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