

2810-9828

Fortschritt-Berichte VDI

Reihe 8

Meß-, Steuerungs-
und Regelungstechnik

Dipl.-Chem. Alfred Schillings,
Hamburg

Nr. 932

**Weitbereichsverfahren
mit Gaschromatograph-
Massenspektrometer
zur schnellen
Vor-Ort-Analyse von
Gefahrstoffen**

VDI Verlag

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	1
1.1	Gaschromatograph-Massenspektrometer-Analyse (GC-MS).....	6
1.2	Aufgabenstellung und Zielsetzung	8
2	Probenahme für Luft, Boden und Wasser	10
2.1	Adsorptionsmittel für die Probenahme	10
2.1.1	Adsorptionsmedien.....	12
2.1.2	Durchbruchverhalten	15
2.1.3	Wiederfindungsraten bei thermischer Desorption.....	24
2.1.4	Wiederfindungsraten bei Mikrowellendesorption	30
2.1.5	Einfluss der Probenfeuchte	32
2.2	Anwendung im Störfalleinsatz	38
2.2.1	Standardverfahren.....	39
2.2.2	Probenahmekoffer	43
2.2.3	Standardisierung	45
3	Schnelle GC-Techniken zur Reduzierung der Analysendauer.....	47
3.1	Eindimensionale Gaschromatographie.....	47
3.1.1	Aufbau des mobilen GC-MS-Systems (EM640).....	50
3.2	Standard-GC-Methoden	51
3.2.1	Trennung von VVOCs.....	52
3.3	Zweidimensionale Gaschromatographie	54
3.3.1	Säulenverbindungen	56
3.3.2	Säulenkombination.....	59
3.4	Online-Sonde	62
3.4.1	Aufbau der Online-Sonde	64
3.4.2	Ergebnisse Online-Sonde	67
3.5	Zusammenfassung schnelle GC-Techniken.....	70
4	Massenspektrometrische Weitbereichsanalyse.....	72
4.1	Identifizierung von Einzelkomponenten im komplexen Gemisch.....	74
4.1.1	Auswertelgorithmen zur Entfaltung überlagerter Peaks.....	75
4.1.2	Bibliotheken	77
4.2	Weitbereichskalibrierung über mehr als drei Dekaden	81
4.2.1	Referenzmaterialien.....	82
4.2.2	Möglichkeiten der Standardaufgabe	83
4.2.3	Richtigkeit der Analyse	90
4.2.4	Kalibrierung mit internem Standard	92
4.2.5	Responsefaktoren	93
4.2.6	Kalibrierung nach DIN 38402	107
4.2.7	Auswertung in Anlehnung an die DIN 38402	109
4.2.8	Weitbereichskalibrierung nach der MLFR-Methode	112
4.2.9	Auswertung nach der MLFR-Methode.....	116

4.2.10 Reduktion von Datenpunkten.....	124
4.2.11 Eliminierung mit unterschiedlicher Datenpunktverteilung	129
4.2.12 Zusammenfassung Weitbereichskalibrierung.....	134
5 Erprobung und Praxiseinsatz.....	137
5.1 Feldversuch.....	137
5.2 Vor-Ort-Analytik bei Chemieunfällen und Bränden	140
5.2.1 Kategorie I, Transportunfall	140
5.2.2 Kategorie II, Apron Plus	140
5.2.3 Kategorie III, Brand in einer Tischlerei mit Lackiererei	141
5.2.4 Brand in einem Chemikalienlager.....	142
5.2.5 Oberflächenprobe.....	144
5.2.6 Brand in einem Restaurant.....	146
5.2.7 Messungen mit Verdacht auf Kampfstoffe	148
5.3 Allgemeine Regeln zur Anwendung der Standard Operation Procedures	151
5.3.1 Probenahme	151
5.3.2 Stofftrennung	153
5.3.3 Qualitative und quantitative Auswertung	154
5.3.4 Einsatz.....	159
6 Schlussbemerkung und Ausblick	161
7 Anhang.....	164
8 Literaturverzeichnis.....	186