

DIN EN 16167

ICS 13.080.10; 13.030.01

**Schlamm, behandelter Bioabfall und Boden –
Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (PCB) mittels
Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion (GC-MS)
und Gaschromatographie mit Elektroneneinfangdetektion (GC-ECD);
Deutsche Fassung EN 16167:2012**

Sludge, treated biowaste and soil –

Determination of polychlorinated biphenyls (PCB) by gas chromatography with mass selective detection (GC-MS) and gas chromatography with electron-capture detection (GC-ECD);

German version EN 16167:2012

Boues, bio-déchets traités et sols –

Détermination des biphényles polychlorés (PCB) par chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM) et chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons (CG-DCE);

Version allemande EN 16167:2012

Gesamtumfang 36 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 16167:2012) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 400 „Projekt-Komitee - Horizontale Normen in den Bereichen Schlamm, Bioabfall und Boden“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der NA 119-01-02-02 UA „Chemische und physikalische Verfahren“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-02 AA „Abfall- und Bodenuntersuchung“ im Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2
ISO 8466-1	siehe DIN 38402-51
ISO 18512	siehe DIN ISO 18512

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)*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 18512, *Bodenbeschaffenheit — Anleitung für die Lang- und Kurzzeitlagerung von Bodenproben*

Deutsche Fassung

Schlamm, behandelter Bioabfall und Boden - Bestimmung von
polychlorierten Biphenylen (PCB) mittels Gaschromatographie
mit massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) und
Gaschromatographie mit Elektroneneinfangdetektion (GC-ECD)

Sludge, treated biowaste and soil - Determination of
polychlorinated biphenyls (PCB) by gas chromatography
with mass selective detection (GC-MS) and gas
chromatography with electron-capture detection (GC-ECD)

Boues, bio-déchets traités et sols - Détermination des
biphényles polychlorés (PCB) par chromatographie en
phase gazeuse-spectrométrie de masse (CG-SM) et
chromatographie en phase gazeuse avec détection par
capture d'électrons (CG-DCE)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 24. Mai 2012 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 des CEN-CENELEC 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, 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

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	6
4 Grundlage des Verfahrens	6
5 Störungen	7
5.1 Störungen bei Probenahme und Extraktion	7
5.2 Störungen bei GC	7
6 Sicherheitshinweise	7
7 Reagenzien	8
7.1 Allgemeines	8
7.2 Reagenzien für Extraktionsverfahren	8
7.3 Reagenzien für Reinigungsverfahren	8
7.4 Gaschromatographische Analyse.....	11
7.5 Standards	11
7.6 Herstellung der Standardlösungen	13
8 Geräte.....	13
8.1 Extraktions- und Reinigungsverfahren	13
8.2 Gaschromatograph	14
9 Probenlagerung und Probenkonservierung	15
9.1 Probenlagerung	15
9.2 Probenkonservierung und –vorbehandlung	15
10 Durchführung	16
10.1 Blindwertbestimmung	16
10.2 Extraktion	16
10.3 Einengen	18
10.4 Reinigen des Extrakts	18
10.5 Zugabe des Injektionsstandards	22
10.6 Gaschromatographische Analyse (GC)	22
10.7 Massenspektrometrie (MS)	23
10.8 Elektroneneinfangdetektion (ECD)	27
11 Verfahrenskennndaten	29
12 Präzision	29
13 Analysenbericht	30
Anhang A (informativ) Daten für die Wiederhol- und Vergleichpräzision	31
A.1 Im Ringversuch verwendete Materialien	31
A.2 Ergebnisse des Ringversuches	31
Anhang B (informativ) Beispiele für Retentionszeiten von PCB	33
Literaturhinweise	34

Vorwort

Dieses Dokument (EN 16167:2012) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 400 „Projekt-Komitee - Horizontale Normen in den Bereichen Schlamm, Bioabfall und Boden“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2013, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2013 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

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

Die Erarbeitung dieses Dokuments durch CEN erfolgt auf der Grundlage eines Mandats (Mandat M/330) der Europäischen Kommission. Dieses Mandat umfasst Normen zur Probenahme und zu analytischen Verfahren für hygienische und biologische sowie für anorganische und organische Parameter. Ziel des Mandats ist die Erarbeitung von Normen, die für Schlamm, behandelten Bioabfall und Boden anwendbar sind und zu vergleichbaren Ergebnissen führen, 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, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Polychlorierte Biphenyle (PCB) finden als Additive in der Industrie verbreitet dort Anwendung, wo chemische Stabilität gefordert wird. Diese Stabilität schafft dann jedoch Umweltprobleme, wenn die PCB in die Umwelt freigesetzt werden. Da einige dieser PCB hochtoxisch sind, wird deren Vorhandensein in der Umwelt (Luft, Wasser, Boden, Sediment und Abfall) regelmäßig überwacht. Derzeit wird die Bestimmung von PCB in diesen Matrices in den meisten Routinelaboratorien im Anschluss an die vorangehenden Schritte wie Probenahme, Probenvorbehandlung, Extraktion und Reinigung mithilfe der Messung von bestimmten PCB unter Anwendung der Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) oder der Gaschromatographie mit Elektroneneinfangdetektor (GC-ECD) durchgeführt.

Diese Europäische Norm wurde im Rahmen des europäischen Projekts „Horizontal“ erarbeitet. Sie ist das Ergebnis der Literaturstudie „3 - 12 PCB“ und hat zum Ziel, die neuesten Entwicklungen bei der Beurteilung von PCB im Schlamm, behandelten Bioabfall, Boden und in vergleichbaren Matrices zu bestätigen. Indem verschiedene Matrices und mögliche Störverbindungen berücksichtigt werden, beschränkt sich diese Norm nicht auf ein einzigmögliches Arbeitsvorgehen. Es ist eine große Auswahl, besonders im Hinblick auf das Reinigungsverfahren, gegeben. Sowohl MS-Detektion als auch ECD-Detektion sind möglich. Es werden zwei verschiedene Extraktionsverfahren und 11 Reinigungsverfahren beschrieben. Der Einsatz von internen Standards und Injektionsstandards wird beschrieben, um die Wahl des Extraktions- und Reinigungsverfahrens intern prüfen zu können. Dieses Verfahren stimmt möglichst weit mit dem für PAK beschriebenen Verfahren überein (siehe CEN/TS 16181). Es wurde auf Robustheit geprüft.

Diese Europäische Norm EN 16167 ist für verschiedene Arten von Matrices, wie in Tabelle 1 angegeben, anwendbar und validiert (siehe auch Anhang A für die Ergebnisse der Validierung).

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

Matrix	Für die Validierung verwendete Materialien
Schlamm	kommunaler Klärschlamm
Bioabfall	Kompost

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 Anwenders, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

WICHTIG — Es ist unbedingt notwendig, dass Untersuchungen nach dieser Europäischen Norm von entsprechend ausgebildetem Personal durchgeführt werden.

1 Anwendungsbereich

Die vorliegende Europäische Norm legt ein Verfahren für die quantitative Bestimmung von sieben ausgewählten polychlorierten Biphenylen (PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 118, PCB 138, PCB 153 und PCB 180) in Schlamm und behandeltem Bioabfall unter Anwendung der GC-MS und GC-ECD fest (siehe Tabelle 2).

Tabelle 2 — Ziel-Analyten dieser Europäischen Norm

Ziel-Analyt		CAS-RN ^a
PCB 28	2,4,4'-Trichlorbiphenyl	7012-37-5
PCB 52	2,2',5,5'-Tetrachlorbiphenyl	35693-99-3
PCB 101	2,2',4,5,5'-Pentachlorbiphenyl	37680-37-2
PCB 118	2,3',4,4',5-Pentachlorbiphenyl	31508-00-6
PCB 138	2,2',3,4,4',5'-Hexachlorbiphenyl	35056-28-2
PCB 153	2,2',4,4',5,5'-Hexachlorbiphenyl	35065-27-1
PCB 180	2,2',3,4,4',5,5'-Heptachlorbiphenyl	35065-29-3

^a CAS-RN: Chemical Abstracts Service Registrier-Nummer.

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

Unter den in dieser Europäischen Norm festgelegten Bedingungen kann eine Nachweisgrenze von 1 µg/kg (angegeben als Trockenmasse) erreicht werden.

Schlamm und behandelter Bioabfall können sich in ihren Eigenschaften sowie in den erwarteten Kontaminationsniveaus von PCB und bei der Anwesenheit von störenden Substanzen unterscheiden. Aufgrund dieser Unterschiede ist es unmöglich, ein allgemeines Verfahren zu erarbeiten. Die vorliegende Europäische Norm enthält Entscheidungstabellen, die auf den Probeneigenschaften und den anzuwendenden Extraktions- und Reinigungsverfahren basieren.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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).

EN 15934, *Schlamm, behandelter Bioabfall Boden und Abfall — Berechnung der Trockenmasse nach Bestimmung des Trockenrückstandes 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 and estimation of performance characteristics — Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*

ISO 18512, *Soil quality — Guidance on long and short term storage of soil samples*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

polychloriertes Biphenyl

PCB

Biphenyl, das ein bis zehn Chloratome als Substituenten enthält

[QUELLE: EN 15308:2008, 3.1]

3.2

Congener

Mitglied derselben Art, Klasse oder Gruppe von Chemikalien — z. B. jedes der zweihundertneun einzelnen PCB

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Congener-Nummern nach IUPAC dienen der einfachen Identifizierung; sie repräsentieren nicht die Reihenfolge der chromatographischen Elution.

[QUELLE: EN 15308:2008, 3.2]

3.3

kritisches Paar

Congener-Paar, das bis zu einem festgelegten Grade aufgetrennt werden muss (z. B. $R = 0,5$) um sicherzustellen, dass die chromatographische Trennung die Mindestqualitätskriterien erfüllt

[QUELLE: EN 15308:2008, 3.6]

4 Grundlage des Verfahrens

Wegen des horizontalen Charakters der vorliegenden Europäischen Norm dürfen auf verschiedene Schritte (Module) verschiedene Verfahren angewendet werden. Welche Module angewendet werden sollten, hängt von der Probe ab und diesbezüglich wird in dieser Europäischen Norm eine Empfehlung gegeben. Die Leistungskriterien sind festgelegt, und es liegt in der Verantwortung der Laboratorien, die diese Europäische Norm anwenden, zu zeigen, dass diese Kriterien erfüllt werden. Die Anwendung von Aufstockstandards (Internen Standards) erlaubt eine Gesamtprüfung der Effizienz einer spezifischen Modulkombination für eine bestimmte Probe. Sie liefert jedoch nicht zwangsläufig Informationen über die umfassende Effizienz der Extraktion der matrixgebundenen nativen PCB.

Nach der Vorbehandlung entsprechend den Verfahren, auf die in 9.2 verwiesen wird, wird die Prüfprobe mit einem geeigneten Lösemittel extrahiert.

Der Extrakt wird durch Verdampfung konzentriert. Falls erforderlich, werden Störverbindungen mit einem für die bestimmte Matrix geeigneten Reinigungsverfahren entfernt. Das Eluat wird durch Verdampfung konzentriert.

Der Extrakt wird durch die Gaschromatographie analysiert. Die verschiedenen Verbindungen werden unter Anwendung einer Kapillarsäule mit einer stationären Phase niedriger Polarität aufgetrennt. Die Detektion erfolgt mittels der Massenspektrometrie (MS) oder des Elektroneneinfangdetektors (ECD) (siehe 8.2.1).

PCB werden identifiziert und quantitativ bestimmt, indem relative Retentionszeiten und relative Peakhöhen (oder Peakflächen) mit denen der zugesetzten internen Standards verglichen werden. Die Effizienz des Verfahrens hängt von der Zusammensetzung der untersuchten Matrix ab.

5 Störungen

5.1 Störungen bei Probenahme und Extraktion

Probenbehälter aus Materialien (vorzugsweise Stahl-, Aluminium- oder Glasbehälter) verwenden, die die Probe, während sie mit dieser in Berührung kommen, nicht verändern. Kunststoffmaterialien und weitere organische Materialien bei der Probenahme, Probenlagerung oder Extraktion vermeiden. Die Proben vor direkter Sonneneinstrahlung und längerer Lichteinwirkung schützen.

Während der Probenlagerung können infolge einer Adsorption an den Behälterwänden Verluste an PCB auftreten. Der Verlustumfang hängt von der Lagerungszeit ab.

5.2 Störungen bei GC

Substanzen, die mit dem Ziel-PCB mitelulieren, können die PCB-Bestimmung stören. Diese Störungen können unvollständig aufgelöste Signale nach sich ziehen und können, in Abhängigkeit von deren Menge, die Genauigkeit der analytischen Ergebnisse beeinflussen. Eine Peaküberlappung lässt keine Auswertung der Ergebnisse zu. Unsymmetrische Peaks und Peaks, die breiter als die entsprechenden Peaks der Referenzsubstanzen sind, deuten auf Störungen hin.

Die chromatographische Trennung der folgenden Paare kann kritisch sein. Das kritische Paar PCB 28 und PCB 31 wird für die Auswahl der Kapillarsäule (8.2.2) verwendet. Falls unterschiedliche molekulare Massen vorliegen, kann eine quantitative Bestimmung mittels der massenselektiven Detektion vorgenommen werden. Anderenfalls oder falls ECD angewendet wird, wird das spezifische PCB als Summe aller im Peak vorliegenden PCB angegeben. Üblicherweise sind die Konzentrationen der mitelulierenden Congenere im Vergleich zu denen der Zielcongenere gering. Sollte eine unvollständige Auflösung auftreten, muss die Peakintegration geprüft und, falls erforderlich, korrigiert werden.

- PCB 28 – PCB 31
- PCB 52 – PCB 73
- PCB 101 – PCB 89/PCB 90
- PCB 118 – PCB 106
- PCB 138 – PCB 164/PCB 163

Das Vorhandensein beträchtlicher Mengen an Mineralöl in der Probe kann die quantitative Bestimmung der PCB bei der GC-MS stören. In Gegenwart von Mineralöl darf vorzugsweise GC-ECD angewendet werden, oder das Mineralöl darf mit der Anwendung des Reinigungsverfahrens G (siehe 10.4.8) unter Verwendung von DMF/*n*-Hexan entfernt werden.

Das Vorhandensein von Tetrachlorbenzyltoluol-(TCBT)-Gemischen kann die Bestimmung der PCB bei der GC-ECD stören.

6 Sicherheitshinweise

PCB sind hochtoxische Verbindungen und müssen mit äußerster Vorsicht gehandhabt werden. Feststoffe, Lösemittelextrakte und PCB-Standardlösungen dürfen nicht mit dem Körper in Berührung kommen. Es wird dringend empfohlen, die Standardlösungen zentral in entsprechend ausgestatteten Laboratorien vorzubereiten oder diese von Lieferanten zu beziehen, die auf deren Vorbereitung spezialisiert sind.

Die PCB enthaltenden Lösungen müssen auf die für die Entsorgung von toxischen Abfällen zulässige Art und Weise entsorgt werden.

Beim Umgang mit Hexan müssen wegen dessen neurotoxischen Eigenschaften Sicherheitsvorkehrungen getroffen werden.

Nationale Vorschriften müssen im Hinblick auf sämtliche mit diesem Verfahren verbundenen Gefahren befolgt werden.

7 Reagenzien

7.1 Allgemeines

Alle Reagenzien müssen von anerkannter analytischer Qualität sein. Die Reinheit der verwendeten Reagenzien muss durch eine Blindwertbestimmung nach 10.1 geprüft werden. Der Blindwert muss weniger als 50 % des geforderten Grenzwertes betragen.

7.2 Reagenzien für Extraktionsverfahren

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

7.2.2 *n*-Heptan, C_7H_{16} .

7.2.3 Petrolether, Siedebereich 40 °C bis 60 °C.

Hexan-ähnliche Lösemittel mit einem Siedebereich von 30 °C bis 69 °C dürfen eingesetzt werden.

7.2.4 Natriumsulfat, wasserfrei, Na_2SO_4 . Das wasserfreie Natriumsulfat muss sorgfältig verschlossen aufbewahrt werden.

7.2.5 Destilliertes Wasser oder Wasser gleichwertiger Qualität, H_2O .

7.2.6 Natriumchlorid, NaCl , wasserfrei.

7.2.7 Keeper-Substanz, hochsiedende Verbindung, z. B. Octan, Nonan.

7.3 Reagenzien für Reinigungsverfahren

7.3.1 Reinigungsverfahren A mit Aluminiumoxid.

7.3.1.1 Aluminiumoxid, Al_2O_3 .

Basisch oder neutral, spezifische Oberfläche 200 m²/g, Aktivität Super I nach Brockmann.

7.3.1.2 Deaktiviertes Aluminiumoxid.

Deaktiviert mit 10 % Wasser.

Zu 90 g Aluminiumoxid (7.3.1.1) 10 g Wasser (7.2.5) hinzufügen. Schütteln, bis alle Klumpen aufgelöst sind. Das Aluminiumoxid vor der Verwendung luftdicht verschlossen etwa 16 h konditionieren lassen. Höchstens 2 Wochen verwenden.

ANMERKUNG Die Aktivität hängt vom Wassergehalt ab. Es kann erforderlich sein, den Wassergehalt einzustellen.

7.3.2 Reinigungsverfahren B mit Kieselgel 60 für Säulenchromatographie

7.3.2.1 Kieselgel 60, Partikelgröße 63 µm bis 200 µm.

7.3.2.2 Kieselgel 60, Wassergehalt: Massenanteil $w(\text{H}_2\text{O}) = 10 \%$.

Kieselgel 60 (7.3.2.1), mindestens 3 h auf 450 °C erhitzt und in einem Exsikkator mit Magnesiumperchlorat oder einem anderen geeigneten Trockenmittel abgekühlt und gelagert. Vor der Verwendung mindestens 5 h auf 130 °C in einem Trockenschrank erhitzen. Anschließend in einem Exsikkator abkühlen lassen, das Kieselgel in einen Kolben überführen und 10 % Wasser (Massenanteil) hinzufügen. Den Kolben 5 min intensiv per Hand schütteln, bis alle Klumpen gelöst sind, und anschließend 2 h auf einer Schüttelmaschine schütteln. Das deaktivierte Kieselgel unter Luftausschluss lagern und höchstens 2 Wochen verwenden.

7.3.3 Reinigungsverfahren C mit Gelpermeationschromatographie (GPC)

7.3.3.1 Bio-Beads^{®1)} S-X3.

7.3.3.2 Ethylacetat, C₄H₈O₂.

7.3.3.3 Cyclohexan, C₆H₁₂.

Vorbereitung für GPC, z. B.: 50 g Bio-Beads[®] S-X3 (7.3.3.1) in einen 500-ml-Erlenmeyerkolben geben und 300 ml Elutionsgemisch aus Cyclohexan (7.3.3.3) und Ethylacetat (7.3.3.2) 1:1 (Volumenanteil) zum Quellen der Bio-Beads[®] hinzufügen. Nach kurzem Umrühren, bis keine Klumpen mehr vorhanden sind, den Kolben 24 h verschlossen lagern. Den dünnflüssigen Brei in die GPC-Chromatographiesäule füllen. Nach etwa drei Tagen die Druckstempel der Säule so eindrücken, dass eine Füllhöhe von etwa 35 cm erreicht ist. Um das Gel weiter zu komprimieren, etwa 2 l Elutionsgemisch durch die Säule bei einer Flussrate von 5 ml/min durchpumpen und die Druckstempel so eindrücken, dass eine Füllhöhe von etwa 33 cm erreicht ist.

7.3.4 Reinigungsverfahren D mit Florisil^{®2)}

7.3.4.1 Florisil[®], 2 h auf 600 °C erhitzt. Körnung 150 µm bis 750 µm.

7.3.4.2 iso-Octan, C₈H₁₈.

7.3.4.3 Toluol C₇H₈.

7.3.4.4 iso-Octan/Toluol 95/5.

7.3.5 Reinigungsverfahren E mit Siliciumdioxid H₂SO₄/Siliciumdioxid NaOH.

7.3.5.1 Siliciumdioxid, SiO₂, mit einer Teilchengröße von 70 µm bis 230 µm, mindestens 1 h auf 180 °C erhitzt und in einer vorgereinigten Glasflasche mit Schraubverschluss, der vor Feuchte schützt, gelagert.

7.3.5.2 Siliciumdioxid, behandelt mit Schwefelsäure.

56 g Siliciumdioxid (7.3.5.1) und 44 g Schwefelsäure (7.3.8.1) miteinander mischen.

7.3.5.3 Natriumhydroxidlösung, c(NaOH) = 1 mol/l.

7.3.5.4 Siliciumdioxid, behandelt mit NaOH.

33 g Siliciumdioxid (7.3.5.1) und 17 g Natriumhydroxid-Lösung (7.3.5.3) miteinander mischen.

7.3.5.5 n-Hexan, C₆H₁₄.

7.3.6 Reinigungsverfahren F mit Benzensulfonsäure/Schwefelsäure

7.3.6.1 3-ml-Kieselgelsäule, Masse des Absorptionsmittels 500 mg und Teilchengröße 40 µm.

7.3.6.2 3-ml-Benzensulfonsäure-Säule, Masse des Absorptionsmittels 500 mg und Teilchengröße 40 µm.

1) Bio-Beads[®] ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Europäischen Norm und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch CEN. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu den gleichen Ergebnissen führen.

2) Florisil[®] ist der Handelsname für eine künstliche, überwiegend aus wasserfreiem Magnesiumsilicat bestehende Kieselerde. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Europäischen Norm und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produktes durch CEN. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu den gleichen Ergebnissen führen.