

Quelle: <https://www.arbeitssicherheit.de//document/d4c45695-689f-3e1a-9ba9-a327d3dc2686>

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 3.1 - 1 Geräte, Chemikalien und Lösungen

1.1

Geräte

Für die Probenahme:

- Pumpe, geeignet für einen Volumenstrom von 5 – 200 ml/min, z.B. PP 1, Fa. Gilian, Bezug z.B. über Fa. Haan & Wittmer, 71288 Frießheim
- Gasmengenzähler oder Volumenstromanzeiger
- Adsorptionsröhrchen gefüllt mit Tenax als Sammelphase:

Die Adsorptionsröhrchen sind mit Tenax TA gefüllte Metallröhrchen, deren Außendurchmesser und Länge dem eingesetzten Thermodesorber angepasst sind. Die Röhrchen werden mit 250 mg Adsorptionsmaterial gefüllt, das zwischen zwei Metallsieben eingeschlossen wird. Nach dem Befüllen müssen die Röhrchen mehrfach im Thermodesorber bei 250 °C im Heliumstrom vorgereinigt werden. Anschließend werden sie mit Hilfe von Swagelok®-Verschraubungen mit Teflon-Dichtung verschlossen.

Für die Probenaufbereitung und analytische Bestimmung:

- Messkolben 10 ml
- Thermodesorber
- Variable Verdrängerpipetten, z.B. Multipette pro, Fa. Eppendorf, 22366 Hamburg
- Gaschromatograph mit massenselektivem Detektor
- Belegungsapparatur zum Aufbringen der Kalibrierlösung bzw. der Lösung des internen Standards

1.2

Chemikalien und Lösungen

Tenax TA 60 – 80 mesh, z.B. Fa. Supelco, 82024 Taufkirchen

Naphthalin > 99 %, z.B. Fa. Aldrich, 82024 Taufkirchen

Dimethylsulfat 99 %, z.B. Fa. Aldrich

Methyl-tert.-butylether (MTBE), Reinheit 99,8 %, wasserfrei, z.B. Fa. Aldrich

Naphthalin-Stammlösung:

Lösung von ca. 5,32 mg Naphthalin/ml Methyl-tert.-butylether (MTBE)

© 2024 Wolters Kluwer Deutschland GmbH

In einen 5-ml-Messkolben werden ca. 26,6 mg Naphthalin auf 0,1 mg genau eingewogen, mit MTBE bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt.

Lösung interner Standard (IStd):

Lösung von ca. 266 µg Naphthalin (IStd)/ml MTBE.

In einen 10-ml-Messkolben, der einige ml MTBE enthält, werden 500 µl der Naphthalin-Stammlösung einpipettiert, mit MTBE bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt.

Kalibrierstammlösung:

Lösung von ca. 20 mg DMS/ml MTBE.

In einen 10-ml-Messkolben, der einige ml MTBE enthält, werden ca. 150 µl DMS einpipettiert und auf 0,1 mg genau gewogen, mit MTBE bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt.

Kalibrierlösungen:

Lösungen von 50 bis 1000 µg DMS/ml MTBE

In sechs 10-ml-Messkolben werden jeweils einige Milliliter MTBE vorgelegt. Anschließend werden je 25 µl, 100 µl, 200 µl, 300 µl, 400 µl und 500 µl der Kalibrierstammlösung zugegeben, mit MTBE bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt.

Jeweils 5 µl der Lösungen werden auf sechs Tenaxröhrchen aufgegeben. Mit diesen Adsorptionsröhrchen wird für ein Probeluftvolumen von 25 l ein Konzentrationsbereich an DMS von 0,01 mg/m³ bis 0,198 mg/m³ erfasst. Die entsprechenden Konzentrationen sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Tabelle 1:
Konzentrationen der Kalibrierlösungen

Zugabe Stammlösung [µl]	Konzentration [mg/l]	Konzentration [mg/m ³] 3
25	50	0,010
100	200	0,040
200	400	0,079
300	600	0,119
400	800	0,158
500	1000	0,198

Fußnoten

[3](#) bzgl. 25 l Probeluftvolumen