

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-Extraktoren	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

	Seite
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

	Seite
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

	Seite
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