

DIN ISO 16000-14



Diese Norm ist Bestandteil des VDI/DIN-Handbuches Reinhaltung der Luft, Band 5.

ICS 13.040.20

Einsprüche bis 2007-11-30

Entwurf

Innenraumluftverunreinigungen –**Teil 14: Bestimmung der Summe gasförmiger und partikelgebundener polychlorierter dioxin-ähnlicher Biphenyle (PCB) und polychlorierter Dibenzo-p-dioxine/Dibenzofurane (PCDD/PCDF) –****Extraktion, Reinigung und Analyse mit hochauflösender Gaschromatographie/Massenspektrometrie (ISO/DIS 16000-14:2007)**

Indoor air –

Part 14: Determination of total (gas and particle-phase) polychlorinated dioxin-like biphenyls (PCBs) and polychlorinated dibenzo-p-dioxins/dibenzofurans (PCDDs/PCDFs) – Extraction, clean-up and analysis by high-resolution gas chromatography/mass spectrometry (ISO/DIS 16000-14:2007)

Air intérieur –

Partie 14: Détermination des polychlorobiphényles (PCB) de type dioxine et des polychlorodibenzo-p-dioxines (PCDD)/polychlorodibenzofuranes (PCDF) totaux (en phase gazeuse et en phase particulaire) –

Extraction, nettoyage et analyse par chromatographie en phase gazeuse haute résolution/spectrométrie de masse (ISO/DIS 16000-14)

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an krdl@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an die Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN - Normenausschuss, 40002 Düsseldorf, Postfach 10 11 39 (Hausanschrift: Robert-Stolz-Str. 5, 40470 Düsseldorf).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevante Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 64 Seiten

Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN - Normenausschuss



Nationales Vorwort

ISO/DIS 16000-14 wurde vom Unterkomitee SC 6 „Innenraumlufte“ in der Arbeitsgruppe 9 „Bestimmung von Dioxinen und PCB“ des Technischen Komitees ISO/TC 146 „Luftbeschaffenheit“ erarbeitet. An der Erstellung dieser Norm war der Fachbereich IV „Umweltmesstechnik“ der Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN – Normenausschuss maßgeblich beteiligt.

Die in dem vorliegenden Norm-Entwurf beschriebene Extraktion, Reinigung und Analyse basiert auf der VDI 2464 Blatt 2 sowie der VDI 3498 Blätter 1 und 2, die ursprünglich zum Teil für den Immissionsbereich erarbeitet wurden.

Allgemeine und stoffspezifische Aspekte für die Messplanung, die vor oder während der Messung beachtet werden sollten, sowie Messverfahren für einzelne Stoffe bzw. Stoffgruppen und Mikroorganismen in der Innenraumlufte sind in den einzelnen Teilen der ISO 16000 beschrieben.

Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 16000-12 siehe DIN EN ISO 16000-12

ISO 16000-13 siehe DIN ISO 16000-13

ISO 9169 siehe DIN EN ISO 9169

Nationale Technische Regelsetzung zum Innenraumluftebereich

Messplanerische Aspekte von Innenraumluftemessungen für einzelne Stoffe bzw. Stoffgruppen sind in einzelnen Blättern der Richtlinie VDI 4300 (siehe auch Nationaler Anhang NA) behandelt. Zum Teil dienen sie als alleinige Basisdokumente für die Erstellung einzelner Teile der ISO 16000 (z. B. bei der ISO 16000-1, ISO 16000-2, ISO 16000-5, ISO 16000-12 und ISO 16000-15). Die Messtechniken (Probenahme und Analysentechnik) zur Bestimmung der jeweiligen Stoffe bzw. Stoffgruppen in der Innenraumlufte werden in den Blättern der Richtlinie VDI 4301 dargestellt. Messverfahren, die sowohl im Innenraumlufte- als auch im Immissionsbereich eingesetzt werden können, sind in weiteren VDI-Richtlinien beschrieben.

Damit stehen folgende Technische Regeln für Messungen im Innenraum zur Verfügung:

DIN ISO 16000 bzw. DIN EN ISO 16000: ISO-Normen, die als nationale Normen übernommen,

VDI 4300 und VDI 4301: Richtlinien, die im nationalen Bereich erarbeitet wurden.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 9169, *Luftbeschaffenheit — Definition und Ermittlung von Verfahrenskenngrößen einer automatischen Messeinrichtung*

DIN ISO 12884, *Außenluft — Bestimmung der Summe gasförmiger und partikelgebundener polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe — Probenahme auf Filtern mit nachgeschalteten Sorbenzien und anschließender gaschromatographischer/massenspektrometrischer Analyse*

DIN V ENV 13005, *Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen*

DIN EN 14412, *Innenraumlufthqualität — Passivsammler zur Bestimmung der Konzentrationen von Gasen und Dämpfen — Anleitung zur Auswahl, Anwendung und Handhabung*

DIN EN ISO 16000-1, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 1: Allgemeine Aspekte der Probenahmestrategie*

DIN EN ISO 16000-2, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 2: Probenahmestrategie für Formaldehyd*

DIN ISO 16000-3, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 3: Messen von Formaldehyd und anderen Carbonylverbindungen — Probenahme mit einer Pumpe*

DIN ISO 16000-4, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 4: Bestimmung von Formaldehyd — Probenahme mit Passivsammlern*

DIN EN ISO 16000-5, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 5: Probenahmestrategie für flüchtige organische Verbindungen (VOCs)*

DIN ISO 16000-6, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 6: Bestimmung von VOC in der Innenraumlufth und in Prüfkammern — Probenahme auf Tenax TA[®], thermische Desorption und Gaschromatographie mit MS/FID*

DIN EN ISO 16000-7, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 7: Probenahmestrategie für die Bestimmung luftgetragener Asbestfaserkonzentrationen*

DIN ISO 16000-8, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 8: Bestimmung des lokalen Alters der Luft in einem Gebäude zur Charakterisierung der Lüftungsbedingungen*

DIN EN ISO 16000-9, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 9: Bestimmung der Emission von flüchtigen organischen Verbindungen aus Bauprodukten und Einrichtungsgegenständen — Emissionsprüfkammer-Verfahren*

DIN EN ISO 16000-10, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 10: Bestimmung der Emission von flüchtigen organischen Verbindungen aus Bauprodukten und Einrichtungsgegenständen — Emissionsprüfzellen-Verfahren*

DIN EN ISO 16000-11, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 11: Bestimmung der Emission von flüchtigen organischen Verbindungen aus Bauprodukten und Einrichtungsgegenständen — Verfahren zur Probenahme, Lagerung der Proben und Vorbereitung der Prüfstücke*

E DIN EN ISO 16000-12, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 12: Probenahmestrategie für polychlorierte Biphenyle (PCB), polychlorierte Dibenzo-p-dioxine (PCDD), polychlorierte Dibenzofurane (PCDF) und polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAH)*

E DIN ISO 16000-13, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 13: Bestimmung der Summe gasförmiger und partikelgebundener dioxinähnlicher Biphenyle (PCB) und polychlorierter Dibenzo-p-dioxine/Dibenzofurane (PCDD/PCDF) — Probenahme auf Filtern mit nachgeschalteten Sorbenzien*

E DIN ISO 16000-14, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 14: Bestimmung der Summe gasförmiger und partikelgebundener dioxinähnlicher Biphenyle (PCB) und polychlorierter Dibenzo-p-dioxine/Dibenzofurane (PCDD/PCDF) — Extraktion, Reinigung und Analyse mit hochauflösender Gaschromatographie/Massenspektrometrie (in Vorbereitung)*

E DIN EN ISO 16000-15, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 15: Probenahmestrategie für Stickstoffdioxid (NO₂)*

E DIN ISO 16000-16, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 16: Nachweis und Auszählung von Schimmelpilzen — Probenahme durch Filtration*

E DIN ISO 16000-17, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 17: Nachweis und Auszählung von Schimmelpilzen — Kultivierungsverfahren*

E DIN ISO 16000-18, *Innenraumlufthverunreinigungen — Teil 18: Nachweis und Auszählung von Schimmelpilzen — Probenahme durch Impaktion*

DIN EN ISO 16017-1, *Innenraumlufth, Außenlufth und Lufth am Arbeitsplatz — Probenahme und Analyse flüchtiger organischer Verbindungen durch Sorptionsröhrchen/thermische Desorption/Kapillar-Gaschromatographie — Teil 1: Probenahme mit einer Pumpe*

DIN EN ISO 16017-2, *Innenraumlufth, Außenlufth und Lufth am Arbeitsplatz — Probenahme und Analyse flüchtiger organischer Verbindungen durch Sorptionsröhrchen/thermische Desorption/Kapillar-Gaschromatographie — Teil 2: Probenahme mit Passivsammlern*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

VDI 2464 Blatt 2, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumlufth — Messen von polychlorierten Biphenylen (PCB); HR-GC/HR-MS-Verfahren für coplanare PCB*

VDI 3484 Blatt 1, *Messen von gasförmigen Immissionen — Messen von Innenraumlufthverunreinigungen — Messen von Prüfgasen; Bestimmung der Formaldehydkonzentration nach dem Sulfit-Pararosanilin-Verfahren*

VDI 3484 Blatt 2, *Messen von gasförmigen Immissionen — Messen von Innenraumlufthverunreinigungen — Bestimmung der Formaldehydkonzentration nach der Acetylaceton-Methode*

VDI 3498 Blatt 1, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumlufth — Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen und Dibenzofuranen; Verfahren mit großem Filter*

VDI 3498 Blatt 2, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumlufth — Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen und Dibenzofuranen; Verfahren mit kleinem Filter*

VDI 4300 Blatt 1, *Messen von Innenraumlufthverunreinigungen — Allgemeine Aspekte der Messstrategie*

VDI 4300 Blatt 2, *Messen von Innenraumlufthverunreinigungen — Messstrategie für polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAH), polychlorierte Dibenzo-p-dioxine (PCDD), polychlorierte Dibenzofurane (PCDF) und polychlorierte Biphenyle (PCB)*

VDI 4300 Blatt 4, *Messen von Innenraumlufthverunreinigungen — Messstrategie für Pentachlorphenol (PCP) und γ -Hexachlorcyclohexan (Lindan) in der Innenraumlufth*

VDI 4300 Blatt 5, *Messen von Innenraumlufthverunreinigungen — Messstrategie für Stickstoffdioxid (NO₂)*

VDI 4300 Blatt 6, Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messstrategie für flüchtige organische Verbindungen (VOC)

VDI 4300 Blatt 7, Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Bestimmung der Luftwechselzahl in Innenräumen

VDI 4300 Blatt 8, Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Probenahme von Hausstaub

VDI 4300 Blatt 9, Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messstrategie für Kohlendioxid (CO₂)

VDI 4300 Blatt 10, Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messstrategie für Schimmelpilze

VDI 4301 Blatt 1, Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen der Stickstoffdioxidkonzentration — Manuelles photometrisches Verfahren (Saltzman)

VDI 4301 Blatt 2, Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen von Pentachlorphenol (PCP) und γ -Hexachlorcyclohexan (Lindan) — GC/MS-Verfahren

VDI 4301 Blatt 3, Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen von Pentachlorphenol (PCP) und γ -Hexachlorcyclohexan (Lindan) — GC/ECD-Verfahren

VDI 4301 Blatt 4, Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen von Pyrethroiden und Piperonyl-butoxid in Luft, Hausstaub und Lösemittel-Wischproben

E VDI 4301 Blatt 5, Messen von Innenraumluchtverunreinigungen — Messen von Flammenschutzmitteln und Weichmachern auf Basis phosphororganischer Verbindungen — Phosphorsäureester

— Leerseite —

Innenraumluchtverunreinigungen — Teil 14: Bestimmung der Summe gasförmiger und partikelgebundener polychlorierter dioxin-ähnlicher Biphenyle (PCB) und polychlorierter Dibenzo-p-dioxine/Dibenzofurane (PCDD/PCDF) - Extraktion, Reinigung und Analyse mit hochauflösender Gaschromatographie/Massenspektrometrie (ISO/DIS 16000-14:2007)

Indoor air — Part 14: Determination of total (gas and particle-phase) polychlorinated dioxin-like biphenyls (PCBs) and polychlorinated dibenzo-p-dioxins/dibenzofurans (PCDDs/PCDFs) - Extraction, clean-up and analysis by high-resolution gas chromatography/mass spectrometry (ISO/DIS 16000-14:2007)

Air intérieur — Partie 14: Détermination des polychlorobiphényles (PCB) de type dioxine et des polychlorodibenzo-p-dioxines (PCDD)/polychlorodibenzofuranes (PCDF) totaux (en phase gazeuse et en phase particulaire) - Extraction, nettoyage et analyse par chromatographie en phase gazeuse haute résolution/spectrométrie de masse (ISO/DIS 16000-14:2007)

Vorgesehen als Ersatz für
DIN 9999-9:YYYY-MM

Dokument-Typ: Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: Entwurf
Dokumentsprache: D

Inhaltsverzeichnis

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Hinweise.....	6
3 Begriffe und Abkürzungen.....	6
4 Kurzbeschreibung	9
5 Geräte und Materialien	10
6 Analyse	14
7 Mindestanforderungen an die Extraktion und Reinigung	20
8 Identifizierung und Quantifizierung	21
9 Qualitätsbewertungskriterien für die Verfahrensblindwerte	27
10 Wiederfindungsrate	28
11 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	30
12 Sicherheitsmaßnahmen	30
13 Verfahrenskenngrößen	31
14 Störungen	33
Anhang A (informativ) Struktur, Toxizität und Berechnung der Toxizitätsäquivalente	35
Anhang B (informativ) Beispiel für die Reinigung der PCB/PCDD/PCDF und die Trennung der PCB von den PCDD/PCDF	39
Anhang C (informativ) GC/MS-Analyse	42
Anhang D (informativ) Massen der Ionen für PCDD/PCDF und PCB	45
Anhang E (informativ) Störungen	47
Anhang F (normativ) Kalibrierlösungen für GC/MS-Kalibrierungen	50
Anhang G (informativ) Relative Standardabweichungen, Bestimmungsgrenzen und Innenraumluftkonzentrationen für PCB.....	56
Literaturhinweise	58

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO Mitglieds Körperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitglieds Körperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt. Die ISO arbeitet bei allen Angelegenheiten der elektrotechnischen Normung eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Internationale Normen werden nach den Regeln der ISO/IEC-Direktiven Teil 2 gestaltet.

Hauptaufgabe Technischer Komitees ist die Vorbereitung Internationaler Standards. Die von den Technischen Komitees verabschiedeten internationalen Norm-Entwürfe werden den Mitglieds Körperschaften zur Abstimmung vorgelegt. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert Zustimmung von mindestens 75 % der abstimmenden Mitglieds Körperschaften.

Es ist Augenmerk darauf zu richten, dass einige Elemente dieses Dokumentes Gegenstand von Patentrechten sind. ISO kann nicht für die Identifizierung solcher Patentrechte verantwortlich gemacht werden.

ISO ISO 16000-14 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 146, *Luftbeschaffenheit*, Unterkomitee SC 6, *Innenraumluft*, erarbeitet.

ISO 16000 mit dem allgemeinen Titel *Innenraumluftverunreinigungen* besteht aus den folgenden Teilen:

- Teil 1: *Allgemeine Aspekte der Probenahmestrategie*
- Teil 2: *Probenahmestrategie für Formaldehyd*
- Teil 3: *Messen von Formaldehyd und anderen Carbonylverbindungen – Probenahme mit einer Pumpe*
- Teil 4: *Bestimmung von Formaldehyd – Probenahme mit Passivsammlern*
- Teil 5: *Probenahmestrategie für flüchtige organische Verbindungen (VOC)*
- Teil 6: *Bestimmung von flüchtigen organischen Verbindungen in der Innenraumluft und in Prüfkammern durch Probenahme auf Tenax TA[®], thermische Desorption und Gaschromatographie mittels MS/FID*
- Teil 7: *Probenahmestrategie für die Bestimmung luftgetragener Asbestfaserkonzentrationen*
- Teil 8: *Bestimmung des lokalen Alters der Luft in einem Gebäude zur Charakterisierung der Lüftungsbedingungen*
- Teil 9: *Bestimmung der Emission von flüchtigen organischen Verbindungen aus Bauprodukten und Einrichtungsgegenständen – Emissionsprüfkammer-Verfahren*
- Teil 10: *Bestimmung der Emission von flüchtigen organischen Verbindungen aus Bauprodukten und Einrichtungsgegenständen – Emissionsprüfzellen-Verfahren*
- Teil 11: *Bestimmung der Emission von flüchtigen organischen Verbindungen aus Bauprodukten und Einrichtungsgegenständen – Verfahren zur Probenahme, Lagerung der Proben und Vorbereitung der Prüfstücke*

- Teil 12: Probenahmestrategie für polychlorierte Biphenyle (PCB), polychlorierte Dibenzo-p-dioxine (PCDD), polychlorierte Dibenzofurane (PCDF) und polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAH)
- Teil 13: Bestimmung der Summe gasförmiger und partikelgebundener polychlorierter dioxin-ähnlicher Biphenyle (PCB) und polychlorierter Dibenzo-p-dioxine/Dibenzofurane (PCDD/PCDF) – Probenahme auf Filtern mit nachgeschalteten Sorbenzien
- Teil 14: Bestimmung der Summe gasförmiger und partikelgebundener polychlorierter dioxin-ähnlicher Biphenyle (PCB) und polychlorierter Dibenzo-p-dioxine/Dibenzofurane (PCDD/PCDF) – Extraktion, Reinigung und Analyse mit hochauflösender Gaschromatographie/Massenspektrometrie
- Teil 15: Probenahmestrategie für Stickstoffdioxid (NO₂)
- Teil 16: Nachweis und Auszählung von Schimmelpilzen – Probenahme durch Filtration
- Teil 17: Nachweis und Auszählung von Schimmelpilzen – Kultivierungsverfahren
- Teil 23: Leistungsprüfung zur Beurteilung der Konzentrationsminderung von Formaldehyd durch sorbierende Baumaterialien
- Teil 24: Leistungsprüfung zur Beurteilung der Konzentrationsminderung von flüchtigen organischen und Carbonylverbindungen ohne Formaldehyd durch sorbierende Baumaterialien
- Teil 25: Bestimmung der Emission von schwer-flüchtigen organischen Verbindungen aus Bauprodukten – Mikroprüfkammer-Verfahren

Folgende Teile sind in Vorbereitung:

- Teil 18: Nachweis und Auszählung von Schimmelpilzen – Probenahme durch Impaktion
- Teil 19: Probenahmestrategie für Schimmelpilze
- Teil 20: Nachweis und Auszählung von Schimmelpilzen – Probenahme von Hausstaub
- Teil 21: Nachweis und Auszählung von Schimmelpilzen – Probenahme von Materialien
- Teil 22: Nachweis und Auszählung von Schimmelpilzen – Molekularbiologische Verfahren

Weiterhin sei auf die

EN ISO 16017-1, Innenraumluft, Außenluft und Luft am Arbeitsplatz – Probenahme und Analyse flüchtiger organischer Verbindungen durch Sorptionsröhrchen/thermische Desorption/Kapillar-Gaschromatographie - Teil 1: Probenahme mit einer Pumpe

und

EN ISO 16017-2, Innenraumluft, Außenluft und Luft am Arbeitsplatz – Probenahme und Analyse flüchtiger organischer Verbindungen durch Sorptionsröhrchen/thermische Desorption/Kapillar-Gaschromatographie - Teil 2: Probenahme mit Passivsammlern

hingewiesen, in denen VOC-Messungen beschrieben werden.

Einleitung

In den unterschiedlichen Teilen der ISO 16000 werden allgemeine Aspekte für die Messung von Innenraumluftverunreinigungen sowie die für die einzelnen Stoffe bzw. Stoffgruppen wichtigen Randbedingungen beschrieben, die vor oder während der Messung zu beachten sind. Weiterhin werden auch die Messverfahren selber behandelt (siehe Vorwort).

Dieser Teil der ISO 16000 behandelt die Extraktion, die Reinigung und die Analyse von polychlorierten Biphenylen (PCB), polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen (PCDD) und polychlorierten Dibenzofuranen (PCDF) in der Innenraumluft. Die Probenahme der PCB und PCDD/PCDF wird in der ISO 16000-13 beschrieben; sie ist Teil des vollständigen PCB/ PCDD/PCDF-Messverfahrens.

Die Probenahme-strategie zur Bestimmung der PCB, PCDD/PCDF und PAH in der Innenraumluft wird in der ISO 16000-12 behandelt.

Mehrere PCB und PCDD/PCDF werden als potenziell karzinogen für den Menschen eingestuft. Es gibt 209 unterschiedliche PCB, 75 PCDD und 135 PCDF (Kongenere). Die toxischsten PCB sind jene, die coplanar und ähnlich den PCDD aufgebaut sind. Das toxischste PCDD ist das 2,3,7,8-Tetrachlorodibenzo-p-dioxin (2,3,7,8-TCDD).

PCB werden primär von Fugendichtungsmaterialien, gewissen Farben oder elektrischen Kondensatoren in die Innenraumluft emittiert; die Herstellung dieser genannten Produkte wurde in den letzten Jahren verboten. Bei den Quellen für PCDD/PCDF in der Innenraumluft handelt es sich im Prinzip um Verunreinigungen in Holzschutzanstrichen, die Pentachlorophenol (PCP) enthalten sowie Emissionen von Bränden, bei denen chlorhaltige Produkte einbezogen sind. Eingetragener Boden sowie Emissionen aus in der Nähe befindlichen Müllkippen und verlassenen Industriestandorten können auch zum Eintrag von PCB und PCDD/PCDF in den Innenraumbereich führen.

Die Gesamt-PCB Konzentrationen reichen im urbanen Außenluftbereich üblicherweise von 10 bis zu mehreren Hundert Picogramm je Kubikmeter (pg/m^3). Die PCDD/PCDF hingegen werden im urbanen Außenluftbereich normalerweise in sehr geringen Konzentrationen gefunden; z. B. Femtogramm je Kubikmeter (fg/m^3). PCB und PCDD/PCDF finden sich – in Abhängigkeit von der Temperatur, der Feuchte, dem Chlorierungsgrad, der Konzentration und der Fähigkeit, sich auf dem Schwebstaub niederzuschlagen – normalerweise bei der Außen- oder Innenraumluft in der Gas- und der Partikelfase. Diese Verbindungen, besonders die mit einem Dampfdruck über 10^{-8} kPa können während der Probenahme vom Partikelfilter abdampfen. Folglich ist für eine effiziente Sammlung ein nachgeschalteter Gasphasenfilter vorzusehen. Die getrennte Analyse von Filter und Gasphasenfilter gibt nicht die ursprüngliche Verteilung in der Atmosphäre bei normalen Außentemperaturen wieder und sollte daher auch nicht vorgenommen werden, weil die Verbindungen vom Filter abdampfen.

Die Versendung von PCB/PCDD/PCDF-Standards hat entsprechend den nationalen Gesetzen zu erfolgen. Sie müssen in speziellen Behältnissen, die kommerziell erhältlich sind, transportiert werden. Die Handhabung sollte ausschließlich durch entsprechend geschultes Fachpersonal erfolgen.

In diesem Teil der ISO 16000 werden die Extraktion, die Reinigung und die Analyse behandelt. Die Probenahme von polychlorierten dioxin-ähnlichen Biphenylen (PCB) und polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen/ Dibenzofuranen (PCDD/PCDF) werden in der ISO 16000-13, die integraler Bestandteil des vollständigen Messverfahrens ist, beschrieben.

Dieser Teil der 16000 basiert auf Referenzen [4] bis [11].

1 Anwendungsbereich

In diesem Teil der ISO 16000 wird die Extraktion, die Reinigung und das Analysenverfahren zur Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (PCB), polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen (PCDD) und polychlorierten Dibenzofuranen (PCDF) (für Strukturen siehe Tabellen A.1 und A.2) festgelegt. Die Probe wird auf einem Partikelfilter mit nachgeschaltetem Polyurethan(PU)schaumgasphasenfilter gesammelt. Dieses Verfahren beinhaltet die spezifische Analyse mit hochauflösender Gaschromatographie in Kombination mit hochauflösender Massenspektrometrie (HRGC/HRMS).

Das Verfahren liefert präzise quantitative Ergebnisse für Tetra- bis Deca-PCB und Tetra- bis Octa-PCDD/PCDF (Gesamtkonzentrationen für jede Isomerengruppe). Es ist möglich 0,2 pg/m³ oder geringere Konzentrationen von den meisten PCB und PCDF/PCDD bei Probenluftvolumen bis 360 m³ oder in besonderen Fällen auch bei größeren Probenahmevolumen zu bestimmen. Jedoch kann es möglich sein, dass nicht alle zu untersuchenden Verbindungen bei einer Konzentration von 0,2 pg/m³ oder weniger – besonders bei geringeren Probenvolumen – bestimmt werden können.

Die Präzision beträgt unter normalen Bedingungen $\pm 25 \%$ oder besser und die Unsicherheit $\pm 50 \%$ oder besser.

2 Normative Hinweise

Die folgenden zitierten Dokumente 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).

ISO 16000-12, *Indoor air — Part 12: Sampling strategy for PCBs, PCDDs/PCDFs, and PAHs*

ISO 16000-13, *Indoor air — Part 13: Determination of total (gas and particle-phase) polychlorinated dioxin-like biphenyls (PCBs) and polychlorinated dibenzo-p-dioxins/dibenzofurans (PCDDs/PCDFs) – Collection from air on sorbent-backed filters*

ISO 9169:2006, *Air quality — Definition and determination of performance characteristics of an automatic measuring system*

3 Begriffe und Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Teils der ISO 16000 gelten die folgenden Begriffe:

3.1 Begriffe

3.1.1

dioxin-ähnliche PCB

non- und mono-ortho PCB, die eine Affinität zum Ah-Rezeptor haben, zeigen nach WHO ^[1] ähnliche toxikologische Effekte wie 2,3,7,8-chlorsubstituierte PCDD/PCDF

3.1.2

Indikator-PCB

sechs PCB: PCB-28, -52, -101, -138, -153 und -180

3.1.3

Dotierung

Zugabe von ¹³C₁₂-markierten Standards

3.1.4

statistische Verfahrenskenngrößen

Messungen zur Quantifizierung möglicher Abweichungen von den ermittelten Werten aufgrund von zufälligen Abweichungen des Messverfahrens. Hierbei handelt es sich z. B. um die Wiederholbarkeit oder die Instabilität (ISO 9169)

3.1.5

Feldblindwertprobe

eine nicht exponierte und nicht dotierte Probe des Sammelmaterials (z. B. Filter, PU-Gasphasenfilter oder vollständige Probenahmekartusche), die mit vor Ort genommen wird und das vollständige analytische Verfahren – einschließlich Extraktion, Reinigung und Identifizierungsschritte – durchläuft. Der bei diesem Verfahren sich ergebende Wert wird dazu verwendet, sicherzustellen, dass während aller Schritte des Messverfahrens keine signifikanten Kontaminationen aufgetreten sind, und zu prüfen, dass das Messpersonal in der Lage ist, den der Messaufgabe entsprechende Konzentrationsbereich zu analysieren

3.1.6

analytischer Blindwert

eine nicht exponierte und nicht dotierte Probe eines Reagenzes oder Probenahmematerials, dass das komplette analytische Verfahren – einschließlich Extraktion, Reinigung und Identifizierungsschritte – durchläuft

3.1.7

Probenahmestandard

Indikatoragens, z. B. $^{13}\text{C}_{12}$ -markiertes PCB oder PCDD/PCDF, das den Probenahmematerialien vor der Probenahme hinzugefügt wird, um die Gesamteffizienz des Verfahrens zu bestimmen

3.1.8

Extraktionsstandard

Indikatoragens, z. B. $^{13}\text{C}_{12}$ -markiertes PCB oder PCDD/PCDF, das den Probenmaterialien vor der Extraktion hinzugefügt wird; diese Standards dienen auch zur Berechnung der Ergebnisse

3.1.9

Wiederfindungsstandard

Indikatoragens, z. B. $^{13}\text{C}_{12}$ -markiertes PCB oder PCDD/PCDF, das der Probenlösung vor der Injektion in das GC hinzugegeben wird

3.1.10

Kongener

jedes der 209 individuellen PCB, 75 individuellen PCDD oder 135 individuellen PCDF

3.1.11

PCB- oder PCDD- oder PCDF-Isomere

PCB oder PCDD oder PCDF mit identischer Elementzusammensetzung aber unterschiedlicher Struktur, z. B. sind 1-Chlorbiphenyl und 2-Chlorbiphenyl Isomere

3.1.12

PCB- oder PCDD- oder PCDF-Profile

Chromatographische Darstellung der analysierten PCB-, PCDD- oder PCDF-Konzentrationen.

3.1.13

Nachweisgrenze

LOD

mittlerer Probenblindwert zuzüglich dem Dreifachen der Standardabweichung (3s) des Blindwertes ^[12]

3.1.14**Bestimmungsgrenze**

mittlerer Probenblindwert zuzüglich das Fünf-, Sechs- oder Zehnfache der Standardabweichung des Blindwertes ^[12]

3.2 Abkürzungen**3.2.1 WHO-TEQ**

Toxizitätsäquivalent, das durch Multiplikation der gemessenen Masse mit dem korrespondierenden WHO-TEF erhalten wird; einbezogen sind PCDD, PCDF und PCB (detaillierte Beschreibung siehe Anhang A). WHO-TEQ_{PCB} und WHO-TEQ_{PCDD/F} sollten verwendet werden, um zwischen unterschiedlichen Verbindungsklassen zu unterscheiden.

3.2.2 I-TEF

Internationaler Toxizitätsäquivalentfaktor (detaillierte Beschreibung, siehe Anhang A)

3.2.3 WHO-TEF

Toxizitätsäquivalentfaktor, erstmalig vorgeschlagen von WHO im Jahre 1997 (detaillierte Beschreibung siehe Anhang B)

3.2.4 HRGC

hochauflösende Gaschromatographie

3.2.5 HRMS

hochauflösende Massenspektrometrie

3.2.6 PCDD/PCDF

polychlorierte Dibenzo-p-dioxine und polychlorierte Dibenzofurane

3.2.7 TeCB

Tetrachlorbiphenyl

3.2.8 PeCB

Pentachlorbiphenyl

3.2.9 HxCB

Hexachlorbiphenyl

3.2.10 HpCB

Heptachlorbiphenyl

3.2.11 PCB

polychlorierte Biphenyle

3.2.12 PTFE

Polytetrafluorethylen

3.2.13 TCDD

Tetrachlordibenzo-p-dioxin

3.2.14 PeCDD

Pentachlordibenzo-p-dioxin

3.2.15 HxCDD

Hexachlordibenzo-p-dioxin

3.2.16 HpCDD

Heptachlordibenzo-p-dioxin

3.2.17 OCDD

Octachlordibenzo-p-dioxin

3.2.18 TCDF

Tetrachlordibenzofuran

3.2.19 PeCDF

Pentachlordibenzofuran

3.2.20 HxCDF

Hexachlordibenzofuran

3.2.21 HpCDF

Heptachlordibenzofuran

3.2.22 OCDF

Octachlordibenzofuran

4 Kurzbeschreibung

Die PCB/PCDD/PCDF werden aus der Innenraumluft auf Partikelfilter und nachgeschaltetem Polyurethanschaumgasphasenfilter abgeschieden. Die Sammelmedien werden vereinigt und zusammen extrahiert. Die Trennung, der Nachweis und die Quantifizierung der PCB/PCDD/PCDF erfolgt durch HRGC/HRMS unter Verwendung der Isotopenverdünnungstechnik. Die Extraktionen werden üblicherweise mit einem Soxhlet und Toluol oder einem äquivalenten Lösemittel vorgenommen. Die Probenreinigung erfolgt in der Regel durch die Mehrsäulenflüssigkeitschromatographie mit Hilfe spezifischer Adsorbentien. Der Hauptgrund für das Reinigungsverfahren ist die Entfernung der mit gesammelten Verbindungen und Kontaminationen, die das Reinigungsverfahren überlasten, die Quantifizierung stören oder auf andere Weise nachteilig auf die Leistungsfähigkeit der Identifizierungs- und Quantifizierungsschritte Einfluss nehmen können. Darüber hinaus wird dabei eine Anreicherung der zu untersuchenden Verbindungen in der aufbereiteten Probe erreicht. Die PCB werden von den PCDD/PCDF durch Desorption mit unterschiedlichen Lösemittelvolumina auf der Aluminiumoxid-Säule erreicht.

Das GC sollte mit Temperaturprogrammierungen ausgerüstet sein; alle erforderlichen Ausrüstungen, wie auch Gase und Spritzen sollten vorhanden sein. Der Einspritzblock sollte für Kapillarsäulen ausgelegt sein. Splitless-Injektoren, On-column-Injektoren oder Moving-needle-Injektoren dürfen eingesetzt werden. Es ist dabei wichtig, dass immer die gleiche Technik und das gleiche Injektionsvolumen verwendet werden. Das HRMS-System sollte im Elektronenstoßionisations-Verfahren betrieben werden. Die Auflösung des Gerätes sollte bei 10 000 oder größer gehalten werden (10% Tal-Definition). Das HRMS-System sollte im „Selected-ion-monitoring-(SIM)-Verfahren mit einer Zykluszeit von einer Sekunde oder weniger betrieben werden.

Der auf PCB zu untersuchende Extrakt und der auf PCDD/PCDF zu untersuchende Extrakt enthält jeweils die Extraktionsstandards, die vor der Extraktion und die Wiederfindungsstandards, die vor der GC-Quantifizierung zugesetzt werden (siehe Tabellen 1a und 1b). Die hochauflösende Gaschromatographie wird für die jeweilige Trennung der PCDD-, PCDF- und 12 dioxin-ähnlichen PCB-Kongenere eingesetzt. Die Massenspektrometrie ermöglicht die Unterscheidung zwischen den Kongeneren mit unterschiedlicher Chlorsubstitution und zwischen nativen und markierten Kongeneren.

¹³C₁₂-markierte PCB/PCDD/PCDF-Standards werden bei unterschiedlichen Schritten des Gesamtverfahrens (vor der Probenahme, der Extraktion und der HRGC/HRMS-Messung) zugesetzt. Die Dotierung mit ¹³C₁₂-markierten PCB/PCDD/PCDF vor der Probenahme ist notwendig, um die Gesamtwiederfindungsrate der PCB/PCDD/PCDF-Kongenere zu bestimmen. Während der Extraktion und der Reinigung auftretende Verluste werden durch die isotoopen-markierten Standards bestimmt und kompensiert. Dies erfolgt durch Verwendung der Standards als interne Extraktionsstandards zusammen mit den Wiederfindungsstandards, die direkt vor der HRGC/HRMS-Analyse eingesetzt werden.

5 Geräte und Materialien

5.1 Analytische Geräte

Massenspektrometer (MS)

absolute Nachweisgrenze: für Luftmessungen mindestens 200 fg für 2,3,7,8-TCDD, Signal-Rauschverhältnis (S/N): 3:1, neuere Geräte erreichen ein Verhältnis von >50:1.

Ein hochauflösender Gaschromatograph/hochauflösendes Massenspektrometer mit einer Auflösung von größer bzw. gleich 10.000 wird derzeit benötigt, um eine ausreichende Empfindlichkeit und Selektivität zu erreichen und den Einsatz aller $^{13}\text{C}_{12}$ -markierten Standards zu ermöglichen.

Gaschromatograph (GC)

direk gekoppelt, Injektor, z. B. On-column, splitless, Verdampfer mit programmierbarer Temperatur (PTV)

Quarzkapillarsäulen für GC

mit polaren Trennphasen, z. B. 90%-Bis-cyanopropyl-10%-cyanopropylphenylpolysiloxan¹⁾

Injektionsspritzen

angepasste Größen

Glasgeräte

konventionelle Laboratoriumsausrüstung

Extraktor

Soxhlet, 200 ml (43 mm × 123 mm) oder größer, entsprechend der Messaufgabe, und mit entsprechendem Kühler

Destillationskolben,

50 ml, 250 ml, 500 ml oder andere Größe, entsprechend der Messaufgabe, Rundkolben oder V-förmiger Kolben

Hochleistungskühler

Rotationsverdampfer und Kolben

mit Vakuumanzeige

Chromatographiesäulen

a) 22 mm × 190 mm (innerer Durchmesser) mit einer groben Glassinterfritte (Porosität P 160) oder andere geeigneten Größen

b) Pasteurpipetten (7 mm × 150 mm) mit silanisiertem Glaswollpfropfen

¹⁾ USP Type G8 phase; z. B. SP-2331, BPX 70, und CP-Sil 84, ist der Handelsname des Produktes und ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Das Produkt hat nur einen Hersteller; es wird aber über viele Lieferanten vertrieben. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Internationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieser genannten Produkte durch ISO.

*Verdampfer*²⁾ Gerät zum Einblasen von Stickstoff; ein mikroprozessorgesteuerter Verdampfer mit einer automatischen Probenverdampfung unter milden thermischen Bedingungen darf verwendet werden

Fläschchen mit Gewinde durchsichtig, 1 ml mit 0,25 ml Mikroeinsatz

Trockenschrank

Ofen Mindesttemperatur 300 °C

5.2 Analytische Reagenzien

Toluol in Glasgefäßen destilliert, Qualität: für Chromatographie oder Pestizidanalytik

n-Hexan oder n-Nonan in Glasgefäßen destilliert, Qualität: für Chromatographie oder Pestizidanalytik

Dichloromethan in Glasgefäßen destilliert, Qualität: für Chromatographie oder Pestizidanalytik

Aceton in Glasgefäßen destilliert, Qualität: für Chromatographie oder Pestizidanalytik

Diethylether Qualität: für die Analytik

tert.-Butylmethylether Qualität: für die Analytik

Aluminiumoxid B Super I³⁾ für die Dioxinanalyse

Natriumsulfat, wasserfrei Qualität: für die Analytik

Silicagel 0,25 mm bis 0,74 mm (63 mesh bis 200 mesh)

Silicagel, KOH-belegt 99 g einer KOH-Lösung (1 mol/l) werden mit 200 g Silicagel gemischt und homogenisiert (z. B. in einem Rotationsverdampfer)

²⁾ Barkey Specimen Concentrator (Barkey GmbH & Co. KG, Leopoldshöhe, Ge), N-evap[®] (Organomation Associates, Inc., Berlin, MA, USA) oder TurboVap[®] (Zymark Corporation, Hopkinton MA, USA) sind die Handelsnamen der Produkte und sind Beispiele für geeignete handelsübliche Produkte. Die Produkte haben jeweils nur einen Hersteller; sie werden aber über viele Lieferanten vertrieben. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Internationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieser genannten Produkte durch ISO.

³⁾ B Super I e.g., ICN Biomedicals, NBS Biologicals, Bioscience, Scientific Adsorbents, Inc. sind die Handelsnamen der Produkte und sind Beispiele für geeignete handelsübliche Produkte. Die Produkte haben jeweils nur einen Hersteller; sie werden aber über viele Lieferanten vertrieben. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Internationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieser genannten Produkte durch ISO.

Silicagel, H₂SO₄-belegt

393 g konzentrierte Schwefelsäure und 500 g Silicagel werden gemischt und homogenisiert (z. B. in einem Rotationsverdampfer)

Silicagel, AgNO₃-belegt

25 g AgNO₃ werden in 67,5 g ultrareinem Wasser in einem 250-ml-Becherglas gelöst. 225 g Silicagel werden in ein anderes 1 000-ml-Becherglas gegeben. Die AgNO₃-Lösung wird langsam in das Becherglas mit dem Silicagel gegossen, wobei die Mischung mit einem Glasstab gerührt wird. Die Mischung wird eine halbe Stunde ins Dunkle gestellt. Danach wird sie auf eine Schale überführt und in einen Ofen platziert der eine Stickstoffeinspeisung aufweist. Der Ofen wird innerhalb von 5 h von 70 °C auf 125 °C aufgeheizt wobei ein Stickstoffstrom eingeleitet wird. Die Temperatur wird für 15 h bei 125 °C – bei Spülung mit Stickstoff – gehalten.

Alle Sorbenzien sind in luftdichten Behältern zu lagern.

¹³C₁₂-markierte Standards (Probenahmestandards) Zusammenstellung siehe Tabellen 1a und 1b (siehe 5.3)

¹³C₁₂- markierte Standards (Extraktionsstandards) Zusammenstellung siehe Tabellen 1a und 1b (siehe 5.3)

¹³C₁₂- markierte Standards (Wiederfindungsstandards) Zusammenstellung siehe Tabellen 1a und 1b (siehe 5.3)

Nichtmarkierte PCB/PCDD/PCDF-Standards

zur Herstellung der Kalibrierkurve; die Auswahl ist identisch mit der für die ¹³C-markierten Standards, die in Tabellen 1a und 1b zusammengestellt sind

Keeper

Lösemittel mit einem hohen Siedepunkt, wird der Probenahmestandardlösung und zu dem Probenextrakt zugesetzt, z. B. n-Tetradecan

Lockmassen-Referenzverbindung

z. B. Perfluorkerosin

5.3 ¹³C-markierte Standards

Die Massen der in 100 µl eines geeigneten Lösemittels (z. B. Toluol oder n-Nonan sowie 4 % n-Tetradecan) enthaltenen ¹³C₁₂-markierten Probenahmestandards, die jeder Probe bei einem angenommenen Konzentrationsbereich von ungefähr 100 fg TEQ/m³ und einem Probenvolumen von ungefähr 180 m³ hinzuzufügen sind, sind für die PCDD/PCDF in Tabelle 1a und für die PCB in Tabelle 1b aufgeführt.

Die Extraktionsstandards sollten direkt nach Eingang der Proben im Laboratorium zu den unterschiedlichen Probenahmemedien hinzugegeben werden. Die ¹³C₁₂-markierten Kongenere werden zur Quantifizierung benutzt, weil sie sich auf Grund ihrer nahezu identischen chemischen und physikalischen Eigenschaften während der Reinigung genau wie die extrahierten nativen PCB/PCDD/PCDF verhalten. Die Wiederfindungsstandards (siehe Tabelle 1a und 1b) werden zur Bestimmung der Wiederfindungsraten eingesetzt. Die in Tabelle 1a und Tabelle 1b angegebenen Massen der einzusetzenden Standards müssen entsprechend angepasst werden, wenn eine beträchtlich höhere Masse an nativen PCB/PCDD/PCDF in der Probe erwartet wird. Der Gebrauch und die Handhabung der Probenahmestandards werden in ISO 16000-13 beschrieben.

Tabelle 1a — $^{13}\text{C}_{12}$ -markierte 2,3,7,8 PCDD/PCDF-Kongenerere, die der Probe vor der Probenahme, der Extraktion und der GC-Injektion hinzugefügt werden - bezogen auf die Messung von 100 fg I-TEQ/m³ und ungefähr 180 m³ Probenahmevolumen

Lösung:	Lösung hinzuzufügen vor:		
	Probenahme (Probenahmestandard)	Extraktion (Extraktionsstandard)	GC-Injektion (Wiederfindungsstandard)
Gesamt volumen in µl: (z. B. Toluol, n-Nonan)	100	100	25
Hinzuzufügende Kongenerere	Gesamtmasse in pg		
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TCDF		25 ^{a)}	25
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4-TCDD			
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TCDD		25 ^{a)}	
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDF	25		
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-PeCDF		25 ^{a)}	
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDD		25 ^{a)}	
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	25	25 ^{a)}	25
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDF		25	
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDF			
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-HxCDF		25	
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDD		25	
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDD		25 ^{a)}	
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDD			
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	50	50 ^{a)}	
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF			
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD		50 ^{a)}	
$^{13}\text{C}_{12}$ -OCDF		50	
$^{13}\text{C}_{12}$ -OCDD		50	

^{a)} Diese Standards werden zur Quantifizierung der verbleibenden Kongenerere der zugehörigen Gruppen der chlorierten Homologen verwendet, für die kein Standard zugesetzt wurde.

Tabelle 1b — $^{13}\text{C}_{12}$ -markierte PCB-Kongenerere, die der Probe bei unterschiedlichen Stufen des Verfahrens zur Messung von ungefähr $0,01 \text{ ng WHO-TEQ}_{\text{PCB}}/\text{m}^3$ – unter der Annahme von 180 m^3 an Probenvolumen – zugegeben werden.

Lösung: Gesamtvolumen in μl : (z. B. Toluol, n-Nonan)	Lösung hinzuzufügen vor:		
	Probenahme (Probenahmestandard)	Extraktion (Extraktionsstandard)	GC-Injektion (Wiederfindungsstandard ^a)
	100	100	wenigstens 10
Hinzuzufügende Kongenerere	Gesamtmasse in pg		
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,4'-TeCB (60)	3600		
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,5,5'-PeCB (127) ^b	3600		
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,5,5'-HxCB (159)	3600		
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,4,4',5-TeCB (81)		3600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4'-TeCB (77)		3600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5-PeCB (126)		3600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5,5'-HxCB (169)		3600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4'-PeCB (105) ^b		3600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,4',5-PeCB (114)		3600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5-PeCB (118)		3600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2',3,4,4',5-PeCB (123)		3600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5-HxCB (156)		3600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5'-HxCB (157)		3600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5,5'-HxCB (167)		3600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (189)		3600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TeCB (70)			3600
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',5,5'-PeCB (111)			3600
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',4,4',5-HpCB (170)			3600

^a) Tabelle 1 gibt eine Auswahl an erhältlichen an $^{13}\text{C}_{12}$ -markierten PCB wieder, die als Wiederfindungsstandards geeignet sind. Wenigstens einer muss jeder Fraktion, die dioxin-ähnliche PCB enthält, zugesetzt werden.

^b) Mögliche Coelutionsprobleme von PCB 127 und PCB 105 auf bestimmten kommerziell erhältlichen Trennsäulen sollten beachtet werden.

6 Analyse

6.1 Allgemeines

Das in diesem Teil der ISO 16000 festgelegte Verfahren basiert auf den Einsatz der hochauflösenden Gaschromatographie/hochauflösenden Massenspektrometrie in Verbindung mit der Isotopenverdünnungstechnik zur Trennung, Detektion und Quantifizierung der PCB/PCDD/PCDF. Die chromatographische Trennung und die massenspektrometrische Detektion erlauben die Identifizierung der Isomeren und die Differenzierung zwischen den Kongeneren, die eine unterschiedliche Anzahl an Chlorsubstituenten aufweisen.

6.2 Probenextraktion

Für die Vorreinigung wird die Soxhlet-Apparatur zusammengebaut. Der Rundkolben wird mit 300 ml oder einem anderen geeigneten Volumen des Extraktionslösemittels gefüllt und 2 h im Rückfluss gekocht. Die Apparatur lässt man abkühlen; danach wird sie zerlegt und das Lösemittel verworfen.