

DIN CEN/TS 16190:2012-05 (D)

Schlamm, behandelter Bioabfall und Boden - Bestimmung von Dioxinen und Furanen sowie Dioxin vergleichbaren polychlorierten Biphenylen mittels Gaschromatographie und hochauflösender massenspektrometrischer Detektion (HR GC-MS); Deutsche Fassung CEN/TS 16190:2012

Inhalt	Seite
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Symbole und Abkürzungen	7
4 Grundlage des Verfahrens	7
5 Reagenzien	7
5.1 Chemikalien	7
5.2 Standards	8
6 Geräte und Materialien	8
6.1 Allgemeines	8
6.2 Geräte zur Probenvorbereitung	8
6.3 Soxhlet-Extraktionsapparat	8
6.4 Reinigungsvorrichtung	8
6.5 Konzentrationsvorrichtung	9
6.6 Sonstige Geräte	9
7 Probenlagerung und Probenvorbehandlung	9
7.1 Probenlagerung	9
7.2 Probenvorbehandlung	10
8 Extraktion und Reinigung	10
8.1 Allgemeines	10
8.2 Extraktion	10
8.3 Reinigung	11
8.3.1 Allgemeines	11
8.3.2 Gel-Permeations-Chromatographie	11
8.3.3 Mehrschichtsäule	11
8.3.4 Schwefelsäurebehandlung	12
8.3.5 Aktivkohlesäule	12
8.3.6 Aluminiumoxidsäule	12
8.3.7 Entfernen von Schwefel	12
8.4 Endkonzentration des gereinigten Probenextrakts	12
8.5 Hinzugabe des Wiederfindungsstandards	13
9 HRGC/HRMS-Analyse	13
9.1 Allgemeines	13
9.2 Gaschromatographische Analyse	13
9.3 Massenspektrometrische Detektion	13
9.4 Mindestanforderungen für die Identifizierung von PCDF/PCDD und PCB	15
9.5 Mindestanforderungen für die Quantifizierung von PCDF/PCDD und PCB	15
9.6 Kalibrierung des HRGC/HRMS Systems	16
9.6.1 Allgemeines	16
9.6.2 Kalibrierung für 2,3,7,8-Kongenerne	16
9.6.3 Kalibrierung für Summe homologer Gruppen	17
9.7 Quantifizierung der HRGC/HRMS-Ergebnisse	18

9.7.1	Quantifizierung der Konzentrationen von 2,3,7,8-Kongeneren	18
9.7.2	Quantifizierung der Wiederfindungsraten von ¹³ C-markierten Standards	18
9.7.3	Quantifizierung der Summe homologer Gruppen	19
9.7.4	Berechnung des Toxizitätsäquivalents	19
9.7.5	Berechnung der Nachweisgrenze und der Bestimmungsgrenze	19
10	Präzisionsdaten	20
11	Analysenbericht	20
Anhang A (informativ) Toxizitätsäquivalenzfaktoren		21
Anhang B (informativ) Daten für die Wiederholpräzision und die Vergleichpräzision		23
B.1	Materialien für den Ringversuch	23
B.2	Ergebnisse des Ringversuchs	24
Anhang C (informativ) Beispiele für Extraktions- und Reinigungsverfahren		27
C.1	Beispiel A.....	27
C.1.1	Allgemeines	27
C.1.2	Chemikalien	27
C.1.3	Durchführung	28
C.2	Beispiel B: Zulässige Reinigungsverfahren	33
Anhang D (informativ) Ausführungsbeispiele für die GC/HRMS-Bestimmung		35
D.1	Beispiel	35
D.1.1	Allgemeines	35
D.1.2	Gaschromatographische Analyse.....	35
D.1.3	Massenspektrometrische Detektion	36
Literaturhinweise		39