

DIN CEN/TS 16181:2013-12 (D)

Schlamm, behandelter Bioabfall und Boden - Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) mittels Gaschromatographie (GC) und Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC); Deutsche Fassung CEN/TS 16181:2013

Inhalt	Seite
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Grundlage des Verfahrens	8
5 Störungen.....	8
5.1 Störungen bei Probenahme und Extraktion	8
5.2 Störungen bei GC-MS	9
5.3 Störungen bei HPLC.....	9
6 Sicherheitshinweise	9
7 Reagenzien.....	10
7.1 Allgemeines	10
7.2 Reagenzien für Extraktionsverfahren.....	10
7.3 Reagenzien für Reinigungsverfahren.....	10
7.4 Reagenzien für chromatographische Analyse	11
7.4.1 Gaschromatographische Analyse	11
7.4.2 HPLC-Analyse.....	11
7.5 Standards	12
7.5.1 Referenzsubstanzen, interne Standards.....	12
7.5.2 Injektionsstandard.....	12
7.6 Herstellung der Standardlösungen	13
7.6.1 Allgemeines	13
7.6.2 Standardlösungen für die HPLC-Analyse	13
7.6.3 Standardlösungen für die GC-MS-Analyse.....	13
7.6.4 Kalibrierstandardlösungen.....	14
7.7 Herstellung der Lösungen von internen Standards	14
7.8 Herstellung der Lösung von Injektionsstandard	14
8 Geräte	14
8.1 Extraktions- und Reinigungsverfahren	14
8.2 Gaschromatograph	15
8.3 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatograph	15
9 Probenlagerung und Probenkonservierung.....	16
9.1 Probenlagerung	16
9.2 Probenkonservierung und –vorbehandlung.....	16
10 Durchführung.....	17
10.1 Blindwertbestimmung.....	17
10.2 Extraktion	17
10.2.1 Allgemeines	17
10.2.2 Extraktionsverfahren 1: Extraktion mittels Aceton/Petrolether und Schütteln	18
10.2.3 Extraktionsverfahren 2: Soxhlet-Extraktion (trockene Proben)	19
10.2.4 Extraktionsverfahren 3: Feuchte Proben, die eine Extraktion mittels Aceton/Petrolether/Natriumchlorid und Schütteln erfordern	19

10.3	Einengen oder Verdünnen	19
10.3.1	Allgemeines	19
10.3.2	Für die HPLC-Analyse	20
10.4	Reinigen des Extrakts (Clean-up)	20
10.4.1	Allgemeines	20
10.4.2	Reinigungsverfahren A — Aluminiumoxid	21
10.4.3	Reinigungsverfahren B — Kieselgel	21
10.4.4	Reinigungsverfahren C — Gelpermeationschromatographie (Styren-Divinylbenzen-Harz)	21
10.4.5	Reinigungsverfahren D — DMF/Cyclohexan-Verteilung zur Entfernung aliphatischer Kohlenwasserstoffe	22
10.5	Zugabe des Injektionsstandards	22
10.6	Gaschromatographische Analyse (GC)	22
10.6.1	Gaschromatographische Analyse mit massenspektrometrischer Detektion	22
10.6.2	Kalibrierung des Verfahrens unter Anwendung des internen Standards	23
10.6.3	Messung	24
10.6.4	Identifizierung	24
10.6.5	Prüfung der Verfahrensleistung	24
10.6.6	Berechnung	25
10.7	Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC)	26
10.7.1	Allgemeines	26
10.7.2	Chromatographische Trennung	26
10.7.3	Detektion	26
10.7.4	Kalibrierung	27
10.7.5	Messungen an Proben	28
10.7.6	Berechnung	28
11	Verfahrenskenndaten	29
12	Präzision	29
13	Analysenbericht	29
Anhang A (informativ) Daten für die Wiederhol- und Vergleichpräzision		30
A.1	Materialien für den Ringversuch	30
A.2	Ergebnisse des Ringversuchs	30
Anhang B (informativ) Beispiel für Instrumenteneinstellungen und Chromatogramme		33
B.1	Messung von PAK mit GC-MS	33
B.2	Messung von PAK mit HPLC-Fluoreszenz	39
Literaturhinweise		43