

Quelle: <https://www.arbeitssicherheit.de//document/3911b675-fc46-3bb5-9b25-d451a4696518>

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 2.3 - 3 Analytische Bestimmung

3.1 Probenaufbereitung und Analyse

Der gesamte Inhalt des beladenen Tenax-Röhrchens wird in ein 5-ml-Probengefäß überführt. Nach dem Zusatz von 1 ml Desorptionsmittel wird das Gefäß verschlossen, 30 Minuten lang vorsichtig geschüttelt und unmittelbar danach analysiert. Um sicherzustellen, dass das verwendete Toluol und Tenax-TA keine störenden Verunreinigungen enthalten, wird die Füllung eines unbeladenen Röhrchens wie zuvor beschrieben behandelt (Leerwertlösung).

Jeweils 2 µl der Desorptionslösung und der Leerwertlösung werden in den Gaschromatographen eingespritzt. Die quantitative Auswertung der Chromatogramme erfolgt nach der Methode des externen Standards.

3.2 Gaschromatographische Arbeitsbedingungen

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

Gerät:	Gaschromatograph Hewlett-Packard 5890 mit MSD HP 5970, Split-/Splitless-Injektor und automatischem Probengeber HP 7673.
--------	---

Trennsäule: Quarzkapillare, stationäre Phase 95 % Methylsilikon +5 % Methylphenylsilikon (HP-5 von Hewlett-Packard), Länge 50 m, Innendurchmesser 0,20 mm, Filmdicke 0,33 µm.

Temperaturen:

- Injektor: 200 °C,
- Ofen: Anfangstemperatur: 50 °C, 2 min isotherm,
- Heizrate 1: 10 °C/min bis 220 °C,
- Heizrate 2: 30 °C/min,
- Endtemperatur: 250 °C, 15 min isotherm,
- Transferleitung: 250 °C.

Injektionsart: splitlos, 1 min.

Trärgas: Helium, 180 Pa Vordruck.

Gerät:	Gaschromatograph Hewlett-Packard 5890 mit MSD HP 5970, Split-/Splitless-Injektor und automatischem Probengeber HP 7673.
--------	---

Injektionsvolumen:	2 µl.
Ionisierungsart:	Elektronenstoßionisation (70 eV)
Messmodus:	selected ion monitoring (SIM-MODE).
	Registriermassen (m/z): 66; 95; 96.
Dwelltime:	200 ms/Registriermasse.