
BGI 505-6

Verfahren zur Bestimmung von Bis(chlormethyl)ether (BCME) (1,1'-Dichlordimethylether)

(bisher ZH 1/120.6)

Hauptverband der gewerblichen Berufsgenossenschaften

Fachausschuß "Chemie"

Juli 1997

Erprobtes und von den Berufsgenossenschaften anerkanntes, diskontinuierliches Verfahren zur Bestimmung von BCME in Arbeitsbereichen:

1. Probenahme mit Pumpe und Adsorption an Porapak Q, Gaschromatographie nach Desorption.
(Ausgabe Dezember 1983, zurückgezogen Juli 1997).

2. Probenahme mit Pumpe, Adsorption an Tenax-TA, thermische Desorption, Gaschromatographie und massenselektive Detektion.
"BCME-2-ATD-GC-ITD".

(Ausgabe: Juli 1997).

Dieses Verfahren ersetzt das Verfahren Nr. 1.

IUPAC-Name: Oxybis(chlormethan)
Bis(chlormethyl)ether

CAS-Reg.-Nr.: 542-88-1

Molmasse: M(BCME) = 115 g/mol

Summenformel: $C_2H_4OCl_2$

Kurzfassung

Mit diesem Verfahren wird die über die Probenahmedauer gemittelte Konzentration von Bis(chlormethyl)ether (BCME) im Arbeitsbereich personenbezogen oder ortsfest bestimmt.

Meßprinzip: Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen durch ein mit internem Standard Methylisobutylketon (MIBK) versehenes Tenax-TA-Adsorptionsröhrchen gesaugt. Adsorbiertes BCME wird zusammen mit dem internen Standard thermisch desorbiert, gaschromatographisch aufgetrennt und mittels Ion-Trap-Detektor (ITD) massenselektiv bestimmt. Probenahme und analytische Bestimmung werden durch den mitgeführten internen Standard MIBK kontrolliert.

Technische Daten

Bestimmungsgrenze: absolut: 1 ng BCME pro Adsorptionsröhrchen,
relativ: 0,33 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ an BCME für 3 l Probeluft entsprechend 0,07 $\mu\text{l}/\text{m}^3$ (ppb).

Selektivität:	Durch die Kombination von gaschromatographischer Trennung und massenselektiver Detektion ist das Verfahren sehr selektiv. In der Praxis hat sich die Trennsäule und die Verwendung der Ionenmasse m/z 79 zur Detektion des BCME bewährt [1], [3].
Vorteile:	Hohe Selektivität in Verbindung mit niedriger Bestimmungsgrenze.
Nachteile:	Keine Anzeige von Konzentrationsspitzen ; hoher analytischer Aufwand.
Apparativer Aufwand:	Pumpe, Gasmengenzähler oder Volumenstromanzeiger, Adsorptionsröhrchen für die automatische Thermodesorption, Gerätekombination bestehend aus automatischem Thermodesorber (ATD), Gaschromatograph (GC) mit Kapillartrennsäule und massenselektivem Detektor (ITD).
Bemerkungen:	Der hohe meßtechnische Aufwand dieses Verfahrens setzt in besonderem Maße praktische Erfahrung mit der Probenahme- und Analysen-Technik voraus. Für die Kalibrierung ist der Umgang mit BCME unvermeidlich. Wegen der hohen Toxizität von BCME sind entsprechende Vorsichtsmaßnahmen zu treffen [2].

Ausführliche Verfahrensbeschreibung

Inhalt

- 1 Geräte, Chemikalien und Lösungen
 - 1.1 Geräte
 - 1.2 Chemikalien und Lösungen
- 2 Probenahme
 - 2.1 Probenvorbereitung
 - 2.2 Durchführung
- 3 Analytische Bestimmung
 - 3.1 Probenaufbereitung und Analyse
 - 3.2 Analytische Arbeitsbedingungen
- 4 Auswertung
 - 4.1 Kalibrierung
 - 4.2 Berechnen des Analysenergebnisses
- 5 Beurteilung des Verfahrens
 - 5.1 Genauigkeit und Wiederfindungsrate
 - 5.2 Bestimmungsgrenze
 - 5.3 Selektivität

- 6 Bemerkungen
- 7 Chromatogramme und Spektren
- 8 Literatur

1 Geräte, Chemikalien und Lösungen

1.1 Geräte

Für die Probenvorbereitung und Probenahme:

- Membranpumpe mit regelbarer Förderleistung im Bereich zwischen 0,005 und 0,05 l/min:
z.B. Modell PP1, Fa. Gilian, Vertrieb in Deutschland: Fa. Ströhlein, Kaarst,
- Gasmengenzähler oder digitaler Strömungsmesser für den Pumpenregelbereich:
z.B. Fa. Analyt GmbH, Müllheim,
- Adsorptionsröhrchen aus Glas oder Stahl, standardisiert für die automatische Thermodesorption:
z.B. Fa. Perkin Elmer, Ueberlingen
Länge: 90 mm
Außen-Durchmesser: 6,35 mm (¼")
Füllung: 100 mg Adsorbens,
- Schutzkappen für den Transport und die Aufbewahrung der Adsorptionsröhrchen,
- Probenahmekappen,
- Kappe mit einer Bohrung von 2 mm Durchmesser zum Aufbringen des Kalibriergases,
- Adsorbens Tenax als Füllung der Adsorptionsröhrchen:
z.B. Tenax-TA 60/80 mesh, Fa. Chrompack, Frankfurt/M.,
- graduierte Gas-Injektionsspritzen, 5 ml, 20 ml,
- Mikroliterspritze, 10 µl,
- Gaspipetten aus Glas, 1000 ml, 200 ml, mit zwei gegenüberliegenden Spindelventilhähnen aus PTFE¹ bzw. Einrichtung zur Gasentnahme über einen mit PTFE-kaschiertem Septum abgedichteten Entnahmestutzen.

Für die Probenaufbereitung und Analyse:

- Laborkleinkammer aus Glas oder durchsichtigem Kunststoff mit ausreichender Luftabsaugung, versehen mit Durchgriffen, die die Montage von nahtlos angeflanschten Schutzhandschuhen bzw. ein freies Arbeiten unter Sicht mit Schutzhandschuhen ermöglicht,
- Gerätekombination aus automatischem Thermodesorber (ATD), Gaschromatographen mit Ion-Trap-Detektor (ITD) und Steuer- und Auswerteeinheit,

¹ Polytetrafluorethylen

- Rollrandfläschchen, 25 ml, mit PTFE-Septum und Aluminiumbördelkappe,
- Verschuß- und Öffnungszange,
- Analysenwaage mit 0,01 mg Auflösung.

1.2 Chemikalien und Lösungen

Bis(chlormethyl)ether (BCME),

Methylisobutylketon (MIBK), interner Standard, Reinheit > 99,5 %.

Gas zum Herstellen der Kalibriergase: trockener Stickstoff, Reinheit 99,996 %,

Gas zum Betrieb der Meßgerätekombination: Helium, Reinheit 99,9999 %.

MIBK-Stammgas:

Gasmischung von 4,75 g/ml an MIBK

5 µl MIBK, Dichte 0,95 kg/l, entsprechend 4,75 mg MIBK, werden in eine trockene evakuierte 1000-ml-Gaspipette eingespritzt und diese mit trockenem Stickstoff belüftet.

MIBK-Kalibriergas:

Gasmischung von 9,5 ng/ml an MIBK
(Probenahme-Standard, interner Standard)

Mittels 5-ml-Gasspritze werden z.B. 2 ml MIBK-Stammgas in einer trockenen evakuierten 1000-ml-Gaspipette wie zuvor beschrieben verdünnt. Die MIBK-Konzentration in dieser Gaspipette beträgt dann 9,5 ng/ml.

1 ml dieses Kalibriergases – auf ein Adsorptionsröhrchen aufgebracht und anschließend analysiert – liefert ein Meßsignal, das der zehnfachen Bestimmungsgrenze von MIBK in Luft für ein Probevolumen von 3 Litern entspricht, d.h. einer Konzentration von 3,2 µg/m³ bzw. 0,66 µl/m³ (ppb) an MIBK.

BCME-Stammgas:

Gasmischung von 6,58 µg/ml an BCME.

5 µl BCME, Dichte 1,315 kg/l, entsprechend 6,58 mg BCME, werden mittels Mikroliterspritze unter Vorsichtsmaßnahmen in eine trockene evakuierte 1000-ml-Gaspipette eingespritzt und diese mit trockenem Stickstoff belüftet.

BCME-Kalibriergase:

Gasmischungen von 13,2 ng/ml ; 1,3 ng/ml an BCME.

Mittels 5-ml-Gasspritze werden z.B. 2 ml BCME-Stammgas in einer trockenen evakuierten 1000-ml-Gaspipette wie zuvor beschrieben verdünnt. Die BCME-Konzentration in dieser Gaspipette beträgt dann 13,2 ng/ml. Mittels 20-ml-Gasspritze werden z.B. 20 ml des so hergestellten BCME-Kalibriergases in einer trockenen evakuierten 200-ml-Gaspipette wie zuvor beschrieben verdünnt. Die BCME-

Konzentration in dieser Gaspipette beträgt dann 1,3 ng/ml. 1 ml des jeweiligen Kalibriergases – auf Adsorptionsröhrchen aufgebracht und anschließend analysiert – liefert Meßsignale, die der einfachen bzw. zehnfachen Bestimmungsgrenze von BCME in Luft für ein Probe-Luftvolumen von 3 Litern entsprechen, d.h. einen Kalibrier-Konzentrationsbereich von 4,3 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ bzw. 1 $\mu\text{l}/\text{m}^3$ (ppb) bis 0,43 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ bzw. 0,1 $\mu\text{l}/\text{m}^3$ (ppb) an BCME abdecken.

2 Probenahme

2.1 Probenvorbereitung

Vorreinigung durch thermische Desorption:

Ein Adsorptionsröhrchen wird frühestens 24 Stunden vor Verwendung in der Thermodesorptionseinheit soweit ausgeheizt, daß unter Analysenbedingungen keine den Nachweis von BCME störende Verunreinigungen feststellbar sind. Hierzu wird das Röhrchen im Thermodesorber plaziert und 10 Minuten bei 150 ausgeheizt.

Das Adsorptionsröhrchen wird anschließend mit Kappen versehen, die in einem Vakuumtrockenschrank 24 Stunden bei 40 unter Vakuum (z.B. 0,01 bar) frisch ausgeheizt sind.

Leerwertkontrolle:

Die Leerwert-Kontrolle erfolgt gegebenenfalls unter Berücksichtigung des Leerwerts aus dem Leerwert-Massenchromatogramm. Letzteres wird dadurch erhalten, daß das identische – bereits thermisch vorgereinigte – Adsorptionsröhrchen vor dem Aufbringen des internen Standards wie eine Probe der analytischen Bestimmung (Abschnitt 3.2) unterworfen wird.

Bemerkung:

Dieser Arbeitsgang ist für signifikant beladene Adsorptionsröhrchen erforderlich, bevor diese wieder zur Probenahme eingesetzt werden können. Für frisch mit Tenax-TA gefüllte Adsorptionsröhrchen ist der Arbeitsgang u. U. mehrfach durchzuführen. Für schon eingesetzte Adsorptionsröhrchen ist im allgemeinen der oben beschriebene Ausheizvorgang nach der analytischen Bestimmung ausreichend, um ein leerwertfreies Adsorptionsröhrchen zu erhalten.

Aufbringen des Probenahmestandards:

Von dem Adsorptionsröhrchen werden die Schutzkappen unmittelbar vor Probenahme im Labor entfernt. Anschließend wird es mit einer auf einen Volumenstrom von etwa 0,05 l/min eingestellten Membranpumpe verbunden. Das Adsorptionsröhrchen wird dann ansaugseitig mit einem leeren Adsorptionsröhrchen (Vorröhrchen) auf Stoß verbunden, welches mit der auf 2 mm Durchmesser durchbohrten Kappe versehen ist. Die Pumpe wird in Betrieb gesetzt. Mittels Injektionsspritze werden anschließend langsam 1 ml MIBK-Kalibriergas (siehe Abschnitt 1.2) innerhalb von etwa 15 bis 30 s durch die Kappe hindurch – soweit die Injektionsnadel reicht – in das Vorröhrchen injiziert. Die Pumpe sollte mindestens eine Minute weiterlaufen. Beide Röhrchen werden dann getrennt und das gefüllte Adsorptionsröhrchen mit den Schutzkappen wieder verschlossen.

2.2 Durchführung

Die Membranpumpe wird mittels Strömungsmesser auf einen Volumenstrom von etwa 0,015 l/min eingestellt. Das Adsorptionsröhrchen wird nach Entfernen der Schutzkappen mit der Membranpumpe verbunden und im Atembereich einer Person oder stationär am Meßort befestigt. Nach der Probenahme wird das Adsorptionsröhrchen mit den Schutzkappen verschlossen und umgehend analysiert.

3 Analytische Bestimmung

3.1 Probenaufbereitung und Analyse

Das Röhrchen wird im automatischen Thermodesorber plaziert und anschließend analysiert.

Wiederfindungsrate (Funktionsprüfung):

Um sicherzustellen, daß die Wiederfindungsrate des Probenahmestandards MIBK ausreicht bzw. die Kondition des Meßgerätesystems den Anforderungen der Methode bezüglich der Meßempfindlichkeit und des Leerwertes entspricht, werden pro Probenserie drei für die Probenahme vorbereitete Adsorptionsröhrchen ohne Luftbeaufschlagung der analytischen Bestimmung (Abschnitt 3.2) unterworfen.

3.2 Analytische Arbeitsbedingungen

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

Geräte: Gerätekombination bestehend aus automatischem Thermodesorber ATD 400 der Fa. Perkin Elmer, Gaschromatograph 3400 der Fa. Varian und Ion-Trap-Detektor ITD 800 der Fa. Finnigan, Steuer- bzw. Auswerterechner mit Quantifizierungsprogramm für den Ion-Trap-Detektor.

Arbeitsbedingungen des Thermodesorbers ATD 400:

Temperaturen und Zeiten:

Röhrchenofen: Desorptions-Temp.: 150 °C,
Desorptionszeit: 15 min.

Kühlfalle: Kondensations-Temp.: – 25 °C,
Verdampfungs-Temp.: 150 °C,
Aufheiz-(Dosier)-Modus: "fast".

Transfer-Leitung: Temperatur: 150 °C

Trägergas: Helium, 90 kPa

Desorptionsfluß: 10 ml/min

Inlet-Split-Modus: "off"

Outlet-Split: 3 ml/min

Gaschromatographische Arbeitsbedingungen:

Trennsäule: Quarzkapillare, z.B. Fa. Macherey-Nagel:
Stationäre Phase: OV 1 (Methylsilicon)
Filmdicke: 1,02 µm
Länge: 50 m
Innendurchmesser: 0,32 mm

Temperaturen und Zeiten:

Ofentemperaturprogramm:

Anfangstemperatur: 40 °C
Haltezeit 1: 4 min
Temperaturprogramm: 10 °C/min
Endtemperatur: 150 °C
Haltezeit 2: 5 min

Arbeitsbedingungen des Ion-Trap-Detektors:

Registrierart: full scan

Massenbereich: 40 – 200 amu

Scandauer: 1 s

Registrier-Ionen zur Auswertung:

m/z 79, m/z 81, m/z 49 für BCME
m/z 43, m/z 58 für MIBK
(Probenahme-Standard, interner Standard)

4 Auswertung

4.1 Kalibrierung

Für BCME wird zur quantitativen Bestimmung die Ionenmasse m/z 79 verwendet [4], [5]. Als Kontrolle dient die korrespondierende Ionenmasse m/z 81, die im Chlorisotopenverhältnis mit einem Drittel der Intensität der Ionenmasse m/z 79 auftritt. Ist dies nicht der Fall, ist der Nachweis vom BCME gestört. Gegebenenfalls kann auf das Fragment der Ionenmasse m/z 49 zurückgegriffen werden. Die Ionenmasse m/z 49, die eine vergleichbare Intensität wie m/z 79 aufweist, besitzt häufig ein besseres Signal-Rausch-Verhältnis. Die Bestimmungsgrenze ändert sich hierdurch nicht signifikant. Von MIBK wird die Ionenmasse m/z 43 als interner Standard ausgewertet. Als Kontrolle dient die korrespondierende Ionenmasse m/z 58, die etwa 25 % der Intensität der Ionenmasse m/z 43 ausmacht. Ist dies nicht der Fall, ist der Nachweis von MIBK gestört.

Die Kalibrierkurve, ermittelt unter Verwendung der intensivsten Ionenmasse m/z 79 für BCME und m/z 43 für MIBK im Massenspektrum, die der einfachen, zehnfachen und einhundertfachen Bestimmungsgrenze für BCME entspricht, verläuft nicht linear. In der praktischen Anwendung wird mit einem Kalibrierpunkt bei der einfachen und der zehnfachen Bestimmungsgrenze der zu kontrollierende Konzentrationsbereich hinreichend linear abgedeckt.

Für jede gewählte Kalibriergas-Konzentration werden jeweils sechs Adsorptionsröhrchen unter Probenahmebedingungen mit 1 ml BCME-Kalibriergas und zusätzlich mit 1 ml MIBK-Kalibriergas beaufschlagt (siehe Abschnitt 2.1), mit Schutzkappen verschlossen und im automatischen Probengeber des Thermodesorbers plaziert. Diese Kalibrierröhrchen werden unter den in Abschnitt 3 angegebenen Arbeitsbedingungen analysiert. Für jede Kalibriergas-Konzentration werden die gewählten Kalibrier-Ionenmassen von BCME und MIBK automatisch registriert und die Peakflächen berechnet. Für die Ermittlung des Kalibrierfaktors werden die Mittelwerte aus den sechs einzelnen Bestimmungen verwendet.

Der Kalibrierfaktor wird mit Hilfe der erhaltenen Peakflächen von BCME und des internen Standards MIBK nach Formel (1) ermittelt:

$$f = \frac{F_{isk} \cdot m}{F_k \cdot m_{is}} \quad (1)$$

Es bedeuten:

f = Kalibrierfaktor für BCME,

F_k = Peakfläche der BCME-Ionenmasse m/z 79 im Massenchromatogramm des Kalibrier-Röhrchens,

F_{isk} = Peakfläche der MIBK-Ionenmasse m/z 43 im Massenchromatogramm des Kalibrier-Röhrchens,

m = Masse des BCME, im Kalibriergasvolumen von 1 ml enthalten,

m_{is} = Masse des MIBK, im Kalibriergasvolumen von 1 ml enthalten.

Unterscheiden sich die jeweiligen Kalibrierfaktoren für die beiden BCME-Kalibriermassen um weniger als 10 %, kann der Mittelwert verwendet werden. Bei einem Unterschied von >10 % aber <30 % ist eine lineare Interpolation über den Auswertebereich erlaubt. Größere Unterschiede als angeführt weisen auf Gerätefehler hin und machen eine Überprüfung notwendig.

Wiederfindungsrate des Probenahme Standards MIBK:

Die Berechnung der Wiederfindungsrate erfolgt unter Verwendung der normierten Peakfläche von MIBK aus der Analyse des innerhalb einer Probenserie mitgeführten Kontrollröhrchens (siehe Abschnitt 3.1) und der normierten Peakfläche von MIBK aus der Analyse eines Proberöhrchens nach der Formel (2):

$$\eta = \frac{F_{is}}{F_{ctr}} \quad (2)$$

Es bedeuten:

η = Wiederfindungsrate,

F_{is} = Peakfläche der Ionenmasse m/z 43 des MIBK im Massenchromatogramm des Proberöhrchens (Abschnitt 4.2),

F_{ctr} = Peakfläche der Ionenmasse m/z 43 des MIBK im Massenchromatogramm des Kontrollröhrchens.

Die Wiederfindungsrate von MIBK dient zur qualitativen Kontrolle des jeweiligen Probenahmeverganges. Sie sollte mindestens 0,5 betragen. Eine schlechte Wiederfindungsrate weist auf Probleme bei der Probenahme hin.

4.2 Berechnen des Analysenergebnisses

Die Berechnung der Massenkonzentration an BCME in der Probeluft in $\mu\text{g}/\text{m}^3$ erfolgt nach der Formel (3):

$$c_m = \frac{F \cdot m_{is} \cdot f'}{F_{is} \cdot V} \quad (3)$$

Für die Berechnung der Volumenkonzentration c_v in ml/m^3 gilt, bezogen auf $20\text{ }^\circ\text{C}$ und 1013 hPa , Formel (4):

$$c_v = 0,21 \cdot c_m \quad (4)$$

Es bedeuten:

c_m = Massenkonzentration des BCME in der Probeluft in g/m^3 ,

c_v = Volumenkonzentration des BCME in der Probeluft in $\mu\text{l}/\text{m}^3$ (ppb),

F = Peakfläche der Ionenmasse m/z 79 des BCME im Massenchromatogramm des Probe-Röhrchens,

F_{is} = Peakfläche der Ionenmasse m/z 43 des MIBK im Massenchromatogramm des Proberöhrchens,

f' = mittlerer Kalibrierfaktor für BCME,

m_{is} = Masse des MIBK (Probenahmestandard, interner Standard) auf dem Proberöhrchen in ng,

V = Probeluftvolumen in l.

5 Beurteilung des Verfahrens

5.1 Genauigkeit und Wiederfindungsrate

Wie unter Abschnitt 4.1 zur Bestimmung der Kalibrierfaktoren beschrieben, wurden jeweils sechs Adsorptionsröhrchen mit 1 ml des jeweiligen BCME-Kalibriergases und zusätzlich mit 1 ml MIBK-Kalibriergas beaufschlagt. Anschließend wurden unter Probenahmebedingungen durch jedes der Adsorptionsröhrchen 3 Liter Laborluft gesaugt. Die Adsorptionsröhrchen wurden unter den in Abschnitt 3 angegebenen Arbeitsbedingungen analysiert. Die aufgegebenen BCME-Massen entsprachen dabei der einfachen und zehnfachen Bestimmungsgrenze. Bei der sechsfachen Durchführung des beschriebenen Verfahrens ergaben sich relative Standardabweichungen von jeweils $< 15\%$. Die Wiederfindungsraten lagen unter den in Abschnitt 3.2 beschriebenen Bedingungen jeweils über 0,9.

5.2 Bestimmungsgrenze

Die absolute Bestimmungsgrenze beträgt unter Analysenbedingungen 1 ng BCME pro Adsorptionsröhrchen. Bei 3 Litern Probeluft entspricht das einer relativen Bestimmungsgrenze von 0,33 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ an BCME bzw. 0,07 $\mu\text{l}/\text{m}^3$ (ppb) an BCME.

5.3 Selektivität

Durch die Kombination von gaschromatographischer Trennung und massenselektiver Detektion ist das Verfahren sehr selektiv. In der Praxis hat sich die Trennsäule und die Verwendung der Ionenmasse m/z 79 zur Detektion des BCME bewährt [1], [3].

6 Bemerkungen

Zur Ermittlung des maximalen Probeluftvolumens wurden Versuche durchgeführt, bei denen bis zu 10 Litern Laborluft durch mit BCME und MIBK beaufschlagte Adsorptionsröhrchen gesaugt wurden. Bei Probeluftvolumina bis 3 Litern wurden keine BCME-Verluste festgestellt. Für Probeluftvolumina von 5 Litern lag die jeweilige Wiederfindungsrate über 0,85, jedoch nahm die Anzahl der Röhrchen, bei denen Verluste auftraten, ab 5 Liter Probeluft deutlich zu. Dieses Ergebnis ist darauf zurückzuführen, daß die Tenax-TA-Füllung hinsichtlich Festigkeit bzw. Homogenität nicht in beliebig engen Toleranzen herstellbar ist. Es empfiehlt sich daher Adsorptionsröhrchen anhand ihres BCME-Rückhaltevermögens abzuprüfen und auszuwählen.

7 Chromatogramme und Spektren

Die folgenden drei Abbildungen entstammen alle aus dem gleichen Analysenlauf einer realen Probe. Die Meßkonzentration entspricht dabei der zweifachen Bestimmungsgrenze für BCME.

Die obere Abbildung enthält das Totalionenstrom-Chromatogramm und die Massenchromatogramme der Ionenmassen m/z 43 und 58 für den inneren Standard MIBK in gemeinsamer Darstellung.

Die mittlere Abbildung enthält die Massenchromatogramme der Ionen-Massen m/z 79, m/z 81, m/z 49 für BCME in gemeinsamer Darstellung.

Die untere Abbildung enthält das im BCME-Peakmaximum registrierte Massenspektrum nach Untergrundbereinigung.

8 Literatur

- [1] Hauptverband der gewerblichen Berufsgenossenschaften, Zentralstelle für Unfallverhütung und Arbeitsmedizin, Fachausschuß "Chemie", ZH 1/120.6 (Dez. 1983), "Verfahren zum Nachweis von 1,1'-Dichlordimethylether (Bis-chlormethylether, BCME)".
- [2] Berufsgenossenschaft der Chemischen Industrie, Merkblatt M 028, "Dichlordimethylether (Bis-chlormethylether), Monochlordimethylether".
- [3] Deutsche Forschungsgemeinschaft, Senatskommission zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe – Arbeitsgruppe "Analytische Chemie", Analytische Methoden Band 1, DFG Nr. 1 (1979), "Bis-chlormethyläther (BCME), Dichlordimethyläther".
- [4] Evans, K. E. et al., J. Anal. Chem. 47, 821 – 824 (1975), "Detection and Estimation of Bis(chloromethyl)ether in Air by Gas Chromatography – High Resolution Mass Spectrometry".
- [5] Fa. Perkin Elmer Ltd. / England, Gas Chromatography Applications, Number 25 (1988), "Atmospheric Monitoring of Bischloromethylether at low ppb Levels".

Anlage: Chromatogramme und Spektren

