ILNAS-EN 16181:2018 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

ILNAS

Institut luxembourgeois de la normalisation
de l'accréditation, de la sécurité et qualité
des produits et services

ILNAS-EN 16181:2018

Boden, behandelter Bioabfall und Schlamm - Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) mittels

Soil, treated biowaste and sludge - Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) by gas chromatography (GC) and high

Sols, biodéchets traités et boues - Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) par chromatographie en phase gazeuse et

06/2018

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm EN 16181:2018 wurde als luxemburgische Norm ILNAS-EN 16181:2018 übernommen.

Alle interessierten Personen, welche Mitglied einer luxemburgischen Organisation sind, können sich kostenlos an der Entwicklung von luxemburgischen (ILNAS), europäischen (CEN, CENELEC) und internationalen (ISO, IEC) Normen beteiligen:

- Inhalt der Normen beeinflussen und mitgestalten
- Künftige Entwicklungen vorhersehen
- An Sitzungen der technischen Komitees teilnehmen

https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html

ILNAS-EN 16181:2018 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

DIESES WERK IST URHEBERRECHTLICH GESCHÜTZT
Kein Teil dieser Veröffentlichung darf ohne schriftliche Einwilligung weder vervielfältigt noch in sonstiger Weise genutzt werden - sei es elektronisch, mechanisch, durch Fotokopien oder auf andere Art!

EUROPÄISCHE NORM
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE

EN 16181

Juni 2018

ICS 13.030.01; 13.080.10

Ersatz für CEN/TS 16181:2013

Deutsche Fassung

Boden, behandelter Bioabfall und Schlamm - Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) mittels Gaschromatographie (GC) und Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC)

Soil, treated biowaste and sludge - Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) by gas chromatography (GC) and high performance liquid chromatography (HPLC)

Sols, biodéchets traités et boues - Dosage des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) par chromatographie en phase gazeuse et chromatographie liquide à haute performance

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 4. April 2018 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.

ILNAS-EN 16181:2018 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

© 2018 CEN Alle Rechte der Verwertung, gleich in welcher Form und in welchem Verfahren, sind weltweit den nationalen Mitgliedern von CEN vorbehalten.

Ref. Nr. EN 16181:2018 D

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

ILNAS-EN 16181:2018 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

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

ILNAS-EN 16181:2018 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 16181:2018) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Dezember 2018, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Dezember 2018 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt CEN/TS 16181:2013.

Dieses Dokument wurde unter einem Normungsauftrag erarbeitet, der durch die Europäische Kommission und die Europäische Handelsorganisation an CEN erteilt wurde.

Die Erarbeitung dieses Dokuments durch CEN erfolgt auf der Grundlage eines Mandats (Mandats M/330) der Europäischen Kommission, der die Erstellung von Normen zur Probenahme und zu analytischen Verfahren für hygienische und biologische Parameter sowie für anorganische und organische Analyten umfasst, mit dem Ziel, diese Normen für Schlamm, behandelten Bioabfall und Boden anwendbar zu machen, soweit dies technisch umsetzbar ist.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

ILNAS-EN 16181:2018 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

Einleitung

Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK) sind ubiquitär aufgrund der Tatsache, dass diese infolge der Verbrennung von organischen Stoffen, wie z. B. Kohle, Heizöl, Benzin, Holz, Abfällen und pflanzlichen Materialien, in beachtlichen Mengen jährlich in die Umwelt gelangen. Da einige dieser PAK-Verbindungen karzinogen oder mutagen sind, wird deren Vorhandensein in der Umwelt (Luft, Wasser, Boden, Sediment und Abfall) regelmäßig überwacht. Derzeit wird die Bestimmung von PAK in diesen Matrizes in den meisten Routinelabors im Anschluss an die vorangehenden Schritte wie Probenahme, Probenvorbehandlung, Extraktion und Reinigung mithilfe der Messung von bestimmten PAK unter Anwendung der Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) oder der Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) mit UV-DAD oder Fluoreszenzdetektion (HPLC-UV-DAD/FLD) durchgeführt. Diese beiden Verfahren sind in der vorliegenden horizontalen Norm enthalten.

Die Anwendung von internen Standards und Injektionsstandards wird zwecks interner Überprüfung der Durchführung des gewählten Extraktions- und Reinigungsverfahrens beschrieben. Das Verfahren stimmt weitgehend mit dem für PCB beschriebenen Verfahren überein (siehe EN 16167).

Dieses Dokument ist das Ergebnis einer Literaturstudie „Horizontale Europäische Norm zur Bestimmung von PAK in Schlamm, Boden und Bioabfall“ innerhalb des Projekts „Horizontal“ und hat das Ziel, die neuesten Entwicklungen bei der Beurteilung von PAK in Schlamm, Boden, behandeltem Bioabfall und benachbarten Bereichen zu bewerten. Nach einer zu Bewertungszwecken durchgeführten Untersuchung, bei der die Robustheit des Verfahrens geprüft wurde, erfolgte eine europaweite Validierung des Norm-Entwurfs. Die Ergebnisse der Literaturstudien sowie der Untersuchungen zur Bewertung und Validierung wurden mit allen betroffenen Parteien innerhalb des CEN diskutiert.

Diese Europäische Norm ist für verschiedene Arten von Matrizes, wie in Tabelle 1 angegeben, anwendbar und validiert (siehe auch Anhang A für die Ergebnisse der Validierung).

Tabelle 1 — Matrizes, für die diese Europäische Norm anwendbar und validiert ist

Matrix	**Für die Validierung verwendete Materialien**
Schlamm	kommunaler Klärschlamm
Bioabfall	frischer Kompost
Boden	sandiger Boden

WARNUNG —Anwender dieser Europäischen Norm sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese Europäische Norm gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Arbeitgebers, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

WICHTIG — Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Europäischen Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

ILNAS-EN 16181:2018 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt die quantitative Bestimmung von 16 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) (siehe Tabelle 2) in Schlamm und behandeltem Bioabfall unter Anwendung der GC-MS und HPLC-UV-DAD/FLD fest, wobei ein breiter Bereich von PAK-Kontaminationsniveaus (siehe auch Anhang B) abgedeckt wird.

Bei Anwendung der Fluoreszenzdetektion kann Acenaphthylen nicht gemessen werden.

Tabelle 2 — Nach dieser Europäischen Norm analysierbare polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe

Zielanalyt	CAS-RN[a]
Naphthalen	91–20–3
Acenaphthen	83-32-9
Acenaphthylen	208-96-8
Fluoren	86-73-7
Anthracen	120-12-7
Phenanthren	85-01-8
Fluoranthen	206-44-0
Pyren	129-00-0
Benz[*a*]anthracen	56-55-3
Chrysen	218-01-9
Benzo[*b*]fluoranthen	205-99-2
Benzo[*k*]fluoranthen	207-08-9
Benzo[*a*]pyren	50-32-8
Indeno[1,2,3-*cd*]pyren	193-39-5
Dibenz[*a,h*]anthracen	53-70-3
Benzo[*ghi*]perylen	191-24-2

[a] CAS-RN Chemical Abstracts Service Registry Number.

Die Nachweisgrenze hängt von den zu bestimmenden Substanzen, den verwendeten Geräten, der Qualität der für die Extraktion der Probe verwendeten Chemikalien und der Reinigung des Extrakts ab.

Üblicherweise kann für jeden einzelnen PAK eine untere Anwendbarkeitsgrenze von 0,01 mg/kg (angegeben als Trockenmasse) sichergestellt werden. Diese ist geräte- und probenabhängig.

Schlamm, Boden und behandelter Bioabfall können sich in ihren Eigenschaften sowie in den erwarteten Kontaminationsniveaus von PAK und der Anwesenheit von störenden Substanzen unterscheiden. Aufgrund dieser Unterschiede ist es unmöglich, ein allgemeines Verfahren darzulegen. Die vorliegende Europäische Norm enthält Entscheidungstabellen, die auf den Probeneigenschaften und den anzuwendenden Extraktions- und Reinigungsverfahren basieren. Es werden zwei allgemeine Richtungen verfolgt — ein Schüttelverfahren oder die Anwendung der Soxhlet-/Hochdruck-Flüssigextraktion.

ANMERKUNG Mit diesem Verfahren können auch weitere PAK-Verbindungen analysiert werden, sofern die Eignung des Verfahrens nachgewiesen ist.

ILNAS-EN 16181:2018 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop