

E DIN EN 17322:2018-12 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2018-11-09

Umweltrelevante feste Matrices - Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (PCB) mittels Gaschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) oder Elektronen-Einfang-Detektion (GC-ECD); Deutsche und Englische Fassung prEN 17322:2018

Environmental Solid Matrices - Determination of polychlorinated biphenyls (PCB) by gas chromatography - mass selective detection (GC-MS) or electron-capture detection (GC-ECD); German and English version prEN 17322:2018

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung.....	8
5 Störungen.....	9
5.1 Störungen bei Probenahme und Extraktion	9
5.2 Störungen bei GC	9
6 Sicherheitshinweise	9
7 Reagenzien	10
7.1 Allgemeines	10
7.2 Reagenzien für die Extraktion.....	10
7.3 Reagenzien für die Reinigung.....	10
7.3.1 Reinigungsverfahren A mit Aluminiumoxid	10
7.3.2 Reinigungsverfahren B mit Kieselgel 60 für Säulenchromatographie	10
7.3.3 Reinigungsverfahren C mit Gelpermeationschromatographie (GPC)	11
7.3.4 Reinigungsverfahren D mit Florisil®	11
7.3.5 Reinigungsverfahren E mit Siliciumdioxid/H ₂ SO ₄ und Siliciumdioxid/NaOH.....	11
7.3.6 Reinigungsverfahren F mit Benzensulfonsäure/Schwefelsäure	12
7.3.7 Reinigungsverfahren G mit TBA-Sulfit-Reagenz	12
7.3.8 Reinigungsverfahren H mit pyrogenem Kupfer	12
7.3.9 Reinigungsverfahren I mit Siliciumdioxid/Silbernitrat	13
7.4 Gaschromatographische Analyse	13
7.5 Standards	13
7.5.1 Allgemeines	13
7.5.2 Kalibrierstandards	13
7.5.3 Interne Standards und Injektionsstandards	14
7.6 Herstellung von Standardlösungen	15
7.6.1 Herstellung von PCB-Kalibrierstandardlösungen	15
7.6.2 Herstellung der Lösungen von internen Standards	15
7.6.3 Herstellung der Lösung des Injektionsstandards.....	16
8 Geräte.....	16
8.1 Extraktions- und Reinigungsverfahren.....	16
8.2 Gaschromatograph	17
8.2.1 Allgemeines	17

9	Lagerung und Konservierung von Proben	17
9.1	Lagerung der Proben	17
9.2	Probenvorbehandlung	17
10	Durchführung	18
10.1	Blindwertbestimmung.....	18
10.2	Extraktion	19
10.2.1	Allgemeines.....	19
10.2.2	Extraktionsverfahren 1: Proben, bei denen Aceton/Petrolether oder hexanähnliches Lösemittel und Schütteln oder Ultraschall angewendet werden.....	20
10.2.3	Extraktionsverfahren 2: Proben, bei denen Soxhlet angewendet wird.....	21
10.2.4	Extraktionsverfahren 3: Proben, bei denen Aceton/Petrolether oder hexanähnliches Lösemittel/Natriumchlorid und Schütteln angewendet werden	21
10.3	Einengen.....	22
10.4	Reinigen des Extrakts	22
10.4.1	Allgemeines.....	22
10.4.2	Reinigungsverfahren A – Aluminiumoxid	23
10.4.3	Reinigungsverfahren B – Kieselgel.....	24
10.4.4	Reinigungsverfahren C – Gelpermeationschromatographie.....	24
10.4.5	Reinigungsverfahren D – Florisil®	25
10.4.6	Reinigungsverfahren E – Siliciumdioxid/H ₂ SO ₄ und Siliciumdioxid/NaOH	25
10.4.7	Reinigungsverfahren F – Benzensulfonsäure/Schwefelsäure.....	25
10.4.8	Reinigungsverfahren G – TBA-Sulfit-Reagenz.....	25
10.4.9	Reinigungsverfahren H — Reinigung mit pyrogenem Kupfer zum Entfernen von elementarem Schwefel und einigen weiteren organischen Schwefelverbindungen	26
10.4.10	Reinigungsverfahren I — AgNO ₃ /Siliciumdioxid	26
10.5	Zugabe des Injektionsstandards	26
10.6	Gaschromatographische Analyse (GC)	26
10.6.1	Allgemeines.....	26
10.6.2	Einstellen des Gaschromatographen	27
10.7	Massenspektrometrie (MS).....	27
10.7.1	Massenspektrometrische Bedingungen	27
10.7.2	Kalibrierung des Verfahrens unter Anwendung eines internen Standards	28
10.7.3	Messung.....	29
10.7.4	Identifizierung	30
10.7.5	Überprüfung der Verfahrensleistung	30
10.7.6	Berechnung	31
10.8	Elektroneneinfangdetektion (ECD)	32
10.8.1	Allgemeines.....	32
10.8.2	ECD-Bedingungen.....	32
10.8.3	Kalibrierung des Verfahrens unter Anwendung von internen Standards.....	32
10.8.4	Messung.....	32
10.8.5	Identifizierung	33
10.8.6	Überprüfung der Verfahrensleistung von ECD	33
10.8.7	Berechnung	34
11	Verfahrenskenndaten.....	34
12	Präzision	34
13	Prüfbericht	34
Anhang A (informativ)	Daten für die Wiederhol- und Vergleichpräzision	35
A.1	Im Ringversuch verwendete Materialien	35
A.2	Ergebnisse der Ringversuche	36
Anhang B (informativ)	Beispiele für Retentionszeiten von PCB	41
Anhang C (informativ)	Berechnungsverfahren zur Schätzung des Gesamtgehalts an PCB	42
Literaturhinweise		50