

# 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 |