

DIN EN 14039

ICS 13.030.01

**Charakterisierung von Abfällen –
Bestimmung des Gehalts an Kohlenwasserstoffen von C₁₀ bis C₄₀ mittels
Gaschromatographie;
Deutsche Fassung EN 14039:2004**

Characterization of waste –
Determination of hydrocarbon content in the range of C₁₀ to C₄₀ by gas chromatography;
German version EN 14039:2004

Caractérisation des déchets –
Détermination de la teneur en hydrocarbures par chromatographie en phase gazeuse dans
la plage C₁₀ à C₄₀;
Version allemande EN 14039:2004

Gesamtumfang 24 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm ist die Deutsche Fassung der vom Technischen Komitees TC 292 „Charakterisierung von Abfällen“ (Sekretariat: Niederlande) des Europäischen Komitees für Normung (CEN) ausgearbeiteten Norm EN 14039, die in Deutsch, Englisch und Französisch herausgegeben wurde.

Die vorbereitenden Arbeiten wurden von der Arbeitsgruppe 5 „Abfallanalyse — Ausgewählte Gruppenparameter“ des CEN/TC 292 durchgeführt. Seitens des DIN war an der Erstellung der Europäischen Norm der Arbeitsausschuss NAW I 2UA 2 „Chemische Verfahren“ beteiligt.

Für die im Abschnitt 2 zitierte Internationale Norm wird im Folgenden auf die entsprechende Deutsche Norm hingewiesen:

ISO 8466-1 siehe DIN 38402-51

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

Deutsche Fassung

**Charakterisierung von Abfällen
Bestimmung des Gehalts an Kohlenwasserstoffen von C₁₀ bis
C₄₀ mittels Gaschromatographie**

Characterization of waste —
Determination of hydrocarbon content in the range of C₁₀ to
C₄₀ by gas chromatography

Caractérisation des déchets —
Détermination de la teneur en hydrocarbures par
chromatographie en phase gazeuse dans la plage C₁₀ à C₄₀

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 9. Juli 2004 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 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, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	6
5 Störungen	6
6 Reagenzien	6
7 Gefahren	7
8 Geräte	7
9 Probenkonservierung und -vorbehandlung	8
10 Durchführung	8
11 Verfahrenskenngrößen	12
12 Prüfbericht	13
Anhang A (informativ) Beispiel für Gaschromatogramme von einem Kohlenwasserstoffstandard und von Abfallproben	14
Anhang B (informativ) Bestimmung des Siedepunkts eines Mineralöls aus dem Gaschromatogramm	18
Anhang C (informativ) Fließdiagramm	19
Anhang D (informativ) Wässriger flüssiger Abfall	20
Anhang E (informativ) Zusammenstellung allgemeiner Anforderungen und Empfehlungen	21
Literaturhinweise	22

Vorwort

Dieses Dokument (EN 14039:2004) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 292 „Characterization of waste“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis März 2005, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis März 2005 zurückgezogen werden.

Jeder, der sich mit der Abfall- und Schlammanalyse befasst, sollte sich der typischen Risiken dieser Art von Material bewusst sein, unabhängig von dem zu bestimmenden Parameter. Abfall- und Schlammproben können gefährliche (z. B. toxische, reaktive, entzündliche, infektiöse) Bestandteile enthalten, die zu biologischen und/oder chemischen Reaktionen neigen können. Daher sollte mit diesen Proben besonders vorsichtig umgegangen werden. Die durch mikrobiologische oder chemische Aktivität entstehenden Gase sind potentiell entzündlich und erzeugen Überdruck in verschlossenen Flaschen. Berstende Flaschen können gefährliche Splitter, Staub und/oder Aerosole verursachen. Nationale Vorschriften sollten hinsichtlich aller mit diesem Verfahren verbundenen Gefahren beachtet werden.

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

Einleitung

Kohlenwasserstoffe sind wesentliche Bestandteile vieler Arten von Abfall und verunreinigtem Boden. Sie wurden bisher hauptsächlich mittels Infrarot-Spektroskopie nach der Extraktion mit halogenierten Lösemitteln wie 1,1,2-Trichlor-1,2,2-Trifluorethan oder Tetrachlormethan bestimmt. Ziel dieser Norm ist es, ein Analysenverfahren zur Bestimmung des Kohlenwasserstoffgehalts mittels Kapillargaschromatographie zur Verfügung zu stellen, bei dem die Verwendung solcher Lösemittel vermieden wird. Der Anwender dieses Dokuments sollte sich bewusst sein, dass die Ergebnisse dieser Norm mit denen des Infrarotverfahrens möglicherweise nicht vergleichbar sind.

Ein Gemisch aus Aceton und n-Heptan ist das bevorzugte Extraktionsmittel.

Für Abfallproben, die große Mengen relativ hochsiedender Kohlenwasserstoffe enthalten, kann das gravimetrische Verfahren (siehe EN 14345) verwendet werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur quantitativen Bestimmung des Kohlenwasserstoffgehalts (C_{10} bis C_{40}) in festem Abfall mittels Gaschromatographie fest.

Sie ist anwendbar auf Kohlenwasserstoffgehalte zwischen 100 mg/kg und 10 000 mg/kg, bezogen auf die Trockenmasse.

Im Sinne dieser Norm werden alle Kohlenwasserstoffe mit einem Siedebereich etwa zwischen 175 °C und 525 °C, z. B. n-Alkane von $C_{10}H_{22}$ bis $C_{40}H_{82}$, Isoalkane, Cycloalkane, Alkylbenzene, Alkyl-naphthalene und polycyclische aromatische Verbindungen, als Kohlenwasserstoffe bestimmt, vorausgesetzt, sie werden während der Reinigung nicht an eine Florisilsäule adsorbiert. Flüchtige Kohlenwasserstoffe können nach dieser Norm nicht quantitativ bestimmt werden. Das beeinträchtigt die Bestimmung einiger gebräuchlicher Kohlenwasserstoffbrennstoffe, z. B. Benzin.

ANMERKUNG 1 Auf der Grundlage der Peakfolge des Gaschromatogramms (siehe Anhang A) und der Siedepunkte der einzelnen in Anhang B aufgeführten n-Alkane können der näherungsweise Siedebereich der Kohlenwasserstoffe und einige qualitative Hinweise über den Ursprung der Kohlenwasserstoffe ermittelt werden.

ANMERKUNG 2 Gegenwärtig ist nicht ausreichend bekannt, wie organische flüssige Abfälle zur Analyse von Kohlenwasserstoffen zu handhaben sind.

ANMERKUNG 3 Proben aus wässrigem flüssigen Abfall können nach EN ISO 9377-2 oder nach dem in Anhang E beschriebenen Verfahren analysiert werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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).

prEN 14346, *Charakterisierung von Abfällen — Bestimmung des Trockenrückstandes und Wassergehalts*.

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987)*.

ISO 8466-1, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gilt der folgende Begriff.

3.1

mittels Gaschromatographie bestimmter Kohlenwasserstoffgehalt

Summe der mit Aceton/n-Heptan (2 + 1) extrahierbaren Verbindungen, vorausgesetzt, dass

- sie nicht an Florisil adsorbiert werden;
- sie an einer unpolaren Kapillarsäule mit Retentionszeiten zwischen denen von n-Decan ($C_{10}H_{22}$) und n-Tetradecan ($C_{14}H_{30}$) chromatographiert werden können.

ANMERKUNG 1 Unter diese Definition fallende Substanzen sind hauptsächlich unpolare langkettige oder verzweigte aliphatische, alicyclische, aromatische alkylsubstituierte oder polycyclische aromatische Verbindungen.

ANMERKUNG 2 Diese Definition weicht von der in EN 14345 angegebenen ab.

4 Kurzbeschreibung

Eine bekannte Menge der homogenisierten Abfallprobe wird mit Aceton/n-Heptan durch mechanisches Schütteln oder Ultraschall extrahiert. Die organische Phase wird abgetrennt und zweimal mit Wasser ausgeschüttelt. Polare Verbindungen werden durch Chromatographie an Florisil entfernt. Eine aliquote Menge des gereinigten Extraktes wird mittels Kapillargaschromatographie mit Flammenionisationsdetektion analysiert.

Die gesamte Peakfläche zwischen den Standardlösungen für den Retentionszeitbereich (RTW) von n-Decan und n-Tetracontan wird gemessen und die Menge der Kohlenwasserstoffe in der Probe mit Hilfe eines externen Standards, der aus gleichen Mengen zweier unterschiedlicher Arten von Mineralöl besteht, quantitativ bestimmt.

ANMERKUNG Anstelle von Heptan kann auch ein anderes unpolares Lösemittel verwendet werden (z. B. Petrolether, Cyclohexan, n-Hexan), wenn nachgewiesen wurde, dass es eine vergleichbare Extraktionswirkung besitzt.

5 Störungen

Bei hohen Konzentrationen an polareren Verbindungen, z. B. tierische und pflanzliche Fette und Öle, kann die Adsorptionskapazität des verwendeten Florisils überschritten werden. Eine Massenkonzentration solcher Verbindungen von bis zu 10 000 mg/kg beeinträchtigt die Bestimmung des Kohlenwasserstoffgehalts nicht.

6 Reagenzien

6.1 Im Allgemeinen müssen alle Chemikalien analysenrein und für ihren spezifischen Verwendungszweck geeignet sein. Es ist Wasser zu verwenden, das mindestens Qualität 3 nach ISO 3696 entspricht.

6.2 Aceton, $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$;

6.3 n-Heptan, C_7H_{16} ;

6.4 Florisil¹⁾ zur Vorbereitung einer Reinigungssäule, Teilchengröße 150 µm bis 250 µm (Maschenzahl 100 bis 60), für die Dauer von mindestens 16 h bei 140 °C erhitzt und in einem Exsikkator über einem Molsieb aufbewahrt. Es können auch handelsübliche Florisil-Kartuschen verwendet werden.

6.5 Wasserfreies Natriumsulfat, Na_2SO_4 ;

6.6 Prüflösung n-Octadecansäureoctadecylester, $\text{C}_{36}\text{H}_{72}\text{O}_2$;

Etwa (100 ± 1) mg n-Octadecansäureoctadecylester werden in 100 ml n-Heptan [6.3] gelöst. Bei Aufbewahrung im Kühlschrank zwischen 1 °C und 5 °C ist diese Lösung 6 Monate lang stabil.

6.7 Standardlösung für den Retentionszeitbereich (RTW) mit n-Tetracontan und n-Decan

(30 ± 1) mg n-Tetracontan werden in einen 1-l-Messkolben eingewogen und in einem geeigneten Volumen an n-Heptan [6.3] gelöst. Nach Zugabe von 30 µl n-Decan (etwa 21 mg) wird gründlich geschüttelt, mit n-Heptan auf das Volumen aufgefüllt und homogenisiert.

Diese Lösung ist für alle Verdünnungsstufen der Kohlenwasserstoff-Standardlösung [6.8] zu verwenden und bei Raumtemperatur aufzubewahren.

1) Florisil ist der Handelsname einer aufbereiteten Diatomeenerde, die vorwiegend aus wasserfreiem Magnesiumsilicat besteht. Diese Information dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produkts durch CEN. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu vergleichbaren Ergebnissen führen.