die folgenden Parameter werden empfohlen/sind optional:

- 1) PTV-Programm: 50 °C bis 90 °C (0 min) bei 300 °C/min bis 350 °C (15 min), Modus: splitlos, Spüldauer 1 min, Spülgasdurchflussmenge 50 ml/min.

ANMERKUNG 1 Die Anfangstemperatur muss von der Bedienperson in Abhängigkeit vom Siedepunkt des verwendeten Lösemittels eingestellt werden.

Die Anwendung eines On-Column-Injektors kann auch als ein weiteres Mittel zur Probeneinführung vorgeschlagen werden. Das kann insbesondere hinsichtlich der Empfindlichkeit von schwereren Kongeneren wie OctaBDE und NonaBDE von Vorteil sein. Auf Grund der Empfindlichkeit gegenüber Matrixeffekten ist jedoch Vorsicht geboten.

- 2) Programm bei Split-/splitloser Injektion: 280 °C, 1,0 µl splitlos, 0,5 min splitlos, Gesamtdurchfluss = 54,2 ml/min bei 0,5 min.

- c) Verdampferrohr (Injektor Liner): (kegelförmiges) 4-mm-Glasrohr mit Kegelschliff, einem Boden und mit Glaswolle (deaktiviert) am Boden.

ANMERKUNG 2 Die zusätzliche Deaktivierung eines käuflich erworbenen Injektor Liners kann vorgenommen werden. Das ist besonders wichtig, wenn sich die Anforderungen an die Qualitätslenkung „PR-206“ in 11.3 nicht erreichen lassen. Ein Beispiel eines chemischen Deaktivierungsverfahrens besteht darin: Ein käuflich erworbener, werkseitig deaktivierter Injektor Liner (Split-/splitlos Single-Taper mit Glaswolle am Boden) ist für 15 min in 5 %-iges Dimethyldichlorsilan (DMDCS) in Dichlormethan oder Toluol einzutauchen. Er ist dann mit einer Pinzette aufzunehmen, ablaufen bzw. abtropfen zu lassen und dreimal in das DMDCS einzutauchen, um sicherzustellen, dass die Glaswolle gründlich benetzt und gespült wurde. Dann den Injektor Liner nochmals ablaufen lassen und die restliche Lösung auf einem sauberen Wischer abstreifen. Den Injektor Liner für 10 min bis 15 min in Methanol eintauchen und erneut dreimal ablaufen lassen/eintauchen. Anschließend innen und außen mit Methanol aus einer Spritzflasche (Quetschflasche) abspülen, dann nochmals mit Dichlormethan aus einer Spritzflasche abspülen. Anschließend ist der Injektor Liner in einem mit Stickstoff gespülten Vakuum-Wärmeschrank unterzubringen und für mindestens 15 min bei 110 °C zu trocknen. Unmittelbar nach dem Trocknen ist er gebrauchsfertig.

- d) Trägergas: Helium (siehe [Abschnitt 5 b](#)), 1,0 ml/min, konstanter Durchfluss.
- e) Wärmeschrank: 110 °C für 2 min, mit einem Anstieg von 40 °C/min auf 200 °C, mit einem Anstieg von 10 °C/min auf 260 °C, mit einem Anstieg von 20 °C/min auf 340 °C für 2 min.
- f) Übertragungsleitung: 300 °C, direkt.
- g) Temperatur der Ionenquelle: 230 °C.
- h) Ionisierungsverfahren: Elektronenstoßionisierung (EI), 70 eV.
- i) Verweilzeit: 80 ms.

ANMERKUNG 3 Um die geforderte Datenqualität bei einem PBB- oder PBDE-Peak zu erreichen, können je Sekunde drei bis vier Abtastungen (Scans) der für die quantitative Bestimmung ausgewählten Ionen erforderlich sein. Daraus ergibt sich die entsprechende Verweilzeit für jedes zu überwachende Ion (m/z). Die Abtastgeschwindigkeit wird in einer Verweilzeit von 80 ms je Ion resultieren. Es ist zu beachten, dass einige Computerprogramme die Verweilzeit standardmäßig als eine Funktion der Abtastgeschwindigkeit (Scanrate) darstellen. Die Analyse von PBBs und PBDEs erfolgt im SIM-Modus (Einzelionennachweis-Modus) mit den in den [Tabellen 2](#) und [3](#) angegebenen Massespuren (für die quantitative Bestimmung wurden die fett gedruckten Werte der Massespuren herangezogen). Diese wurden als geeignet befunden und sind als Beispiele angegeben.

Tabelle 2 – Referenzmassen für die quantitative Bestimmung von PBBs

PBB-Typ	Im Extrakt überwachte Ionen (<i>m/z</i>)		
Mono	231,9^a	233,9	
Di	309,8	311,8	<u>313,8^b</u>
Tri	387,8	389,8	<u>391,8</u>
Tetra	307,8	309,8	<u>467,7</u>
Penta	385,7	387,7	<u>545,6</u>
Hexa	465,6	467,6	<u>627,5</u>
Hepta	543,6	545,6	<u>705,4</u>
Octa	623,5	625,5	<u>627,5</u>
Nona	701,4	703,4	<u>705,4</u> (863,4) ^c
Deca	781,3	783,3	<u>785,3</u> (943,1; 215,8; 382,6; 384,5)
^a Fett: Ionen für die quantitative Bestimmung. ^b Unterstrichen: Ionen für die Identifizierung. ^c Klammern (): wahlfreie Ionen.			

Tabelle 3 – Referenzmassen für die quantitative Bestimmung von PBDEs

PBDE-Typ	Im Extrakt überwachte Ionen (<i>m/z</i>)		
Mono	247,9^a	249,9	
Di	325,8	327,8	<u>329,8^b</u>
Tri	403,8	405,8	<u>407,8</u>
Tetra	323,8	325,8	<u>483,7</u>
Penta	401,7	403,7	<u>561,6</u>
Hexa	481,6	483,6	<u>643,5</u>
Hepta	559,6	561,6	<u>721,4</u>
Octa	639,5	641,5	<u>643,5</u> (801,3) ^c
Nona	717,4	719,4	<u>721,4</u> (879,2)
Deca	797,3	799,3	<u>959,1</u>
^a Fett: Ionen für die quantitative Bestimmung. ^b Unterstrichen: Ionen für die Identifizierung. ^c Klammern (): wahlfreie Ionen.			

Bei jeder Probe wird auch die Durchführung eines MS-Verfahrens mit einem Gesamtionenstrom (Full-Scan-Massenspektrometrie-Detektion) zur Überprüfung des Vorhandenseins von Peaks/Kongeneren empfohlen, die bei der Kalibrierung (vorläufig identifizierte Verbindungen oder „TICS“) nicht vorhanden oder im SIM-Fenster nicht zu sehen sind. Sind sie vorhanden, ist der Peak zu identifizieren und die Verbindungsklasse durch Bewertung der Gesamtionenspektren (z. B. Octabrombiphenyl-, Pentabromdiphenylether usw.) zu bestimmen.

8.4 Kalibriersubstanzen

Sämtliche bromierte Spezies von mono- bis decabromiertem Biphenyl (PBB) und von mono- bis decabromiertem Diphenylether (PBDE) sind in die Kalibrierung einzubeziehen. Die Verfügbarkeit von Kongener-Standards für bestimmte PBB oder PBDE (z. B. PentaBDE) unterscheidet sich möglicherweise von Region zu Region. Im Folgenden ist eine Beispielliste von handelsüblichen Kongeneren für die Kalibrierung aufgeführt, die für diese Analyse als geeignet befunden wurden.

Tabelle 4 – Beispielliste von handelsüblichen, für die Kalibrierung in dieser Analyse geeignet befundenen Kongeneren

PBB ^a	Name der Verbindung
BB-003	4-Brombiphenyl
BB-015	4,4'-Dibrombiphenyl
BB-029	2,4,5-Tribrombiphenyl
BB-049	2,2',4,5'-Tetrabrombiphenyl
BB-077	3,3',4,4'-Tetrabrombiphenyl
BB-103	2,2',4,5',6-Pentabrombiphenyl
BB-153	2,2',4,4',5,5'-Hexabrombiphenyl
BB-169	3,3',4,4',5,5'-Hexabrombiphenyl
FR-250	Technisches Gemisch aus Nonabrombiphenyl, Octabrombiphenyl (80 %) und Heptabrombiphenyl
BB-209	Decabrombiphenyl
PBDE ^a	Name der Verbindung
BDE-003	4-Bromdiphenylether
BDE-015	4,4'-Dibromdiphenylether
BDE-033	2',3,4-Tribromdiphenylether
BDE-028	2,4,4'-Tribromdiphenylether
BDE-047	2,2',4,4'-Tetrabromdiphenylether
BDE-099	2,2',4,4',5-Pentabromdiphenylether
BDE-100	2,2',4,4',6-Pentabromdiphenylether
BDE-153	2,2',4,4',5,5'-Hexabromdiphenylether
BDE-154	2,2',4,4',5,6'-Hexabromdiphenylether
BDE-183	2,2',3,4,4',5',6-Heptabromdiphenylether
BDE-203	2,2',3,4,4',5,5',6-Octabromdiphenylether
BDE-206	2,2',3,3',4,4',5,5',6-Nonabromdiphenylether
BDE-209	Decabromdiphenylether
^a Für die PBBs und PBDEs wurden die Nummern der Klassifizierung von Ballschmiter und Zell verwendet.	