DIN EN 15308:2016-12 (D)

Charakterisierung von Abfällen - Bestimmung ausgewählter polychlorierter Biphenyle (PCB) in festem Abfall mittels Gaschromatographie mit Elektroneneinfang-Detektion oder massenspektrometrischer Detektion; Deutsche Fassung EN 15308:2016

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 4

Einleitung 5

1 Anwendungsbereich 6

2 Normative Verweisungen 6

3 Begriffe 6

4 Kurzbeschreibung 7

5 Reagenzien 8
5.1 Allgemeines 8
5.2 Reagenzien für die Extraktion und das Trocknen 8
5.3 Reagenzien für die Reinigungsverfahren 8
5.4 Reagenzien für die gaschromatographische Analyse 10
5.5 Standardverbindungen 10
5.5.1 Kalibrierstandards 10
5.5.2 Interne Standards und Injektionsstandards 10

6 Geräte 11
6.1 Extraktions- und Reinigungsverfahren 11
6.1.1 Allgemeines 11
6.1.2 Extraktionsverfahren 11
6.1.3 Reinigungsverfahren 12
6.2 Gaschromatograph 12
6.3 Kapillarsäulen 12

7 Sicherheitsvorkehrungen 13

8 Interferenzen 13

9 Lagerung der Proben 13

10 Vorbehandlung 13
10.1 Allgemeines 13
10.2 Trocknung 13
10.3 Korngrößenverringerung 14

11 Durchführung 14
11.1 Blindwertbestimmung 14
11.2 Extraktion 14
11.2.1 Extraktion durch Schütteln oder Ultraschall 14
11.2.2 Soxhlet-Extraktion 15
11.3 Reinigung 15
11.3.1 Allgemeines 15
11.3.2 Reinigung mit Aluminiumoxid 15
11.3.3 Reinigung mit Silica-Kartusche 16
11.3.4 Reinigung mit Silica/H_2SO_4 16
11.3.5 Reinigung mit Florisil 16

11.3.6 Reinigung mit TBA **16**
11.3.7 Reinigung mit pyrogenem Kupfer **16**
11.3.8 Reinigung mit $AgNO_3$/Silica **17**
11.3.9 Reinigung durch DMSO/*n*-Hexan-Verteilung **17**
11.3.10 Reinigung mit Benzensulfonsäure/Silica-Kartusche **17**
11.4 Gaschromatographische Analyse **18**
11.4.1 Allgemeines **18**
11.4.2 Optimieren des Gaschromatographen **18**
11.4.3 Detektoren **18**
11.4.4 Überprüfen des Leistungsvermögens des Verfahrens **19**
11.4.5 GC-MS-Bestimmung **20**
11.4.6 GC-ECD-Bestimmung **22**
12 Berechnung **23**
13 Prüfbericht **23**
Anhang A (informativ) Verfahrenskenndaten **24**
A.1 Allgemeines **24**
A.2 Art der Proben und Probenvorbereitung **24**
A.3 Homogenität und Stabilität **25**
A.4 Extraktion **26**
A.5 Reinigung **26**
A.6 Detektor **26**
A.7 PCB-Standardlösung **26**
Anhang B (informativ) Beispiele für GC-MS-Chromatogramme einer Kalibrierstandardlösung und einer kontaminierten Bodenprobe **29**
Anhang C (informativ) Beispiele für GC-ECD-Chromatogramme einer Kalibrierstandardlösung und einer Kabelschredderprobe **36**
Anhang D (informativ) Verfahren zur Berechnung für die Abschätzung des PCB-Gesamtgehaltes **38**
Anhang E (informativ) Zusammenfassung der allgemeinen Anforderungen und Empfehlungen **48**
Literaturhinweise **49**