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