

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