

ICS 13.060.50

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge — Sludge and sediments (group S) — Part 23: Determination of 15 polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) by high performance liquid chromatography (HPLC) and fluorescence detection (S 23)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues — Boues et sédiments (groupe S) — Partie 23: Dosage de 15 hydrocarbures polycycliques aromatiques avec la chromatographie liquide de haute performance (HPCL) et détection en fluorescence (S 23)

## Inhalt

|                                           | Seite |
|-------------------------------------------|-------|
| Vorwort .....                             | 2     |
| Einleitung .....                          | 2     |
| 1 Anwendungsbereich .....                 | 2     |
| 2 Normative Verweisungen .....            | 4     |
| 3 Grundlage des Verfahrens .....          | 6     |
| 4 Störungen .....                         | 6     |
| 5 Bezeichnung .....                       | 8     |
| 6 Geräte .....                            | 9     |
| 7 Reagenzien .....                        | 13    |
| 8 Probenahme .....                        | 15    |
| 9 Durchführung .....                      | 15    |
| 10 Kalibrierung .....                     | 24    |
| 11 Blindwertmessungen .....               | 25    |
| 12 Probenmessung .....                    | 26    |
| 13 Auswertung .....                       | 26    |
| 14 Angabe der Ergebnisse .....            | 27    |
| 15 Analysenbericht .....                  | 28    |
| 16 Verfahrenskennndaten .....             | 28    |
| Anhang A (informativ) Erläuterungen ..... | 32    |

Fortsetzung Seite 2 bis 33

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

## Vorwort

Diese Norm wurde gemeinsam mit der Wasserchemischen Gesellschaft — eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker — aufgestellt (siehe Anhang A).

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

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung zusätzlicher Randbedingungen erforderlich ist.

Zu DIN 38414 „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Schlamm und Sedimente (Gruppe S)“ gehören weitere Teile. Eine Übersicht der Gruppen A bis T der „Deutschen Einheitsverfahren“ enthält Anhang A.

Anhang A ist informativ.

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

## Einleitung

Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK) kommen als Nebenprodukte natürlicher und industrieller Verbrennungsprozesse in nahezu allen Schlämmen und Sedimenten vor. Der Massenanteil an PAK kann bei den üblichen Gewässersedimenten, bezogen auf die Summe der 15 PAK, bis etwa 10 mg/kg  $m_T$  betragen. Der PAK-Gehalt von Klärschlämmen kommunaler Herkunft beträgt bis etwa 20 mg/kg  $m_T$ .

Einzelne Verbindungen aus der Gruppe der PAK werden als cancerogen bzw. cancerogenverdächtig angesehen [1].

## 1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung ausgewählter PAK (siehe Tabelle 1) in Klärschlamm und Gewässersediment mit einem Massenanteil  $w_i \geq 0,05$  mg je kg Trockenmasse  $m_T$  fest.

Das Verfahren kann auch auf weitere, hier nicht genannte PAK erweitert werden, vorausgesetzt, dass die Richtigkeit jeweils abgesichert ist.

**Tabelle 1 — Benennung und Struktur der zu bestimmenden polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffe (PAK)**

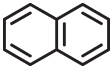
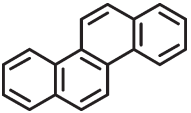
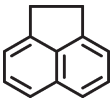
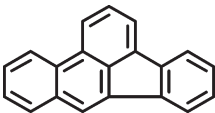
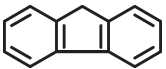
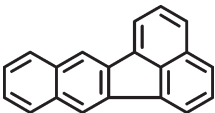
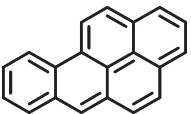
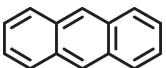
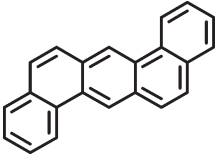
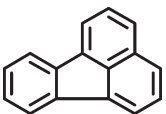
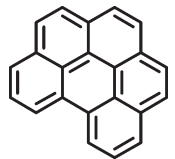
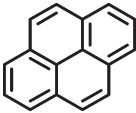
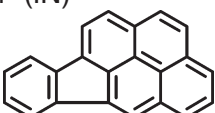
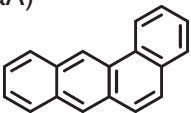
| Benennung<br>Summenformel<br>Molare Masse $M$<br>CAS-Reg.-Nummer                          | Strukturformel                                                                      | Benennung<br>Summenformel<br>Molare Masse $M$<br>CAS-Reg.-Nummer                                        | Strukturformel                                                                        |
|-------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| Naphthalin (NA)<br>$C_{10}H_8$<br>$M = 128,18 \text{ g/mol}$<br>91-20-3                   |    | Chrysen (CH)<br>$C_{18}H_{12}$<br>$M = 228,30 \text{ g/mol}$<br>218-01-9                                |    |
| Acenaphthen (AC)<br>$C_{12}H_{10}$<br>$M = 154,21 \text{ g/mol}$<br>83-32-9               |    | Benzo(b)fluoranthen <sup>a</sup><br>(BbFL)<br>$C_{20}H_{12}$<br>$M = 252,32 \text{ g/mol}$<br>205-99-2  |    |
| Fluoren (F)<br>$C_{13}H_{10}$<br>$M = 166,22 \text{ g/mol}$<br>86-73-7                    |    | Benzo(k)fluoranthen <sup>a</sup><br>(BkFL)<br>$C_{20}H_{12}$<br>$M = 252,32 \text{ g/mol}$<br>207-08-9  |    |
| Phenanthren (PH)<br>$C_{14}H_{10}$<br>$M = 178,24 \text{ g/mol}$<br>85-01-8               |  | Benzo(a)pyren <sup>a</sup> (BaPy)<br>$C_{20}H_{12}$<br>$M = 252,32 \text{ g/mol}$<br>50-32-8            |  |
| Anthracen (A)<br>$C_{14}H_{10}$<br>$M = 178,24 \text{ g/mol}$<br>120-12-7                 |  | Dibenz(ah)anthracen<br>(DahA)<br>$C_{22}H_{14}$<br>$M = 278,35 \text{ g/mol}$<br>53-70-3                |  |
| Fluoranthen (FL) <sup>a</sup><br>$C_{16}H_{10}$<br>$M = 202,26 \text{ g/mol}$<br>206-44-0 |  | Benzo(ghi)perylene <sup>a</sup><br>(BgHiPE)<br>$C_{22}H_{12}$<br>$M = 276,34 \text{ g/mol}$<br>191-24-2 |  |
| <sup>a</sup> PAK nach [2]                                                                 |                                                                                     |                                                                                                         |                                                                                       |
| (fortgesetzt)                                                                             |                                                                                     |                                                                                                         |                                                                                       |

**Tabelle 1** (abgeschlossen)

| Benennung<br>Summenformel<br>Molare Masse $M$<br>CAS-Reg.-Nummer                                                                                                                                                                 | Strukturformel                                                                    | Benennung<br>Summenformel<br>Molare Masse $M$<br>CAS-Reg.-Nummer                                    | Strukturformel                                                                      |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| Pyren (Py)<br>$C_{16}H_{10}$<br>$M = 202,26 \text{ g/mol}$<br>129-00-0                                                                                                                                                           |  | Indeno(1,2,3-cd)pyren <sup>a</sup> (IN)<br>$C_{22}H_{12}$<br>$M = 276,34 \text{ g/mol}$<br>193-39-5 |  |
| Benz(a)anthracen (BaA)<br>$C_{18}H_{12}$<br>$M = 228,30 \text{ g/mol}$<br>56-55-3                                                                                                                                                |  |                                                                                                     |                                                                                     |
| ANMERKUNG Die Stoffauswahl der PAK entspricht der US-EPA-Liste mit Ausnahme von Acenaphthylen. Acenaphthylen ist mit diesem Verfahren nicht bestimmbar, da die Substanz nicht fluoreszenzaktiv ist.<br><sup>a</sup> PAK nach [2] |                                                                                   |                                                                                                     |                                                                                     |

## 2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN 12216, *Laborgeräte aus Glas — Glasrohren mit Rundgewinde.*

DIN 12242-1, *Laborgeräte aus Glas — Kegelschliffe für austauschbare Verbindungen, Maße, Toleranzen.*

DIN 12252, *Laborgeräte aus Glas — Stopfen mit Kegelschliff.*

DIN 12680-2, *Laborgeräte aus Glas — Messzylinder mit Hauptpunkte-Ringteilung.*

DIN 12691, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten mit einer Marke, schnellablaufend, Wartezeit 15 Sekunden, Klasse AS.*

DIN 38402-51, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Kalibrierung von Analyseverfahren, Auswertung von Analyseergebnissen und lineare Kalibrierfunktionen für die Bestimmung von Verfahrenskenngrößen (A 51).*

DIN 38407-18, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) — Teil 18: Bestimmung von 15 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) durch Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) mit Fluoreszenzdetektion (F 18).*

DIN 38414-11, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Schlamm und Sedimente (Gruppe S) — Probenahme von Sedimenten (S 11).*

DIN 38414-21, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Schlamm und Sedimente (Gruppe S) — Teil 21: Bestimmung von 6 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) mittels Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) und Fluoreszenzdetektion (S 21).*

DIN 38414-22, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Schlamm und Sedimente (Gruppe S) — Teil 22: Bestimmung des Gefriertrockenrückstandes und Herstellung der Gefriertrockenmasse eines Schlammes (S 22).*

DIN EN 12880, *Charakterisierung von Schlämmen — Bestimmung des Trockenrückstandes und des Wassergehalts; Deutsche Fassung EN 12880:2000.*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben (ISO 1042:1998); Deutsche Fassung EN ISO 1042:1999.*

DIN EN ISO 4796-2, *Laborgeräte aus Glas — Flaschen — Teil 2: Flaschen mit konischem Hals (ISO 4796-2:2000); Deutsche Fassung EN ISO 4796-2:2000.*

DIN EN ISO 5667-13, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 13: Anleitung zur Probenahme von Schlämmen aus Abwasserbehandlungs- und Wasseraufbereitungsanlagen (ISO 5667-13:1997); Deutsche Fassung EN ISO 5667-13:1997.*

- [1] IARC monographs on the evaluation of the carcinogenic risk of chemicals to humans; Polynuclear Aromatic Compounds, Part 1, Chemicals, Environmental and Experimental Data: International Agency for Research On Cancer, Volume 32, 1983
- [2] Verordnung über Trinkwasser und über Wasser für Lebensmittelbetriebe (Trinkwasserverordnung-TrinkwV vom 05.12.1990), BGBl. I, S. 2612 — 2629 (1990)
- [3] VDLUFA: Die Untersuchung von Böden. VDLUFA-Methodenhandbuch, Bd. VII, VDLUFA-Verlag Darmstadt (1995)
- [4] Merkblatt Nr. 1: Bestimmung von polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) in Bodenproben. Hrsg. Landesumweltamt NRW, Essen 1994
- [5] Klärschlammverordnung (AbfKlärV vom 15.04.1992), BGBl. I, 1992, Nr. 21, S. 912—934
- [6] ISO 5667-15:1999, *Water quality — Sampling — Part 15: Guidance on preservation and handling of sludge and sediment samples.*

- [7] Verordnung zur Umsetzung von EG-Richtlinien über den Schutz der Beschäftigten gegen Gefährdung durch biologische Arbeitsstoffe, Artikel 1, Verordnung über Sicherheit und Gesundheitsschutz bei Tätigkeiten mit biologischen Arbeitsstoffen (Biostoffverordnung-BioStoffV); BGBl. I, 1999, Nr. 4, S. 50—60
- [8] Engelhardt, H.: Hochdruck-Flüssigkeits-Chromatographie, Springer Verlag Berlin, Heidelberg, New York, 2. Auflage 1977
- [9] Meyer, V.: Praxis der Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie, Otto Salle Verlag, Verlag Sauerländer, Frankfurt am Main, 7. Auflage 1994
- [10] Unger, K. K.: Handbuch der HPLC, Teil 1: Leitfaden für Anfänger und Praktiker, GIT Verlag, Darmstadt, 2. Auflage 1995
- [11] Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Strategien für die Wasseranalytik: Verfahrensentwicklung, Validierung und Qualitätssicherung in der Routine

### 3 Grundlage des Verfahrens

Es werden zwei Verfahren für die Probenvorbereitung von Klärschlamm und Sediment beschrieben:

Bei Verfahren A werden die PAK aus der homogenisierten Originalprobe in Gegenwart von Wasser und Natriumchlorid mit einem Gemisch von Aceton und Petroleumbenzin extrahiert [3]. Anschließend wird ein Volumenanteil der organischen Phase in Gegenwart von Dimethylformamid eingeengt und der Extrakt für die HPLC-Messung mit Lösemittel auf ein definiertes Volumen eingestellt.

Bei Verfahren B wird die homogenisierte Probe durch Gefriertrocknung oder an der Luft getrocknet und die PAK aus der trockenen Probe mit Tetrahydrofuran bei 40 °C im Ultraschallbad extrahiert [4]. Ein Volumenanteil des Extraktes wird mit Methanol verdünnt und analysiert.

Die PAK werden durch HPLC unter Gradientenbedingungen aufgetrennt und mittels Fluoreszenzdetektion (Wellenlängenprogramm) identifiziert und quantifiziert.

**ANMERKUNG** In dieser Norm wird kein Verfahren zur Extraktreinigung vorgeschlagen, da störende Begleitstoffe durch die üblichen Verfahren unter Verwendung von Silicagel oder modifiziertem Silicagel kaum abgetrennt werden können, andererseits aber hierbei meist Verluste von PAK auftreten.

### 4 Störungen

#### 4.1 Störungen bei der Probenahme und der Probenvorbereitung

Bei der Probenahme sind die Angaben in DIN 38414-11 und DIN EN ISO 5667-13 zu beachten. Geräte und Behälter, die für die Probenahme, den -transport, die -lagerung und die -vorbereitung eingesetzt werden, müssen aus Materialien bestehen, die den Gehalt der PAK in der Probe während der Kontaktzeit nicht verändern. Die Verwendung von Kunststoffmaterialien vermeiden, da die Adsorption von PAK an den Wandungen zu Minderbefunden führen kann.

Bei der Vorbereitung von Proben nach Verfahren B beachten, dass bei der Probentrocknung Verluste an leichter flüchtigen PAK (Naphthalin, Acenaphthen und Fluoren) auftreten können (siehe Abschnitt 9).

Für die Extraktion nach Verfahren B wird unstabilisiertes Tetrahydrofuran eingesetzt (siehe 7.3 und 9.4.2), dessen Peroxidgehalt regelmäßig geprüft werden muss. Bei höheren Massenkonzentrationen an Peroxiden muss aufgrund von Oxidation mit Minderbefunden einzelner PAK gerechnet werden.

#### 4.2 Störungen bei der HPLC

Substanzen, die fluoreszieren oder die Fluoreszenz unterdrücken und ähnliche chromatographische Eigenschaften wie die zu bestimmenden PAK haben, können die Bestimmung stören und je nach Massenkonzentration die Richtigkeit des Ergebnisses beeinträchtigen. Störungen durch Begleitstoffe können abhängig von der Selektivität des Phasensystems besonders bei der Bestimmung von Naphthalin, Acenaphthen, Fluoren und Dibenz(ah)anthracen auftreten und z. B. durch alkylierte PAK verursacht werden. Unsymmetrische und gegenüber den Referenzsubstanzen verbreiterte Peaks weisen auf Peaküberlagerungen hin. Durch Aufnahme der Anregungs- und gegebenenfalls der Emissionsspektren kann die Identität und die Peakreinheit geprüft werden (siehe 9.5.3).

In den Chromatogrammen von realen Proben sind die PAK teilweise nicht vollständig von den Begleitstoffen getrennt, so dass die Richtigkeit der Peakintegration in jedem Chromatogramm geprüft werden muss. Bei unvollständig getrennten PAK ist zur quantitativen Auswertung die Peakhöhe anstelle der Peakfläche zu bevorzugen.

Bei Verwendung der üblichen Phasensysteme wird Benzo(b)fluoranthren häufig von Perylen überlagert. Der Einfluss der Überlagerung auf das quantitative Ergebnis für Benzo(b)fluoranthren ist bei entsprechender Wahl der Wellenlängenkombination jedoch vernachlässigbar (siehe Tabelle 2).

Lösemittelreste in der Messlösung, z. B. Petroleumbenzin oder Aceton, beeinträchtigen die Reproduzierbarkeit der Retentionszeiten und führen zu einer zusätzlichen Peakverbreiterung bei den Zwei- und Dreiringsystemen. Der Einfluss ist abhängig von der Konzentration der Lösemittel und von der Beschaffenheit des Phasensystems. Diese Lösemittelreste müssen deshalb bei der Aufarbeitung der Extrakte aus der Messlösung entfernt werden (siehe 9.3.2).

**Tabelle 2 — Detektionsbedingungen und Peakidentifizierung (Beispiele)**

| Peak<br>Nr                                                                       | PAK                          | Fluoreszenz-Wellenlängenprogramme<br>Bandbreiten:<br>Anregung 20 nm; Emission 20 nm |                |                |                |
|----------------------------------------------------------------------------------|------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|----------------|----------------|----------------|
|                                                                                  |                              | Beispiel A                                                                          |                | Beispiel B     |                |
|                                                                                  |                              | Anregung<br>nm                                                                      | Emission<br>nm | Anregung<br>nm | Emission<br>nm |
| 1                                                                                | Naphthalin                   | 275                                                                                 | 350            | 220            | 335            |
| 2                                                                                | Acenaphthen                  |                                                                                     |                | 265            | 350            |
| 3                                                                                | Fluoren                      |                                                                                     |                |                |                |
| 4                                                                                | Phenanthren                  |                                                                                     |                | 245            | 365            |
| 5                                                                                | Anthracen                    | 260                                                                                 | 420            | 235            | 440            |
| 6                                                                                | Fluoranthren                 | 270                                                                                 | 440            |                |                |
| 7                                                                                | Pyren                        |                                                                                     |                |                |                |
| 8                                                                                | Benz(a)anthracen             | 260                                                                                 | 420            | 265            | 395            |
| 9                                                                                | Chrysen                      |                                                                                     |                |                |                |
| 10                                                                               | 6-Methylchrysen <sup>a</sup> |                                                                                     |                |                |                |
| 11                                                                               | Benzo(b)fluoranthren         | 290                                                                                 | 430            | 290            | 430            |
| 12                                                                               | Benzo(k)fluoranthren         |                                                                                     |                |                |                |
| 13                                                                               | Benzo(a)pyren                |                                                                                     |                |                |                |
| 14                                                                               | Dibenz(ah)anthracen          |                                                                                     |                |                |                |
| 15                                                                               | Benzo(ghi)perylen            |                                                                                     |                |                |                |
| 16                                                                               | Indeno(1,2,3-cd)pyren        | 250                                                                                 | 500            | 300            | 500            |
| <sup>a</sup> Zusätzlich in den Chromatogrammen (siehe 9.1 und Bild 1 und Bild 2) |                              |                                                                                     |                |                |                |

## 5 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung von 15 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) durch Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) und Fluoreszenzdetektion (S 23):

Verfahren DIN 38414 — S 23

## 6 Geräte

### 6.1 Allgemeines

Die verwendeten Glasgeräte müssen frei von PAK sein. Bei Glasgeräten ist hierzu eine Behandlung mit Wasser unter Zusatz eines Tensids und anschließendes Spülen mit Aceton üblicherweise ausreichend.

**6.2 Weithals-Standflasche** aus braunem Glas, Nennvolumen 1000 ml, mit Stopfen B 60/46 nach DIN 12252, z. B. Laborflasche ISO 4796-2 — 1000 WJ

ANMERKUNG Zur Probenahme dürfen auch 1 000-ml-Weithalsflaschen aus braunem Glas mit Schraubverschluss und aluminiumkaschierter Dichtung aus Polyethen verwendet werden.

**6.3 Messzylinder**, Nennvolumen 10 ml, 50 ml und 100 ml, z. B. Messzylinder DIN 12680 — MH 10

ANMERKUNG Anstelle von Messzylindern dürfen auch Flaschenaufsatz-Dosiergeräte aus Glas und/oder PTFE (PTFE: Polytetrafluorethen) verwendet werden.

### 6.4 Pasteurpipetten

**6.5 Schüttelgerät**, geeignet zur Aufnahme von Reagenzgläsern

**6.6 Weithalsflasche** aus braunem Glas, Nennvolumen etwa 250 ml, mit Schraubverschluss und PTFE-beschichtetem System, z. B. Laborflasche mit Gewinde GL 45 nach DIN 12216 und Schraubverschlusskappe

**6.7 Schüttelmaschine für Hin- und Herbewegung** mit Einspannvorrichtung für 250-ml-Weithalsflaschen

**6.8 Vollpipette** aus Glas, Nennvolumen 5 ml, 10 ml und 25 ml, z. B. Pipette DIN 12691 — VPAS 5

**6.9 Glasgefäße zum Einengen von Extrakten**, z. B. Zentrifugengläser mit Spitzboden, Nennvolumen 10 ml (graduiert), Skalenteilungswerte 0,1 ml, Fehlergrenzen 0,05 ml und Glasstopfen NS 14/23 nach DIN 12242-1

**6.10 Vorrichtung zum Einengen der Extrakte**, z. B. Rotationsverdampfer mit Vakuumkonstanthalter und thermostatisierbarem Wasserbad

**6.11 Tiefkühlschrank**, möglichst mit Kontaktgefrierung, Temperaturbereich bis mindestens  $-35\text{ °C}$ , Innenraum explosionsgeschützt

ANMERKUNG Die Tiefkühlung der Proben ist auch in einem dafür eingerichteten Gefriertrockner möglich.

**6.12 Gefriertrocknungsanlage**, geeignet für Flachschenbeschickung, für einen Druck  $\leq 37\text{ Pa}$ , mit Einrichtung für druckgesteuerte Trocknung, Temperatur-, Druckmess- und Begasungseinrichtung (z. B. Trockenraum, Stickstoffbegasung). Die Anweisungen des Geräteherstellers beachten.

**6.13 Flachschen,** z. B. aus Aluminium oder nichtrostendem Stahl, Durchmesser entsprechend der Größe der Stellflächen in der Gefriertrocknungsanlage, Bordhöhe etwa 2,5 cm. Der Schalenboden darf keine merklichen Bodenunebenheiten aufweisen.

ANMERKUNG Zur Trocknung von Sedimenten an der Luft dürfen auch Schalen aus Porzellan, vorzugsweise mit flachem Boden, verwendet werden.

**6.14 Flachsiebe mit Dichtungsrand,** Maschenweite etwa 0,2 mm, aus nichtrostendem Stahl, Durchmesser dem der Flachschen entsprechend

**6.15 Mörser und Pistill,** z. B. aus Achat oder Zirkoniumdioxid, Volumen etwa 200 ml

**6.16 Weithalsflasche** aus braunem Glas, Nennvolumen etwa 100 ml, mit dichtschießendem Schraubverschluss, zur Aufbewahrung des Trockengutes

**6.17 Extraktionsgefäß** aus Glas, Nennvolumen etwa 20 ml, mit dichtschießendem Verschluss und Dichtung aus PTFE, z. B. Probenglas mit Schraubverschluss

**6.18 Ultraschallgerät mit Heizung und Zeitschaltuhr** sowie Vorrichtung zur Aufnahme der Extraktionsgefäße

**6.19 Mikrofilter,** mit lösemittelbeständiger, hydrophiler Membran, Porenweite 0,45 µm, zur Klarfiltration der HPLC-Extrakte, z. B. Membran aus regenerierter Cellulose

ANMERKUNG Gebrauchsfertige Filterhalter mit Luer-Lock-Anschluss zur Aufnahme von Glasspritzen mit entsprechendem Konus sind im Handel erhältlich.

**6.20 Probenfläschchen** aus Glas, Volumen etwa 2 ml, mit inertem Verschluss, z. B. mit PTFE-beschichtetem Septum, zur Aufbewahrung der Extrakte

**6.21 Messkolben,** vorzugsweise aus braunem Glas, Nennvolumen 5 ml und 10 ml, z. B. Messkolben ISO 1042 — A5 — C

**6.22 Mikroliterspritzen,** Nennvolumen 50 µl, 500 µl und 1000 µl

**6.23 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatograph,** ausgelegt für den vorgesehenen Arbeitsbereich mit

- a) Entgasungseinrichtung, z. B. Entgasung mit Helium oder Vakuum-Entgaser;
- b) pulsationsarmem analytischem Pumpensystem, geeignet für die binäre Gradientenelution;
- c) manuellem oder automatischem Probenaufgabesystem;
- d) Säulenthmostat;