

DIN EN 16181:2019-08 (D)

Boden, behandelter Bioabfall und Schlamm - Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) mittels Gaschromatographie (GC) und Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC); Deutsche Fassung EN 16181:2018

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung.....	9
5 Störungen.....	9
5.1 Störungen bei Probenahme und Extraktion.....	9
5.2 Störungen bei GC-MS	9
5.3 Störungen bei HPLC	10
6 Sicherheitshinweise	10
7 Reagenzien	10
8 Geräte.....	16
9 Probenlagerung und Probenkonservierung	17
9.1 Probenlagerung	17
9.2 Probenvorbehandlung.....	18
10 Durchführung	18
10.1 Blindwertbestimmung.....	18
10.2 Extraktion	19
10.2.1 Allgemeines.....	19
10.2.2 Extraktionsverfahren 1: Extraktion mittels Aceton/hexanähnlichen Lösemittels und Schütteln	20
10.2.3 Extraktionsverfahren 2: Soxhlet-Extraktion (trockene Proben).....	21
10.2.4 Extraktionsverfahren 3: Aceton/Petrolether/Natriumchlorid und Schütteln.....	21
10.3 Einengen oder Verdünnen.....	22
10.3.1 Allgemeines.....	22
10.3.2 Für die HPL-Analyse	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 (Styren-Divinylbenzen-Harz).....	24
10.4.5 Reinigungsverfahren D — DMF/Cyclohexan-Verteilung zur Entfernung aliphatischer Kohlenwasserstoffe	24
10.5 Zugabe des Injektionsstandards	25
10.6 Gaschromatographische Analyse (GC)	25
10.6.1 Gaschromatographische Analyse mit massenspektrometrischer Detektion	25
10.6.2 Kalibrierung des Verfahrens unter Anwendung eines internen Standards.....	26
10.6.3 Messung.....	27

10.6.4	Identifizierung	27
10.6.5	Prüfung der Verfahrensleistung.....	27
10.6.6	Berechnung	28
10.7	Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC)	29
10.7.1	Allgemeines.....	29
10.7.2	Chromatographische Trennung	29
10.7.3	Detektion	29
10.7.4	Kalibrierung.....	30
10.7.5	Messungen an Proben.....	31
10.7.6	Berechnung	31
11	Verfahrenskenndaten.....	32
12	Präzision	32
13	Analysenbericht.....	32
Anhang A (informativ) Daten für die Wiederhol- und Vergleichpräzision		33
A.1	Im Ringversuch verwendete Materialien	33
A.2	Ergebnisse des Ringversuches.....	33
Anhang B (informativ) Beispiel für gerätetechnische Bedingungen und Chromatogramme		36
B.1	Messung von PAK mit GC-MS	36
B.2	Messung von PAK mit HPLC-Fluoreszenz.....	42
Literaturhinweise		46