DIN EN 16190:2019-10 (D)

Boden, behandelter Bioabfall und Schlamm - Bestimmung von Dioxinen und Furanen sowie Dioxin-vergleichbaren polychlorierten Biphenylen mittels Gaschromatographie und hochauflösender massenspektrometrischer Detektion (HR GC-MS); Deutsche Fassung EN 16190:2018

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 4

Einleitung 5

1 Anwendungsbereich 6

2 Normative Verweisungen 7

3 Begriffe 7

4 Abkürzungen 7

5 Kurzbeschreibung 8

6 Reagenzien 8
6.1 Chemikalien 8
6.2 Standards 8

7 Geräte und Materialien 9

8 Probenlagerung und Probenvorbehandlung 10
8.1 Probenlagerung 10
8.2 Probenvorbehandlung 10

9 Extraktion und Reinigung 11
9.1 Allgemeines 11
9.2 Extraktion 11
9.3 Reinigung 12
9.3.1 Allgemeines 12
9.3.2 Gelpermeationschromatographie 13
9.3.3 Mehrschichtsäule 13
9.3.4 Schwefelsäurebehandlung 13
9.3.5 Aktivkohlesäule 13
9.3.6 Aluminiumoxidsäule 13
9.3.7 Entfernen von Schwefel 13
9.4 Endkonzentration des gereinigten Probenextrakts 13
9.5 Hinzugabe des Wiederfindungsstandards 14

10 HRGC/HRMS-Analyse 14
10.1 Allgemeines 14
10.2 Gaschromatographische Analyse 14
10.3 Massenspektrometrische Detektion 15
10.4 Mindestanforderungen an die Identifizierung von PCDF/PCDD und PCB 16
10.5 Mindestanforderungen an die quantitative Bestimmung von PCDF/PCDD und PCB 17
10.6 Kalibrierung des HRGC/HRMS-Systems 18
10.6.1 Allgemeines 18
10.6.2 Kalibrierung für 2,3,7,8-Kongenere 18
10.6.3 Kalibrierung für Summe homologer Gruppen 19
10.7 Quantitative Bestimmung der HRGC/HRMS-Ergebnisse 19
10.7.1 Quantitative Bestimmung der Konzentrationen von 2,3,7,8-Kongeneren 19
10.7.2 Quantitative Bestimmung der Wiederfindungsraten von ^{13}C-markierten Standards 20

10.7.3 Quantitative Bestimmung der Summe homologer Gruppen 20
10.7.4 Berechnung des Toxizitätsäquivalents 21
10.7.5 Berechnung der Nachweisgrenze und der Bestimmungsgrenze 21
11 Angabe der Ergebnisse 22
12 Präzision 22
13 Analysenbericht 22
Anhang A (informativ) Toxizitätsäquivalenzfaktor (TEF) 23
Anhang B (informativ) Beispiele für Extraktions- und Reinigungsverfahren 25
B.1 Beispiel A 25
B.1.1 Allgemeines 25
B.1.2 Chemikalien 25
B.1.3 Durchführung 26
B.2 Beispiel B: Zulässige Reinigungsverfahren 31
Anhang C (informativ) Ausführungsbeispiele für die GC/HRMS-Bestimmung — Beispiel 33
C.1 Allgemeines 33
C.2 Gaschromatographische Analyse 33
C.3 Massenspektrometrische Detektion 34
Anhang D (informativ) Daten für die Wiederhol- und Vergleichpräzision 37
D.1 Im Ringversuch verwendete Materialien 37
D.2 Ergebnisse des Ringversuches 37
D.3 Berechnung von Toxizitätsfaktoren auf der Grundlage von Ringversuchsdaten 41
Literaturhinweise 44