DIN EN 17503:2022-08 (D)

Boden, Schlamm, behandelter Bioabfall und Abfall - Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) mittels Gaschromatographie (GC) und Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC); Deutsche Fassung EN 17503:2022

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 4

Einleitung ... 5

1 Anwendungsbereich ... 6

2 Normative Verweisungen ... 7

3 Begriffe ... 7

4 Kurzbeschreibung ... 9

5 Störungen ... 10
5.1 Störungen bei Probenahme und Extraktion ... 10
5.2 Störungen bei der GC-MS ... 10
5.3 Störungen bei der HPLC ... 10

6 Sicherheitshinweise ... 11

7 Reagenzien ... 11
7.1 Allgemeines ... 11
7.2 Reagenzien für die Extraktion ... 11
7.3 Reagenzien für die Aufreinigung ... 11
7.3.1 Aufreinigungsverfahren A mit Aluminiumoxid ... 11
7.3.2 Reinigungsverfahren B mit Kieselgel 60 für Säulenchromatographie ... 12
7.3.3 Reinigungsverfahren C mit Gelpermeationschromatographie (GPC) ... 12
7.4 Reagenzien für die chromatographische Analyse ... 13
7.4.1 GC-Analyse ... 13
7.4.2 HPLC-Analyse ... 13
7.5 Standards ... 13
7.5.1 Allgemeines ... 13
7.5.2 Kalibriersubstanzen und interne Standards ... 13
7.5.3 Injektionsstandard ... 14
7.6 Herstellung der Standardlösungen ... 14
7.6.1 Allgemeines ... 14
7.6.2 Herstellung der Kalibrierstandardlösungen für die GC-MS ... 15
7.6.3 Herstellung der internen Standardlösung für die GC-MS ... 15
7.6.4 Herstellung der Injektionsstandardlösung für die GC-MS ... 15
7.6.5 Herstellung der Kalibrierstandardlösungen für die HPLC ... 15
7.6.6 Herstellung der Extraktionsstandardlösung für die HPLC ... 15

8 Geräte ... 16
8.1 Extraktions- und Aufreinigungsverfahren ... 16
8.2 Gaschromatograph ... 17
8.2.1 Allgemeines ... 17
8.2.2 Kapillarsäulen ... 17
8.3 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatograph (HPLC-System) ... 17
8.3.1 Allgemeines ... 17
8.3.2 Analytische Trennsäule ... 17

9 Probenlagerung und Probenkonservierung 17
9.1 Probenlagerung 17
9.2 Probenvorbehandlung 18

10 Durchführung 19
10.1 Blindwertbestimmung 19
10.2 Extraktion 19
10.2.1 Allgemeines 19
10.2.2 Extraktionsverfahren 1: Aceton/hexanähnliches Lösemittel und Schütteln oder Ultraschallanwendung 20
10.2.3 Extraktionsverfahren 2: Soxhlet-Extraktion 21
10.2.4 Extraktionsverfahren 3: Hochdruck-Flüssigextraktion (PLE) 21
10.2.5 Extraktionsverfahren 4: Aceton/hexanähnliches Lösemittel/Natriumchlorid und Schütteln 22
10.3 Einengen 22
10.3.1 Allgemeines 22
10.3.2 Für die HPLC-Analyse 22
10.4 Aufreinigung des Extrakts 23
10.4.1 Allgemeines 23
10.4.2 Aufreinigungsverfahren A – Aluminiumoxid 23
10.4.3 Aufreinigungsverfahren B – Kieselgel 24
10.4.4 Aufreinigungsverfahren C – Gelpermeationschromatographie 24
10.5 Zugabe des Injektionsstandards 25
10.6 GC-MS-Analyse (GC-MS) 25
10.6.1 Einstellungen des Gaschromatographen 25
10.6.2 Massenspektrometrische Bedingungen (MS-Bedingungen) 25
10.6.3 Kalibrierung des Verfahrens mithilfe eines internen Standards 27
10.6.4 Messung 28
10.6.5 Identifizierung 28
10.6.6 Überprüfung der Verfahrensleistung 28
10.6.7 Berechnung 29
10.7 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) 30
10.7.1 Allgemeines 30
10.7.2 Einstellung des HPLC-Systems 30
10.7.3 Detektion 31
10.7.4 Kalibrierung 32
10.7.5 Messung 32
10.7.6 Berechnung 32

11 Verfahrenskenndaten 33

12 Präzision 33

13 Prüfbericht 33

Anhang A (informativ) Daten zur Wiederhol- und Vergleichpräzision 35
A.1 Für den Ringversuch verwendete Materialien 35
A.2 Ergebnisse des Ringversuchs 36

Anhang B (informativ) Beispiele für Chromatogramme und gerätetechnische Bedingungen 43
B.1 Messung von PAK mittels GC-MS 43
B.2 Messung von PAK mittels HPLC-Fluoreszenz 49
B.3 Beispielbedingungen für die Messung von PAK mittels GC-MS/MS 55

Literaturhinweise 57