

	DIN EN 17844	
ICS 91.100.01 Bauprodukte: Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen – Bestimmung des Gehalts an polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) und an Benzol, Toluol, Ethylbenzol und Xylol (BTEX) – Gaschromatographisches Verfahren mit massenspektrometrischer Detektion; Deutsche Fassung EN 17844:2023 Construction products: Assessment of release of dangerous substances – Determination of the content of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) and of benzene, toluene, ethylbenzene and xylenes (BTEX) – Gas chromatographic method with mass spectrometric detection; German version EN 17844:2023 Produits de construction: Évaluation de l’émission de substances dangereuses – Détermination de la teneur en hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) et en benzène, toluène, éthylbenzène et xylènes (BTEX) – Chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse; Version allemande EN 17844:2023 Gesamtumfang 40 Seiten DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)		

Nationales Vorwort

Das Dokument EN 17844:2023 wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 351 „Bauprodukte – Bewertung der Freisetzung gefährlicher Stoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der NA 005-53 FBR „Fachbereichsbeirat KOA 03 – Hygiene, Gesundheit und Umweltschutz (SpA zu CEN/TC 351, CEN/TC 351/WG 3, CEN/TC 351/WG 4 und CEN/TC 351/WG 5)“ im DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau).

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 20595	siehe	DIN EN ISO 20595
-----------	-------	------------------

ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
------------	-------	----------------

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

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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 EN ISO 20595, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung ausgewählter leichtflüchtiger organischer Verbindungen in Wasser — Verfahren mittels Gaschromatographie und Massenspektrometrie nach statischer Headspacetechnik (HS-GC-MS)*

– Leerseite –

Deutsche Fassung

Bauprodukte:

Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen —
Bestimmung des Gehalts an polyzyklischen aromatischen
Kohlenwasserstoffen (PAK) und an Benzol, Toluol,
Ethylbenzol und Xylol (BTEX) —
Gaschromatographisches Verfahren mit
massenspektrometrischer Detektion

Construction products:

Assessment of release of dangerous substances —
Determination of the content of polycyclic aromatic
hydrocarbons (PAH) and of benzene, toluene,
ethylbenzene and xylenes (BTEX) —
Gas chromatographic method with mass spectrometric
detection

Produits de construction:

Évaluation de l'émission de substances dangereuses —
Détermination de la teneur en hydrocarbures
aromatiques polycycliques (HAP) et en benzène,
toluène, éthylbenzène et xylènes (BTEX) —
Chromatographie en phase gazeuse avec détection par
spectrométrie de masse

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 14. August 2023 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	6
3 Begriffe	6
4 Abkürzungen	9
5 Probenvorbereitung	9
6 Kurzbeschreibung	10
6.1 Ablaufdiagramm	10
6.2 Probenvorbehandlung	10
6.3 Extraktion und Vorbehandlung der Proben	10
6.3.1 Bestimmung der PAK	10
6.3.2 Bestimmung der BTEX	10
6.4 Bestimmung durch Gaschromatographie	10
6.4.1 Bestimmung der PAK	10
6.4.2 Bestimmung der BTEX	11
7 Reagenzien	11
8 Ausrüstung und Geräte	14
9 Probenahme	15
10 Konservierung und Vorbehandlung von Proben	15
10.1 Dichtstoff und Dachbahn	15
10.2 Sonstige Bauprodukte	16
11 Verfahren	16
11.1 Wahl des Verfahrens	16
11.2 Verfahren zur Bestimmung von PAK	16
11.2.1 Wahl des Verfahrens	16
11.2.2 Blindwertbestimmung	16
11.2.3 Bestimmung der Wiederfindungsrate und Bestimmung des PAK-Gehalts in einer Probe	17
11.2.4 Extraktion	17
11.2.5 Reinigungsverfahren PAK 1	17
11.2.6 Weitere Aufreinigung der Probe	17
11.2.7 Reinigungsverfahren PAK 2	18
11.2.8 Einstellwerte von Gaschromatograph und Massenspektrometer	19
11.3 Verfahren zur Bestimmung von BTEX	19
11.3.1 Wahl des Verfahrens	19
11.3.2 Blindwertbestimmung	19
11.3.3 Bestimmung der Wiederfindungsrate	20
11.3.4 Bestimmung von BTEX in einer Probe	20
11.3.5 Extraktion	20
11.3.6 Einstellwerte von Gaschromatograph und Massenspektrometer	20
11.4 Kalibrierung	20
11.5 Identifizierung	21
11.5.1 Kriterien	21
11.5.2 Gaschromatographie-Kriterium	21
11.5.3 Massenspektrometrie-Kriterium	21
11.6 HPLC-Analyse	21
12 Berechnung der Ergebnisse	22
12.1 Berechnung der einzelnen PAK-Gehalte	22
12.2 Berechnung des PAK-Gehalts mit Korrektur der Wiederfindungsrate	23
12.3 Berechnung der einzelnen BTEX-Gehalte	23
12.4 Rundung	24

12.5	Berechnung der Auflösung der verschiedenen Verbindungen	24
12.6	Wiederfindungsrate	24
13	Leistungsfähigkeit der Prüfung	25
14	Prüfbericht	26
Anhang A (normativ)	Liste der PAK und BTEX	28
Anhang B (informativ)	Chromatographieröhrchen für die Aufreinigung eines Extraktes	29
Anhang C (informativ)	Validierungsergebnisse für den Gehalt von PAK und BTEX in Bauprodukten	30
C.1	Allgemeines	30
C.2	Präzisionsdaten für den Gehalt von PAK und BTEX in Bauprodukten	30
Anhang D (informativ)	Beispielhafte Einstellwerte, die als Ausgangspunkt für die Analyse und den Nachweis von PAK und BTEX dienen können	33
D.1	Beispielhafte Einstellwerte für die Analyse und den Nachweis von PAK	33
D.2	Beispielhafte Einstellwerte für die Analyse und den Nachweis von BTEX	34
Anhang E (informativ)	Flussdiagramm zur Bestimmung von PAK und BTEX	35
Literaturhinweise		36

Bilder

Bild B.1	— Chromatographieröhrchen für die Aufreinigung eines Extraktes	29
Bild E.1	— Flussdiagramm zur Bestimmung von PAK und BTEX	35

Tabellen

Tabelle 1	— Rundung	24
Tabelle 2	— Wiederfindungskriterien	24
Tabelle 3	— Typische Werte der Wiederholpräzision und Vergleichpräzision des Medians für die Analyse des Gehalts	26
Tabelle A.1	— Liste der PAK, die mit dem in diesem Dokument beschriebenen Verfahren bestimmt werden können	28
Tabelle A.2	— Liste der BTEX, die mit dem in diesem Dokument beschriebenen Verfahren bestimmt werden können	28
Tabelle C.1	— Präzisionsdaten für Asphaltgranulat nach Ausschluss von statistischen Ausreißern, Teil 1	31
Tabelle C.2	— Präzisionsdaten für Asphaltgranulat nach Ausschluss von statistischen Ausreißern, Teil 2	31
Tabelle C.3	— Präzisionsdaten für rezyklierte Gesteinskörnung nach Ausschluss von statistischen Ausreißern, Teil 1	32
Tabelle C.4	— Präzisionsdaten für rezyklierte Gesteinskörnung nach Ausschluss von statistischen Ausreißern, Teil 2	32
Tabelle D.1	— Ionen zur Quantifizierung (Q) und Identifizierung (I) von PAK	33
Tabelle D.2	— Ionen zur Quantifizierung (Q) und Identifizierung (I) von BTEX	34

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 17844:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 351 „Bauprodukte – Bewertung der Freisetzung gefährlicher Stoffe“ 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 Mai 2024, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Mai 2024 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 wurde im Rahmen eines Normungsauftrages erarbeitet, den die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelsassoziation CEN erteilt haben.

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

Dieses Dokument behandelt die Bestimmung des Gehalts an polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) und an Benzol, Toluol, Ethylbenzol und Xylolen (BTEX) mit Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion (GC-MS). NEN 7331 wurde als Grundlage verwendet.

Dieses Dokument ist für Bauprodukte vorgesehen und eignet sich zur Bestimmung:

- der gesamten PAK-Reihe, einschließlich der EPA-PAK-Serie ([EPA 8100]);
- der sechs BTEX.

In einigen Fällen kann eine zusätzliche Analyse mit Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC, en: high performance liquid chromatography) erforderlich sein, um bestimmte Verbindungen zu bestimmen.

Die beschriebenen Verfahren wurden einer Validierung der Belastbarkeit unterzogen [Van De Weghe et al., 2018]. Die Nachweisbarkeitsgrenze der Verfahren für einzelne Verbindungen in Bauprodukten liegt für PAK bei 0,5 mg/kg bis 1,5 mg/kg und für BTEX bei 0,1 mg/kg.

Dieses Dokument ist Teil eines modularen horizontalen Ansatzes und gehört zum analytischen Schritt. Eine Übersicht der Module, die zu einer Messkette gehören, sowie das Verfahren für die Auswahl der Module stehen in CEN/TR 16220 zur Verfügung.

Bei der wachsenden Zahl von produkt- und sektororientierten Prüfverfahren wurde festgestellt, dass viele Schritte in Prüfverfahren für viele Produkte, Werkstoffe oder Sektoren verwendet werden oder verwendet werden könnten. Es wurde durch eine sorgfältige Bestimmung dieser Schritte und Auswahl spezifischer Fragen innerhalb dieser Schritte angenommen, dass die Elemente des Prüfverfahrens auf eine Art und Weise beschrieben werden könnten, die für alle Werkstoffe und Produkte oder für alle Werkstoffe und Produkte mit bestimmten Spezifikationen verwendet werden kann.

In diesem Zusammenhang wird ein horizontaler modularer Ansatz im CEN/TC 351 gewählt. „Horizontal“ bedeutet in diesem Zusammenhang, dass die Verfahren für eine weite Bandbreite von Werkstoffen und Produkten mit bestimmten Eigenschaften verwendet werden können. „Modular“ heißt dabei, dass sich eine im Rahmen dieses Ansatzes entwickelte Prüfnorm bei der Beurteilung einer Eigenschaft auf einen bestimmten Schritt und nicht auf die gesamte Messkette (von der Probenahme bis zur Analyse) bezieht. Aus diesem Ansatz ergibt sich der Vorteil, dass die „Module“ besser ersetzt werden können, ohne die genormte „Messkette“ zu gefährden.

Die Nutzung modularer horizontaler Normen impliziert auch die Erstellung von Prüfschemata. Vor der Durchführung einer Prüfung eines bestimmten Werkstoffs oder Produkts und der Bestimmung einzelner Merkmale muss zunächst ein Protokoll entwickelt werden, in dem die anforderungsgerechten Module ausgewählt und als Grundlage für das gesamte Prüfverfahren zusammengestellt werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt zwei Verfahren zur Bestimmung des Gehalts an polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) und ein Verfahren für die Bestimmung des Gehalts an Benzol, Toluol, Ethylbenzol und Xylenen (BTEX) mit Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion (GC-MS).

Anhang A (normativ) enthält Listen von PAK und BTEX, die mit diesem Dokument bestimmt werden können.

Dieses Dokument ist zur Verwendung für Bauprodukte vorgesehen.

In mehreren Fällen kann eine zusätzliche Analyse mit Hochleistungsflüssigkeitschromatographie erforderlich sein, um eine Reihe von Verbindungen zu bestimmen. Zur Bestimmung von PAK wird eine mehrfache Flüssig-Flüssig-Extraktion verwendet, um störende Verbindungen, wie Maltene, zu entfernen. Die Prüfungen, die zu diesem Dokument geführt haben, wurden an verschiedenen Arten von Dachbahnen, Bitumen und bitumenhaltigen Bindemitteln sowie Asphalt, einschließlich einem teerhaltigen Asphalt, durchgeführt (siehe [Van De Weghe et al., 2018] und [García-Ruiz et al., 2020]).

Die Nachweisgrenze der Verfahren für einzelne Verbindungen in Dachbahnen, Asphalt und teerhaltigem Asphalt liegt für PAK bei 0,5 mg/kg bis 1,5 mg/kg und für BTEX bei 0,1 mg/kg.

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 58, *Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel — Probenahme bitumenhaltiger Bindemittel*

EN 12594, *Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel — Vorbereitung von Untersuchungsproben*

EN 16687:2023, *Bauprodukte: Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Terminologie*

EN 17087, *Bauprodukte — Bewertung der Freisetzung von gefährlichen Stoffen — Herstellung von Prüfmengen aus der Laborprobe zur Prüfung der Freisetzung und zur Gehaltsanalyse*

EN ISO 15009, *Bodenbeschaffenheit — Gaschromatographische Bestimmung des Anteils an flüchtigen aromatischen Kohlenwasserstoffen, Naphthalin und flüchtigen Halogenkohlenwasserstoffen — Purge-und-Trap-Anreicherung mit thermischer Desorption (ISO 15009)*

ISO 20595, *Water quality — Determination of selected highly volatile organic compounds in water — Method using gas chromatography and mass spectrometry by static headspace technique (HS-GC-MS)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 16687:2023 und die folgenden Begriffe.

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

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1

Asphalt

homogene Mischung, üblicherweise aus groben und feinen Gesteinskörnungen, Füller und bitumenhaltigem Bindemittel, die zur Herstellung einer Befestigung verwendet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Asphalt kann einen Zusatz oder mehrere Zusätze zur Verbesserung der Einbaueigenschaften, der Leistung oder des Aussehens des Asphaltmischgutes enthalten.

[QUELLE: EN 13108-1:2016, 3.1.8]

3.2

Bitumen

nahezu nicht flüchtiges, klebriges und abdichtendes erdölstämmiges Produkt, das auch in Naturasphalt vorkommt und das in Toluol vollständig oder nahezu vollständig löslich ist, bei Umgebungstemperatur ist es hochviskos oder nahezu fest

Anmerkung 1 zum Begriff: Einige Bitumensorten werden sowohl im Straßenbau als auch bei industriellen Anwendungen eingesetzt; so werden z. B. bestimmte Bitumensorten für industrielle Zwecke zur Herstellung von Dach- und anderen Dichtungsbahnen verwendet.

[QUELLE: EN 12597:2014, 2.2]

3.3

Blindwert

Prüfergebnis, das bei der Durchführung des Prüfverfahrens in Abwesenheit einer Prüfmenge erhalten wird

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.1.10; modifiziert – Anmerkung 1 zum Begriff entfernt]

3.4

Aufreinigung

Reinigung eines Rohextrakts zur Entfernung von störend einwirkenden Bestandteilen

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.2.27; modifiziert – Anmerkung 1 zum Begriff entfernt]

3.5

externer Standard

bekannte Menge der zu messenden Zielanalyten, die in der gleichen Reihe wie die zu messende Lösung gemessen wird und die für die Identifikation und Quantifizierung verwendet wird

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.2.20]

3.6

Extrakt

Lösung, die durch Extraktion einer Probe mit einem Lösungsmittel entsteht

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.2.13]

3.7

Extraktion

Herauslösen von Stoffen mit einem Lösungsmittel für die anschließende chemische Analyse

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.2.14; modifiziert – Anmerkung 1 zum Begriff entfernt]

3.8

Schlussextrakt

Lösung, die nach Wiederaufbereitung des Soxhlet-Extrakts durch einen Reinigungsschritt gewonnen wurde

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.2.18]

3.9

Einspritzstandard

bekannte Menge eines Stoffes (sofern anwendbar deuteriert), der nicht in der Probe enthalten ist, die nach dem Wiederaufbereitungsschritt zur Untersuchungsmenge gegeben wird

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.2.19]

3.10

Laborprobe

dem Labor zugesandte(n) oder von diesem erhaltene(n) Probe oder Teilprobe(n)

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.2.1; modifiziert – Anmerkungen zum Begriff entfernt]

3.11

Nachweisgrenze der Methode

MDL, en: method detection limit

niedrigste Konzentration eines Analyten, die mit einem konkreten analytischen Verfahren einschließlich Probenzubereitung mit einer definierten statistischen Wahrscheinlichkeit nachgewiesen werden kann

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.3.1.12; modifiziert – Anmerkung 1 zum Begriff entfernt]

3.12

Produktmatrix

hauptsächliche Zusammensetzung des Produkts, welche die Art der Probenvorbereitung, des Aufschlusses oder der Extraktion für eine spätere chemische Analyse vorgibt

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.1.1.2; modifiziert – Anmerkung 1 zum Begriff entfernt]

3.13

Probe

Teilmenge eines Materials, die aus einer größeren Materialmenge ausgewählt wird

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.1.5; modifiziert – Anmerkungen zum Begriff entfernt]

3.14

Soxhlet-Extrakt

Lösung, die nach Extraktion einer festen Teilprobe durch die Soxhlet-Technik für die Bestimmung organischer Verbindungen gewonnen wurde

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.2.17]

3.15

Soxhlet-Extraktion

chemische Vorbehandlung einer festen Teilprobe, bei der die zu bestimmenden organischen Verbindungen durch die Soxhlet-Technik gelöst werden

[QUELLE: EN 16687:2023, 3.2.2.16]