



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

ILNAS-EN 17503:2022

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

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

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

02/2022



Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm EN 17503:2022 wurde als luxemburgische Norm ILNAS-EN 17503:2022 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>

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!

Deutsche Fassung

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

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

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

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 3. Januar 2022 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, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

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

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

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 17503:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 444 „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 August 2022, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis August 2022 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 EN 15527:2008 und EN 16181:2018.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, 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.

Einleitung

Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK) sind ubiquitär, da sie 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 ihr Vorhandensein in der Umwelt (Luft, Wasser, Boden, Sediment und Abfall) regelmäßig überwacht. Derzeit erfolgt die Bestimmung von PAK in diesen Matrices in den meisten Routinelabors – nach den vorgeschriebenen Schritten für Probenahme, Probenvorbehandlung, Extraktion und Aufreinigung – durch die Messung bestimmter PAK mittels Gaschromatographie in Kombination mit massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) oder mittels Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) in Kombination mit UV-DAD- oder Fluoreszenzdetektion (HPLC-UV-DAD/FLD). Sowohl das GC-MS- als auch das HPLC-Verfahren werden in dieser horizontalen Norm behandelt.

Dieses Dokument entstand aus der Zusammenführung der Norm EN 16181:2018, die ursprünglich als Technische Spezifikation des CEN im Rahmen des europäischen Projekts „HORIZONTAL“ erarbeitet und von CEN/TC 400 mit Unterstützung der BAM validiert wurde, und der Norm EN 15527, die von CEN/TC 292 veröffentlicht wurde.

In Anbetracht der verschiedenen Matrices und der möglichen störenden Verbindungen enthält dieses Dokument nicht eine einzig mögliche Arbeitsweise. Es stehen mehrere Möglichkeiten zur Auswahl, insbesondere hinsichtlich der Aufreinigung. Eine Quantifizierung ist sowohl mittels GC-MS-Detektion als auch mittels HPLC-DAD-UV/FLD möglich. Es werden vier verschiedene Extraktionsverfahren und drei Aufreinigungsverfahren beschrieben. Die Verwendung von internen Standards und Injektionsstandards wird beschrieben, um eine interne Überprüfung der Auswahl des Extraktions- und Aufreinigungsverfahrens zu ermöglichen. Das Verfahren entspricht, soweit möglich, dem für polychlorierte Biphenyle (PCB) beschriebenen Verfahren in EN 17322. Es wurde im Hinblick auf seine Robustheit überprüft.

Dieses Dokument ist für verschiedene Arten von Matrices, wie in Tabelle 1 angegeben, anwendbar und validiert (siehe auch Anhang A zu den Ergebnissen der Validierung).

Tabelle 1 — Matrices, für die dieses Dokument anwendbar und validiert ist

Matrix	Für die Validierung verwendete Materialien
Boden	Sandboden Gemisch aus Böden aus einem Industriegebiet in Brandenburg, Deutschland, und PAK-freiem Referenzboden aus Deutschland
Schlamm	Gemisch aus kommunalem Klärschlamm aus der Nähe von Berlin, Deutschland
Bioabfall	Gemisch aus Kompost aus der Nähe von Berlin, Deutschland
Abfall	kontaminierter Boden, Bauschutt, Altholz, Teerpappe, Schredderleichtfraktion

WARNUNG — Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument 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.

WARNUNG — Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach diesem Dokument Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt verschiedene Verfahren für die quantitative Bestimmung von 16 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) (siehe Tabelle 2) in Boden, Schlamm, behandeltem Bioabfall und Abfall mittels GC-MS oder HPLC-UV-DAD/FLD fest, wobei ein breites Spektrum an PAK-Kontaminationsniveaus (siehe Tabelle 2) abgedeckt wird.

ANMERKUNG Das Verfahren kann auf Sedimente angewandt werden, sofern der Anwender die Validität nachweist.

Bei Anwendung der Fluoreszenzdetektion kann Acenaphthylen nicht bestimmt werden.

Tabelle 2 — Zielanalyte dieses Dokuments

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
Fluoranthren	206-44-0
Pyren	129-00-0
Benz[<i>a</i>]anthracen	56-55-3
Chrysen	218-01-9
Benzo[<i>b</i>]fluoranthren	205-99-2
Benzo[<i>k</i>]fluoranthren	207-08-9
Benzo[<i>a</i>]pyren	50-32-8
Indeno[1,2,3- <i>cd</i>]pyren	193-39-5
Dibenz[<i>a,h</i>]anthracen	53-70-3
Benzo[<i>ghi</i>]perylene	191-24-2
^a CAS-RN Chemical Abstracts Service Registry Number.	

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

Unter den in diesem Dokument festgelegten Bedingungen kann eine untere Anwendungsgrenze zwischen 10 µg/kg (angegeben als Trockenmasse) für Böden, Schlamm und Bioabfall und 100 µg/kg (angegeben als Trockenmasse) für Feststoffabfall erreicht werden. Bei einigen bestimmten Proben (z. B. Bitumen) kann die Grenze von 100 µg/kg nicht erreicht werden.

Schlamm, Abfall und behandelter Bioabfall können sich in Bezug auf ihre Eigenschaften sowie auf die erwarteten PAK-Kontaminationsniveaus und das Vorhandensein von störenden Substanzen unterscheiden. Aufgrund dieser Unterschiede ist es unmöglich, ein allgemeines Verfahren darzulegen. Dieses Dokument

enthält Entscheidungstabellen, die auf den Eigenschaften der Probe und den anzuwendenden Extraktions- und Aufreinigungsverfahren basieren.

Das Verfahren kann für die Analyse weiterer PAK angewendet werden, die im Anwendungsbereich nicht genannt sind, sofern die Eignung des Verfahrens durch hinreichende interne Validierungsuntersuchungen bewiesen wurde.

Die Probenahme ist nicht Bestandteil dieser Norm. In Abhängigkeit von den Materialien bedürfen die folgenden Normen der Berücksichtigung, z. B. EN 14899, ISO 5667-12 und EN ISO 5667-13.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 15002, *Charakterisierung von Abfällen — Herstellung von Prüfmengen aus der Laborprobe*

EN 15934, *Schlamm, behandelter Bioabfall, Boden und Abfall — Berechnung des Trockenmassenanteils nach Bestimmung des Trockenrückstands oder des Wassergehalts*

EN 16179, *Schlamm, behandelter Bioabfall und Boden — Anleitung zur Probenvorbehandlung*

EN ISO 5667-15, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 15: Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Schlamm- und Sedimentproben (ISO 5667-15)*

EN ISO 16720, *Bodenbeschaffenheit — Vorbehandlung von Proben durch Gefriertrocknung für die anschließende Analyse (ISO 16720)*

EN ISO 22892, *Bodenbeschaffenheit — Anleitungen für die Identifizierung von Zielverbindungen durch Gaschromatographie und Massenspektrometrie (ISO 22892)*

ISO 8466-1, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods — Part 1: Linear calibration function*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

3.1

kritisches Paar

Paar von PAK, das bis zu einem bestimmten Grad aufgetrennt ist (z. B. $R = 0,5$), um eine chromatographische Trennung sicherzustellen, die Mindestqualitätskriterien erfüllt

BEISPIEL In Abbildung 1 ist ein Beispiel eines Chromatogramms von einem kritischen Paar dargestellt.