

Quelle: <https://www.arbeitssicherheit.de//document/03ea7808-7eb8-3d76-b828-0fa22f1aed33>

Bibliografie	
Titel	Verfahren zur Bestimmung von Dimethylsulfat (bisher: BGI 505-7)
Amtliche Abkürzung	DGUV Information 213-507
Normtyp	Satzung
Normgeber	Bund
Gliederungs-Nr.	[keine Angabe]

Abschnitt 3.3 - 3 Analytische Bestimmung

3.1 Probenaufbereitung und Analyse

Das beladene Adsorptionsröhrchen wird geöffnet und in den Thermodesorber gegeben. Durch Erhitzen wird das adsorbierte DMS mittels Helium desorbiert, in einer mit Tenax TA gepackten Kühlfalle aufgefangen und von dort durch schlagartiges Aufheizen (gerätespezifische Aufheizrate ca. 40 °C/sec) in die Trennsäule des Gaschromatographen überführt und ein Chromatogramm angefertigt. Die quantitative Auswertung erfolgt nach der Methode des internen Standards über die Flächen oder Höhen des DMS und des Naphthalins als internem Standard.

3.2 Gaschromatographische Arbeitsbedingungen

Die in Abschnitt 5 angegebenen Verfahrenskenngrößen wurden unter folgenden Gerätebedingungen erarbeitet:

Gerät:	Thermodesorber ATD 400 der Firma Perkin Elmer, 63110 Rodgau-Jügesheim
--------	---

Gaschromatograph HP 6890 mit massenselektivem Detektor MSD HP 5872

Temperaturen: Desorptionsofen: 250 °C Überführungsleitung: 200 °C Kühlfalle (Füllung Tenax TA)

Adsorption: -30 °C

Injektion: 280 °C

Desorptionsfluss: 11,4 ml/min

Desorptionszeit: 5 min

Outlet-Split: 20,0 ml/min

Inlet-Split: geschlossen

GC-Bedingungen:

Trennsäule: Quarzkapillare, stationäre Phase DB-1 quervernetzt (Dimethylpolysiloxan), Innendurchmesser 0,25 mm, Filmdicke 1 µm, Länge 30 m

Gerät:	Thermodesorber ATD 400 der Firma Perkin Elmer, 63110 Rodgau-Jügesheim
--------	---

Temperaturen: Transferline MS: 280 °C,
 Detektor: 250 °C
 Ofen:
 Anfangstemperatur: 50 °C,
 Heizrate 20 °C/min auf Endtemperatur 240 °C

Trägergas: Helium 24 psi Vordruck

MSD-Parameter:

Ionisierungsart: Elektronenstoßionisation (70 eV)
 MS Quad 150 °C
 MS Source 230 °C
 Scan Parameters Low Mass: 50
 High Mass: 550
 Solvent Delay 3.00 min
 Messmodus: SIM-Mode Registriermassen (m/z in amu)
 Quantifizierung / Qualifizierung
 Naphthalin 128 127
 DMS 95 96