

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 Korngrößenverringerng.....	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 ₂ SO 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/ <i>n</i> -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