

DIN 3599



ICS 13.030.10; 13.080.05

**Feststoff –
GC-MS-Screening –
Qualitative und halbquantitative Übersichtsanalyse**

Solid –
GC-MS-Screening –
Qualitative and semi-quantitative screening analysis

Solide –
Screening par GS-MS –
analyse qualitative et semi-quantitative

Gesamtumfang 34 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	7
5 Störungen	8
6 Reagenzien	8
7 Standardsubstanzen	9
7.1 Interne Standards	9
7.2 Externe Standards	9
8 Geräte	10
8.1 Extraktionsgeräte	10
8.2 Gaschromatograph	11
9 Durchführung	11
9.1 Standardlösungen	11
9.1.1 Stammlösung	11
9.1.2 Arbeitslösung	11
9.2 Probenvorbereitung	11
9.3 Probenaufbereitung	11
9.3.1 Probenaufbereitung VOC-Übersichtsanalyse	11
9.3.2 Probenaufbereitung SVOC-Übersichtsanalyse	11
9.3.3 Clean-up	12
9.4 GC-MS-Bestimmung	13
9.5 Auswertung	13
9.5.1 Identifizierung der gefundenen Substanzen	13
9.5.2 Berechnung des Retentionsindex einer Substanz	15
9.5.3 Überprüfung des GC-MS-Systems	16
9.5.4 Berechnung der Resultate der halbquantitativen Bestimmung	17
10 Angabe der Ergebnisse	17
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Vergleichsuntersuchung	19
Anhang B (informativ) Beispiele für gerätetechnische Bedingungen	27
Anhang C (informativ) Beispiel für die Darstellung der Ergebnisse einer Übersichtsanalyse	29
Anhang D (informativ) Liste empfehlenswerter Datenbanken (Spektrenbibliotheken)	33
Literaturhinweise	34

Bilder

Bild C.1 — Chromatogramm des Probenextraktes	30
--	----

Tabellen

Tabelle 1 — Typische Kontaminationsquellen	8
Tabelle 2 — Identifizierungsklassen	15
Tabelle 3 — Fragmente von Decafluortriphenylphosphin	16
Tabelle 4 — Fragmente von 4-Bromfluorbenzol	16

Tabelle A.1 — Anzahl der Labore mit erfolgreicher Identifizierung der Zielverbindungen in der synthetischen Standardlösung (Probe 4)	19
Tabelle A.2 — Ergebnisse halbquantitative Bestimmung synthetische Standardlösung (Probe 4)	19
Tabelle A.3 — Verwendete Bezugssubstanzen zur halbquantitativen Bestimmung (Probe 4)	20
Tabelle A.4 — Anzahl der Labore mit erfolgreicher Identifizierung der Zielverbindungen in der dotierten Bodenprobe (Probe 1)	21
Tabelle A.5 — Ergebnisse halbquantitative Bestimmung dotierte Bodenprobe (Probe 1)	21
Tabelle A.6 — Verwendete Bezugssubstanzen zur halbquantitativen Bestimmung (Probe 1)	23
Tabelle A.7 — Mehrfach identifizierte Substanzen durch die Teilnehmer in Probe 2	24
Tabelle A.8 — Ergebnisse halbquantitative Analyse der intensivsten Signale in Probe 2	25
Tabelle A.9 — Mehrfach identifizierte Substanzen durch die Teilnehmer in Probe 3	25
Tabelle A.10 — Ergebnisse halbquantitative Analyse der intensivsten Signale in Probe 3	26
Tabelle C.1 — Identifizierung und halbquantitative Bestimmung der höchsten erhaltenen Signale	31

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitskreis NA 119-01-02-02-05 AK „Organische Analytik“ des Unterausschusses NA 119-01-02-02 UA „Chemische und physikalische Verfahren“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW) erarbeitet.

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach diesem Dokument Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

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

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Einleitung

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur qualitativen und halbquantitativen Übersichtsanalyse von organischen Substanzen in Feststoffen mittels GC-MS (en: gas chromatography-mass spectrometry; Gaschromatographie-Massenspektrometrie [GC-MS-Screening]) fest.

Es handelt sich um ein Verfahren, mit dem unbekannte organische Substanzen in der Probe erfasst werden sollen. Ein solcher Ansatz wird z. B. benötigt, um auf Verdachtsflächen erste Anhaltspunkte über mögliche Kontaminationen zu gewinnen und diese dann mit substanzspezifischen quantitativen Verfahren genauer untersuchen zu können, oder um bisher unbekannte Transformationsprodukte von industriellen Einsatzstoffen aufzufinden. In der Überwachungs- oder Sanierungsphase ist dieses Verfahren orientierend anzuwenden, es kann weiterführende Informationen zu einer Probe liefern, jedoch die Einzelstoffanalytik nicht ersetzen. Zur Überwachung gesetzlicher Richtwerte sind in der Regel genormte Einzelstoffanalysen einzusetzen.

Angesichts der Strukturvielfalt der organischen Verbindungen und der daraus resultierenden enormen Spannweite ihrer chemischen und physikalischen Eigenschaften sind die Extraktionsbedingungen (z. B. Extraktionsmittel) und die Beurteilungskriterien der Identifizierung die beiden entscheidenden Kriterien dieses Verfahrens.

Die zu untersuchende Probe wird mit einem geeigneten Lösemittel oder Lösemittelgemisch extrahiert und der Extrakt wird mittels GC-MS im Totalionenstrom (Scan-Modus) nach Elektronenstoßionisation (EI) untersucht. Die Identifizierung der Substanzen erfolgt durch Vergleich ihrer Massenspektren mit Literatur- bzw. Datenbankspektren. Der Gehalt der Substanzen in der Probe kann durch Integration der Signalfäche im Vergleich mit geeigneten Standardsubstanzen halbquantitativ abgeschätzt werden.

ANMERKUNG Zur Identifizierung polarer, an sich schlecht oder gar nicht GC-gängiger Substanzen kann eine zusätzliche Derivatisierung durchgeführt werden, erfordert aber erheblichen Mehraufwand bei der Überwachung der Blindwerte und der Interpretation der Massenspektren. Dieses Verfahren wird in diesem Dokument nicht ausgeführt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren für Boden, Bauschutt, Abfall und Materialproben fest und erlaubt die qualitative und halbquantitative Bestimmung von organischen Substanzen, die unter den jeweils gewählten Bedingungen aus der Probe extrahiert und unzersetzt mittels Gaschromatographie analysiert werden können (siehe Anhang A).

Das Verfahren ist anzuwenden für mittel- bis schwerflüchtige organische Substanzen (SVOC), die mit einem mittelpolaren Lösemittel bzw. Lösemittelgemisch extrahiert werden können (SVOC-Übersichtsanalyse).

Zusätzlich können auch leichtflüchtige Verbindungen (VOC) untersucht werden. Extraktion und Vermessung der Proben erfolgen in diesem Fall nach DIN EN ISO 22155 mittels HS-GC-MS (VOC-Übersichtsanalyse).

Da es sich um ein qualitatives bzw. halbquantitatives Verfahren handelt, kann eine allgemeingültige untere Anwendungsgrenze nicht angegeben werden, da diese substanzabhängig ist. Die substanzspezifische Bestimmungsgrenze liegt aber durch die gewählte Datenaufnahme im Scan-Modus bei der Übersichtsanalyse in jedem Fall signifikant über der unteren Anwendungsgrenze eines entsprechenden Einzelstoffverfahrens.

Die in diesem Verfahren festgelegte Übersichtsanalyse (non-target screening) unterliegt den im Folgenden genannten Limitierungen:

- Es werden grundsätzlich nur organische Stoffe erfasst, die mit gewählter Extraktionsmethode und Lösemittel extrahierbar sind und mittels GC-MS detektiert werden können. Auch dieses Verfahren ist daher nicht geeignet, die Schadstoffbelastung einer Probe restlos aufzuklären.
- Die Identifizierung der Stoffe erfolgt durch den Vergleich mit Referenzspektren. Aufgrund der Vielzahl an organischen Verbindungen ist es nicht möglich, alle Stoffe eindeutig zu identifizieren. Die zu Grunde liegenden Datenbanken bieten nur einen definierten Anteil dieser potentiell möglichen Substanzen zum Vergleich an. Einzelne Substanzen werden daher nicht bzw. nicht vollständig identifizierbar und als „unbekannt“ einzustufen sein. Isomere Verbindungen sind meist anhand der erhaltenen Massenspektren nicht unterscheidbar.
- Die beschriebene semi-quantitative Bestimmung der Gehalte an Kontaminanten in der Probe erlaubt keine exakten Resultate und ist lediglich als Anhaltspunkt zu verstehen. Der tatsächliche Gehalt kann signifikant vom semi-quantitativen Resultat abweichen. Hier kann nur ein validiertes Einzelstoffverfahren Resultate mit genügender Genauigkeit für eine abschließende Bewertung der Gehalte erbringen.
- Sachgerechte Interpretationen von Ergebnissen aus diesem Verfahren sind sehr aufwändig und nur durch sehr erfahrene Analytiker möglich.

Die Verifizierung der Ergebnisse muss durch eine qualifizierte, in der Interpretation von Massenspektren und von chromatographischen Retentionsdaten erfahrene Person erfolgen.

ANMERKUNG Das Verfahren beschreibt die Identifizierung von Substanzen über fragmentierte EI-Massenspektren. Eine Übersichtsanalyse mittels LC/HRMS oder GC/HRMS ist prinzipiell möglich, erfordert jedoch ein deutlich zu unterscheidendes Vorgehen und ist daher mit dem vorliegenden Verfahren nicht durchführbar.

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).

DIN 19747, *Untersuchung von Feststoffen — Probenvorbehandlung, -vorbereitung und -aufarbeitung für chemische, biologische und physikalische Untersuchungen*

DIN EN ISO 22155, *Bodenbeschaffenheit — Gaschromatographische Bestimmung flüchtiger aromatischer Kohlenwasserstoffe, Halogenkohlenwasserstoffe und ausgewählter Ether — Statisches Dampfraum-Verfahren*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

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

— DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>

— DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

3.1

schwerflüchtige organische Verbindungen

SVOC, en: semivolatile organic compounds

organische Verbindungen, die im Regelfall flüssig oder fest vorliegen, die Siedepunkte liegen typischerweise zwischen 250 °C und 400 °C bei Standarddruck

3.2

leichtflüchtige organische Verbindungen

VOC, en: volatile organic compounds

flüchtige organische Verbindungen, die leicht verdampfen bzw. schon bei niedrigen Temperaturen als Gas vorliegen, die Siedepunkte liegen im Regelfall unter 250 °C bei Standarddruck

3.3

Basispeak

Signal mit der höchsten Intensität im Massenspektrum, welches das am häufigsten gebildete Fragment im Ionisierungsprozess repräsentiert

Anmerkung 1 zum Begriff Auf den Basispeak bezieht sich die Berechnung der relativen Intensitäten aller anderen Peaks und seine relative Intensität wird auf 100 % festgelegt.

3.4

Molekülion

Signal, welches das unfragmentierte Molekül, das in EI-Spektren meist das Ion höchster Masse ist, repräsentiert.

Anmerkung 1 zum Begriff Durch die starke Fragmentierung im EI-Modus ist das Molekülion nicht immer im Spektrum erkennbar oder von nur kleiner Intensität.

3.5

Ähnlichkeitsindex

Angabe der Auswertesoftware bezüglich der Übereinstimmung des gefundenen Massenspektrums im Vergleich zum in der zu Grunde liegenden Datenbank als ähnlich aufgefundenen Spektrums

Anmerkung 1 zum Begriff Die Einheit der Angabe des Ähnlichkeitsindex kann von Datenbank zu Datenbank variieren. Eine Angabe als % Übereinstimmung ist stets zu bevorzugen.

4 Kurzbeschreibung

Im Falle der SVOC-Übersichtsanalyse erfolgt die Extraktion der Probe durch ein geeignetes Lösemittel (vorzugsweise Dichlormethan oder *n*-Hexan/Aceton) mittels Soxhlet-, Schüttel- oder Ultraschallextraktion. Der Extrakt wird in der Regel ohne weitere Vorbehandlung mittels GC-MS gemessen.

Im Fall einer Übersichtsanalyse leichtflüchtiger Verbindungen (VOC-Übersichtsanalyse) wird die Probe mittels Methanol extrahiert, ein Aliquot des Extraktes in Wasser überführt und mit HS-GC-MS (en: head space gas chromatography/mass spectrometry; Dampfraum Gaschromatographie/Massenspektrometrie) analysiert.

Die Substanzen werden durch ihre Massenspektren unter Zuhilfenahme einer SpektrenDatenbank charakterisiert. Durch Übereinstimmung der Massenspektren und unter Berücksichtigung der chromatographischen Daten (Retentionszeit) kann eine Identifizierung der Substanzen erfolgen. Stoffe, bei denen keine Zuordnung möglich ist, werden als „unbekannt“ angegeben.

Eine halbquantitative Aussage kann durch Verwendung eines externen Standards erfolgen, dessen Responsefaktor auf die identifizierten Verbindungen angewendet wird. Eine Berücksichtigung der substanzspezifischen relativen Responsefaktoren erfolgt nicht.

Bei Anwendung des Dokumentes muss im Einzelfall je nach Aufgabenstellung geprüft werden, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

5 Störungen

Alle in einem Labor freigesetzten Substanzen werden grundsätzlich auch bei größter Sorgfalt in einer endlichen Konzentration im gesamten Labor detektierbar sein. Bei Messungen im spurenanalytischen Bereich können auch ansonsten vernachlässigbare Substanzmengen als Messsignale sichtbar werden und zu Methodenblindwerten führen. Dadurch können Proben und Probenextrakte bei der Aufbereitung zusätzlich kontaminiert werden. Die Hintergrundbelastung der Laborumgebung muss ständig in Form von Blindproben über das Gesamtverfahren charakterisiert und dokumentiert werden.

Bekannte Kontaminationsquellen und deren charakteristische Inhaltsstoffe finden sich in Tabelle 1.

Tabelle 1 — Typische Kontaminationsquellen

Kontaminationsquelle	Typische Substanzen und Muster
Kunststoffe	Repetitives Muster von Oligomeren (verzweigte Alkane und Alkene), Weichmacher
Hautcremes	Kohlenwasserstoffe, Silikone, Glycerin, Parabene, Terpene
Dichtungen und Septen, GC-Injektor, GC-Säulenbluten	Homologe Reihen von Silikonen
Toluol als Spüllösung am GC	Benzaldehyd, Benzylalkohol

6 Reagenzien

Es sind Reagenzien von höchster analytischer Reinheit, üblicherweise zur Rückstandsanalytik oder besser, zu verwenden. Die Reinheit wird mittels Blindproben überprüft.

6.1 Dichlormethan, CH_2Cl_2 .

6.2 Aceton (2-Propanon), $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$.

6.3 *n*-Hexan, C_6H_{14} .

6.4 Acetonitril, (CH_3CN) .

6.5 Methanol, (CH_3OH) .

6.6 Decafluortriphenylphosphin (DFTPP); CAS 5074-71-5.

6.7 4-Bromfluorbenzol (BFB); CAS 460-00-4.

6.8 Natriumsulfat, Na_2SO_4 , wasserfrei.

6.9 Wasser, möglichst blindwertfrei.

6.10 *n*-Alkane, C-Zahl von 8 bis 40 (SVOC-Übersichtsanalyse).

6.11 *n*-Alkane, C-Zahl von 5 bis 12 (VOC-Übersichtsanalyse).

7 Standardsubstanzen

7.1 Interne Standards

Der Probe können vor oder nach der Extraktion interne Standardsubstanzen zugesetzt werden, um über deren Wiederfindung unerwartete Effekte in den einzelnen Verfahrensschritten zu überwachen, die Eignung des Verfahrens für chemisch ähnliche Zielverbindungen zu prüfen und sicherzustellen. Dabei muss sichergestellt sein und ggf. überprüft werden, dass die gewählten Substanzen im Untersuchungsmaterial nicht als Kontaminationen zu erwarten sind bzw. dass es keine Massenüberlagerungen mit endogenen Bestandteilen gibt.

Beispiele für geeignete Standardsubstanzen für eine SVOC-Übersichtsanalyse:

- 1,2,3,4-Tetrachlornaphthalin (TCN);
- Dibenzofuran-d8;
- Carbazol-d8;
- Naphthalin-d8;
- Chrysen-d12;
- Terphenyl-d14;
- Phenanthren-d10;
- Perylen-d12.

Beispiele für geeignete Standardsubstanzen für eine VOC-Übersichtsanalyse:

- 1,4-Dichlorbenzol-d4;
- 4-Bromfluorbenzol;
- Toluol-d8;
- 1,2-Dichlorethan-d4.

7.2 Externe Standards

Durch Messung von externen Standardsubstanzen mindestens zu Beginn und am Ende einer Messserie muss sichergestellt werden, dass eine Veränderung des GC-MS Systems (zum Beispiel durch Verschmutzung bei der Messung von hochkonzentrierten Proben) bemerkt wird. Durch Vergleich der Signalfächen im Totalionenstrom kann eine halbquantitative Aussage über den Konzentrationsbereich, in dem gefundene Zielverbindungen vorliegen, getroffen werden. Dabei wird der Responsefaktor des externen Standards auf die identifizierten Verbindungen angewendet. Eine Berücksichtigung der substanzspezifischen relativen Responsefaktoren erfolgt hierbei nicht.

Beispiele für geeignete Standardsubstanzen SVOC-Übersichtsanalyse:

- *n*-Dekan, *n*-Eicosan (C20), *n*-Tetracontan (C40);
- Benzo(a)pyren.

Beispiele für geeignete Standardsubstanzen VOC-Übersichtsanalyse:

- *n*-Hexan, *n*-Decan (C10);
- Benzol;
- Toluol.

ANMERKUNG Es kann ein Konzept zur externen Standardisierung über Standards aus verschiedenen Stoffklassen angewandt werden. Aufgrund der eindeutigeren Zuordenbarkeit wird in diesem Dokument jedoch die Verwendung einfacher, unpolarer externer Standards empfohlen. Durch die klare Referenzierung des halbquantitativen Ergebnisses wird ein ggf. auftretender Fremdbezug zu einer anderen Stoffklasse kenntlich gemacht.

8 Geräte

Aus nahezu allen Gefäßen und Geräten sind einige ihrer Bestandteile oder bei ihrer Herstellung verwendete Reagenzien im nachweisbaren Bereich extrahierbar, insbesondere Silikone, Phthalsäureester, langkettige Fettsäuren und Oligomere von Kunststoffen, aber auch z. B. Borsäure, Glycerin, Monobutylzinn und Harze (Abietinsäure), die im Chromatogramm sichtbar sein können (siehe Tabelle 1). Diese Hintergrundbelastung der Laborumgebung kann nicht vollständig beseitigt werden und muss bei jeder Analysenserie durch Blindproben über das Gesamtverfahren überwacht werden. Die Hintergrundbelastung der Laborumgebung kann, falls erforderlich, durch die Auswahl der Laborgeräte und deren vorherige Reinigung vermindert werden.

Zur Verwendung kommen typische Laborgeräte aus Glas mit Verschlüssen aus Glas oder mit geeigneten Kunststoffdichtungen (Teflon, PTFE). Diese können vor dem Gebrauch ausgeheizt (z. B. 10 h bei 400 °C) und/oder mit Lösemittel gespült werden.

8.1 Extraktionsgeräte

8.1.1 Kolbenhubpipetten, mit Einweg-Kunststoffspitzen.

8.1.2 Mikroliterspritzen, aus Glas mit Metallkolben, mit oder ohne Teflonstempel, mit feststehender oder auswechselbarer Nadel.

8.1.3 Soxhlet-Extraktionsapparat (nur für SVOC); bestehend aus Rundkolben, z. B. 100 ml, Soxhlet-Extraktoren und Soxhlet-Extraktionshülsen, z. B. 27 mm × 100 mm, senkrechten Kühlern, z. B. 300 mm, Heizgerät.

8.1.4 Extraktionsgefäße aus Glas mit Glasstopfen oder Schraubverschluss und Polytetrafluorethylen-(PTFE-)Dichtung mit geeigneten Fassungsvermögen (z. B. 100 ml), verdunstungssicher verschließbar.

8.1.5 Schüttelvorrichtung, mit horizontaler Bewegung (200 rpm bis 300 rpm) oder Über-Kopf-Schüttler (10 rpm bis 20 rpm)

8.1.6 Temperaturregeltes Ultraschallbad, 35 Hz, HF-Nennleistung mindestens 140 W. Das Wasserbad muss geeignet sein, bei der Ultraschallextraktion den definierten Temperaturbereich zu gewährleisten (nur für SVOC).

8.1.7 Laborzentrifuge.

8.1.8 Rotationsverdampfer (nur für SVOC), Vakuumzentrifuge, Apparaturen zur Einengung von Flüssigkeiten im Gasstrom.

8.2 Gaschromatograph

Der Gaschromatograph muss mit einem möglichst diskriminierungsfreien Einspritzsystem, einem geeigneten Probeaufgabesystem, einer Kapillarsäule und einem massenspektrometrischen Detektor ausgestattet sein. Die Datenaufnahme des Massenspektrometers muss im EI-Modus bei 70 eV erfolgen (Beispiele hierzu siehe Anhang B). Das Auswertesystem muss mit einer umfangreichen Datenbank an EI-Massenspektren von organischen Substanzen ausgestattet sein (Beispiele hierfür siehe Anhang D).

9 Durchführung

9.1 Standardlösungen

9.1.1 Stammlösung

Zur Herstellung von Stammlösungen für interne und externe Standards werden etwa $10 \text{ mg} \pm 0,1 \text{ mg}$ der Substanz in einem 10-ml-Messkolben eingewogen, im geeigneten Lösemittel gelöst und bis zur 10-ml-Marke aufgefüllt.

9.1.2 Arbeitslösung

Die Arbeitslösungen werden durch Mischen und Verdünnen entsprechender Aliquote der Stamm- bzw. der höherkonzentrierten Arbeitslösungen (Zwischenverdünnungen) angesetzt.

Geeignete Konzentrationen der Substanzen in den Arbeitslösungen liegen zwischen $1 \text{ } \mu\text{g/ml}$ und $1\,000 \text{ } \mu\text{g/ml}$ je Substanz.

9.2 Probenvorbereitung

Die Probenvorbereitung muss nach DIN 19747 erfolgen. Im Falle einer VOC-Übersichtsanalyse müssen die Vorgaben der DIN EN ISO 22155 beachtet werden.

9.3 Probenaufbereitung

9.3.1 Probenaufbereitung VOC-Übersichtsanalyse

Die Probenvorbereitung muss nach den Vorgaben der DIN EN ISO 22155 erfolgen.

9.3.2 Probenaufbereitung SVOC-Übersichtsanalyse

9.3.2.1 Allgemeine Hinweise

Die Wahl der Extraktionsbedingungen und des Extraktionsmittels ist einer der beiden definierenden Schritte in diesem Verfahren, denn hierbei entscheidet sich, ob überhaupt und mit welcher Effizienz gesuchte Verbindungen aus dem Untersuchungsmaterial extrahiert und nachgewiesen werden können. Als am besten geeignete Extraktionsmittel, mit denen ein sehr großer Bereich der GC-gängigen Zielverbindungen erfasst werden kann, haben sich Hexan-Aceton-Gemische und Dichlormethan erwiesen. Je nach Fragestellung können aber andere Lösemittel geeignet sein. Die letztendliche Wahl des Extraktionsmittels muss im Bericht zur Übersichtsanalyse dokumentiert werden.

Das homogenisierte Probenmaterial sollte vor der Analyse getrocknet werden. Dies kann durch Verreiben mit wasserfreiem Natriumsulfat oder durch Trocknen an der Luft bei bis zu maximal $40 \text{ }^{\circ}\text{C}$ erfolgen. Für die Gewinnung eines repräsentativen Extrakts sollten 5 g bis 20 g Probe eingesetzt werden. In der Regel werden etwa 10 g der Probe in das Extraktionsgefäß eingewogen. Die Einwaagemenge dokumentieren und bei einer durchgeführten semiquantitativen Bestimmung bei der Berechnung berücksichtigen.

In manchen Fällen kann es aufgrund der zu erwartenden Kontaminanten günstig sein, die feldfeuchte Probe mit Acetonitril oder Methanol zu extrahieren. Dies muss im Analysenbericht angegeben werden.