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-Kongenere 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