

# DIN EN 17503:2022-08 (D)

Boden, Schlamm, behandelter Bioabfall und Abfall - Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) mittels Gaschromatographie (GC) und Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC); Deutsche Fassung EN 17503:2022

---

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	4
Einleitung .....	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen .....	7
3 Begriffe .....	7
4 Kurzbeschreibung.....	9
5 Störungen.....	10
5.1 Störungen bei Probenahme und Extraktion.....	10
5.2 Störungen bei der GC-MS.....	10
5.3 Störungen bei der HPLC .....	10
6 Sicherheitshinweise .....	11
7 Reagenzien .....	11
7.1 Allgemeines.....	11
7.2 Reagenzien für die Extraktion.....	11
7.3 Reagenzien für die Aufreinigung.....	11
7.3.1 Aufreinigungsverfahren A mit Aluminiumoxid.....	11
7.3.2 Reinigungsverfahren B mit Kieselgel 60 für Säulenchromatographie .....	12
7.3.3 Reinigungsverfahren C mit Gelpermeationschromatographie (GPC) .....	12
7.4 Reagenzien für die chromatographische Analyse .....	13
7.4.1 GC-Analyse .....	13
7.4.2 HPLC-Analyse.....	13
7.5 Standards .....	13
7.5.1 Allgemeines.....	13
7.5.2 Kalibriersubstanzen und interne Standards.....	13
7.5.3 Injektionsstandard .....	14
7.6 Herstellung der Standardlösungen .....	14
7.6.1 Allgemeines.....	14
7.6.2 Herstellung der Kalibrierstandardlösungen für die GC-MS .....	15
7.6.3 Herstellung der internen Standardlösung für die GC-MS.....	15
7.6.4 Herstellung der Injektionsstandardlösung für die GC-MS.....	15
7.6.5 Herstellung der Kalibrierstandardlösungen für die HPLC .....	15
7.6.6 Herstellung der Extraktionsstandardlösung für die HPLC .....	15
8 Geräte.....	16
8.1 Extraktions- und Aufreinigungsverfahren.....	16
8.2 Gaschromatograph .....	17
8.2.1 Allgemeines.....	17
8.2.2 Kapillarsäulen.....	17
8.3 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatograph (HPLC-System) .....	17
8.3.1 Allgemeines.....	17
8.3.2 Analytische Trennsäule.....	17

9	Probenlagerung und Probenkonservierung .....	17
9.1	Probenlagerung .....	17
9.2	Probenvorbehandlung .....	18
10	Durchführung .....	19
10.1	Blindwertbestimmung .....	19
10.2	Extraktion .....	19
10.2.1	Allgemeines .....	19
10.2.2	Extraktionsverfahren 1: Aceton/hexanähnliches Lösemittel und Schütteln oder Ultraschallanwendung .....	20
10.2.3	Extraktionsverfahren 2: Soxhlet-Extraktion .....	21
10.2.4	Extraktionsverfahren 3: Hochdruck-Flüssigextraktion (PLE) .....	21
10.2.5	Extraktionsverfahren 4: Aceton/hexanähnliches Lösemittel/Natriumchlorid und Schütteln .....	22
10.3	Einengen .....	22
10.3.1	Allgemeines .....	22
10.3.2	Für die HPLC-Analyse .....	22
10.4	Aufreinigung des Extrakts .....	23
10.4.1	Allgemeines .....	23
10.4.2	Aufreinigungsverfahren A - Aluminiumoxid .....	23
10.4.3	Aufreinigungsverfahren B - Kieselgel .....	24
10.4.4	Aufreinigungsverfahren C - Gelpermeationschromatographie .....	24
10.5	Zugabe des Injektionsstandards .....	25
10.6	GC-MS-Analyse (GC-MS) .....	25
10.6.1	Einstellungen des Gaschromatographen .....	25
10.6.2	Massenspektrometrische Bedingungen (MS-Bedingungen) .....	25
10.6.3	Kalibrierung des Verfahrens mithilfe eines internen Standards .....	27
10.6.4	Messung .....	28
10.6.5	Identifizierung .....	28
10.6.6	Überprüfung der Verfahrensleistung .....	28
10.6.7	Berechnung .....	29
10.7	Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) .....	30
10.7.1	Allgemeines .....	30
10.7.2	Einstellung des HPLC-Systems .....	30
10.7.3	Detektion .....	31
10.7.4	Kalibrierung .....	32
10.7.5	Messung .....	32
10.7.6	Berechnung .....	32
11	Verfahrenskenndaten .....	33
12	Präzision .....	33
13	Prüfbericht .....	33
Anhang A (informativ) Daten zur Wiederhol- und Vergleichpräzision .....		35
A.1	Für den Ringversuch verwendete Materialien .....	35
A.2	Ergebnisse des Ringversuchs .....	36
Anhang B (informativ) Beispiele für Chromatogramme und gerätetechnische Bedingungen .....		43
B.1	Messung von PAK mittels GC-MS .....	43
B.2	Messung von PAK mittels HPLC-Fluoreszenz .....	49
B.3	Beispielbedingungen für die Messung von PAK mittels GC-MS/MS .....	55
Literaturhinweise .....		57