

DIN ISO 11916-1

ICS 13.080.10

**Bodenbeschaffenheit –
Bestimmung von ausgewählten Explosivstoffen und verwandten
Verbindungen –
Teil 1: Verfahren mittels
Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) und UV-Detektion
(ISO 11916-1:2013)**

Soil quality –

Determination of selected explosives and related compounds –

Part 1: Method using high-performance liquid chromatography (HPLC) with ultraviolet detection (ISO 11916-1:2013)

Qualité du sol –

Dosage d'une sélection d'explosifs et de composés apparentés –

Partie 1: Méthode utilisant la chromatographie liquide à haute performance (CLHP) avec détection ultraviolet (ISO 11916-1:2013)

Gesamtumfang 31 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	6
3 Kurzbeschreibung	6
4 Störungen	6
5 Reagenzien	7
5.1 Allgemeines	7
5.2 Chemikalien	7
5.3 Standardsubstanzen und -lösungen	7
6 Geräte	8
6.1 Allgemeines	8
6.2 Vorrichtungen für die Extraktion	8
6.3 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie-System (HPLC-System) mit DAD	9
7 Durchführung	9
7.1 Probenvorbehandlung, Lagerung der Proben und Bestimmung des Wassergehaltes	9
7.2 Extraktion	9
7.2.1 Allgemeines	9
7.2.2 Extraktion mit einem Ultraschallbad	10
7.2.3 Mechanisches Schütteln	10
7.2.4 Extraktion unter Anwendung einer Soxhlet-Apparatur	11
7.2.5 Druckbeschleunigte Lösemittelextraktion (PLE)	11
7.3 Lagerung des Extrakts	12
8 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographische Analyse	12
8.1 Allgemeines	12
8.2 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographisches System	13
8.2.1 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatograph (HPLC)	13
8.2.2 Detektor	13
8.3 Kalibrierung	13
8.4 Identifizierung und quantitative Bestimmung	14
9 Berechnung der Ergebnisse	14
10 Qualitätssicherung	15
11 Angabe der Ergebnisse	15
12 Prüfbericht	16
Anhang A (informativ) Wiederfindungsgrenze der Standards zur Verfahrensprüfung	17
Anhang B (informativ) HPLC-UV-DAD-Bedingungen	18
B.1 Beispiel für die chromatographischen Bedingungen für die Untersuchung von 16 Explosivstoffen und verwandten Verbindungen	18
B.2 Beispiele für Chromatogramme zur Auswirkung der Detektion mittels verschiedener Wellenlängen	18
Anhang C (informativ) Verfahrenskenndaten	22
C.1 Untersuchungskonzept und Beschreibung des Probenmaterials	22
C.2 Ergänzende Untersuchungen	27
Literaturhinweise	31

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (DIN ISO 11916-1:2013) wurde vom technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitskreis NA 119-01-02-02-53 AK „Sprengstofftypische Verbindungen“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-02 AA „Boden- und Abfalluntersuchung“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

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

In der Reihe ISO 11916 existieren folgenden Teile unter dem allgemeinen Titel *Soil quality — Determination of selected explosives and related compounds*:

- *Part 1: Method using high-performance liquid chromatography (HPLC) with ultraviolet detection;*
- *Part 2: Method using gas chromatography (GC) with electron capture detection (ECD) or mass spectrometric detection (MS).*

Für die Anwendung in Deutschland werden folgende Hinweise gegeben:

Der in 6.2.2 angegebene Schüttelhub des Horizontalschüttlers von etwa 10 cm ist praxisfern. Übliche Horizontalschüttler sind typbedingt voreingestellt und nicht variabel einstellbar. Geringere Schüttelhübe von 5 cm bis 7 cm sind für den Zweck erfahrungsgemäß ausreichend.

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

ISO 565	siehe DIN ISO 565
ISO 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2
ISO 11465	siehe DIN EN 15934
ISO 11916-2	siehe DIN ISO 11916-2
ISO 14507	siehe DIN 19747
ISO 22478	siehe DIN EN ISO 22478

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

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

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN EN 15934, *Schlamm, behandelter Bioabfall, Boden und Abfall — Berechnung des Trockenmassenanteils nach Bestimmung des Trockenrückstands oder des Wassergehalts*

DIN EN ISO 22478, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung ausgewählter Explosivstoffe und verwandter Verbindungen — Verfahren mittels Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) mit UV-Detektion*

DIN ISO 565, *Analysensiebe — Metalldrahtgewebe, Lochplatten und elektrogeformte Siebfolien — Nennöffnungsweiten*

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 11916-2, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung von ausgewählten Explosivstoffen und verwandten Verbindungen — Teil 2: Verfahren mittels Gaschromatographie (GC) und Elektronen-Einfang-Detektion (ECD) oder massenspektrometrischer Detektion (MS)*

Bodenbeschaffenheit — Bestimmung von ausgewählten Explosivstoffen und verwandten Verbindungen — Teil 1: Verfahren mittels Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) und UV-Detektion

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 11916 legt ein Verfahren zur Messung von Explosivstoffen und verwandten Nitroverbindungen (wie in Tabelle 1 angegeben) in Böden und Bodenmaterialien fest. Dieser Teil von ISO 11916 ist für die Spurenanalyse von Explosivstoffen und verwandten Verbindungen durch Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) unter Anwendung eines Ultraviolett-detektors (UV-Detektors) vorgesehen.

Unter den in diesem Teil von ISO 11916 festgelegten Bedingungen können in Abhängigkeit von der jeweiligen Verbindung Konzentrationen von 0,1 mg/kg bis 1 mg/kg, bezogen auf die Trockenmasse, bestimmt werden. Ähnliche Verbindungen, insbesondere verschiedene Nitroaromate, Nebenprodukte und Abbauprodukte von Explosivstoffen dürfen nach diesem Verfahren analysiert werden. Die Anwendbarkeit sollte im Einzelfall jedoch geprüft werden.

Tabelle 1 — Explosivstoffe und verwandte Nitroverbindungen zur Analyse

Verbindung	Abkürzung	CAS-RN ^a
Nitrobenzol	NB	98-95-3
1,3-Dinitrobenzol	1,3-DNB	99-65-0
1,3,5-Trinitrobenzol ^b	1,3,5-TNB	99-35-4
2-Nitrotoluol	2-NT	88-72-2
3-Nitrotoluol	3-NT	99-08-1
4-Nitrotoluol	4-NT	99-99-0
2,4-Dinitrotoluol	2,4-DNT	121-14-2
2,6-Dinitrotoluen	2,6-DNT	606-20-2
2,4,6-Trinitrotoluol	2,4,6-TNT	118-96-7
4-Amino-2,6-dinitrotoluol	4-A-2,6-DNT	19406-51-6
2-Amino-4,6-dinitrotoluol	2-A-4,6-DNT	35572-78-2
<i>N</i> -Methyl- <i>N</i> -2,4,6-tetranitroanilin ^b	Tetryl	479-45-8
2,4,6-Trinitro- <i>N</i> -(2,4,6-trinitrophenyl)anilin	Hexyl	131-73-7
1,3,5-Trinitro-hexahydro-1,3,5-triazin	RDX	121-82-4
1,3,5,7-Tetranitro-octahydro-1,3,5,7-tetrazocin	HMX	2691-41-0
Pentaerythrityltetranitrat ^b	PETN	78-11-5
^a CAS-RN Chemical Abstract Services Registrier-Nummer. ^b Für PETN, 1,3,5-TNB und Tetryl konnten in einem Ringversuch keine belastbaren Ergebnisse erzielt werden. Die Analyse dieser Verbindungen kann problematisch sein.		

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).

ISO 565, *Test sieves — Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet — Nominal sizes of openings*

ISO 11465, *Soil quality — Determination of dry matter and water content on a mass basis — Gravimetric method*

ISO 22478, *Water quality — Determination of certain explosives and related compounds — Method using high-performance liquid chromatography (HPLC) with UV detection*

3 Kurzbeschreibung

Explosive Materialien in Böden werden mit Acetonitril oder Methanol und unter Anwendung eines der folgenden Verfahren extrahiert:

- Extraktion mithilfe eines Ultraschallbades (USE);
- Extraktion mittels eines mechanischen Horizontalschüttlers (MSE) (en: mechanical shaking extraction);
- Extraktion mithilfe eines Soxhlet-Extraktors, der isotherm bei Siedetemperatur arbeitet (SOX);
- druckbeschleunigte Lösemittelextraktion (PLE) (en: pressurised liquid extraction).

Der Extrakt, der die Analyten enthält, wird entweder direkt, oder falls notwendig, verdünnt in einen Umkehrphasen-Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographen (HPLC) injiziert und die Analyten mittels Diodenarraydetektor (DAD) identifiziert.

WARNUNG — Bei Transport, Lagerung oder Behandlung von Explosivstoffen ist vorsichtig vorzugehen. Hohe Temperaturen, hoher Druck und statische Elektrizität sind bei der Aufbewahrung von Explosivstoffen zu verhindern. Kleine Mengen von explosiver Materialien sollten feucht an einem kühlen, dunklen Ort aufbewahrt werden. Wenn die Menge an Explosivstoffen weniger als 1 % (Massenanteil) beträgt, besteht bei Bodenproben keine Explosionsgefahr.

4 Störungen

Lösemittel, Reagenzien, Glasgeräte und andere Geräte zur Probenaufbereitung können Artefakte freisetzen und/oder zu erhöhten Basislinien führen, die Fehlinterpretationen der Chromatogramme verursachen. Sämtliche Materialien müssen frei von Störsubstanzen sein, was durch die Analyse von Verfahrensblindproben nachzuweisen ist.

Tetryl kann in Methanol oder Wasser bei (sowie oberhalb der) Raumtemperatur der Zersetzung unterliegen. Die Abbauprodukte von Tetryl erscheinen als Schulter von 2,4,6-TNT, wenn eine C₁₈-Säule verwendet wird. In diesem Fall sollte für die Bestimmung von 2,4,6-TNT vorzugsweise die Peakhöhe anstelle der Peakfläche verwendet werden.

Proben die 2,4,6-Trinitrobenzoesäure enthalten sollten nicht mit Acetonitril extrahiert werden, da dies aufgrund einer Decarboxylierungsreaktion zu einem Überbefund an 1,3,5-TNB führen kann.

5 Reagenzien

5.1 Allgemeines

Alle Reagenzien müssen blindwertfrei und von anerkannter Analysenreinheit sein. Reagenzien dürfen keine messbaren Mengen UV-absorbierender Substanzen enthalten, die die Analytik beeinflussen könnten.

5.2 Chemikalien

5.2.1 Wasser.

5.2.2 Aceton, C_3H_6O , zum Reinigen der Behälter und Geräte.

5.2.3 Acetonitril, CH_3CN , Reinheitsgrad „zur HPLC“ oder gleichwertiger Reinheitsgrad.

5.2.4 Methanol, CH_3OH , Reinheitsgrad „zur HPLC“ oder gleichwertiger Reinheitsgrad.

5.2.5 Diatomeenerde oder Seesand, pelletiert und kalziniert (für PLE).

5.3 Standardsubstanzen und -lösungen

5.3.1 Standardsubstanzen

5.3.1.1 Bezugssubstanzen

Die in Tabelle 1 aufgeführten Verbindungen.

5.3.1.2 Standards zur Verfahrensprüfung

Geeignete, nicht in der Untersuchungsprobe enthaltene Verbindung(en), z. B. 2,5-DNT.

5.3.2 Standardlösungen

5.3.2.1 Allgemeines

Sämtliche, in diesem Verfahren verwendeten Standardlösungen sind wie folgt herzustellen.

ANMERKUNG Wenn eine handelsübliche zertifizierte Standard-Stammlösung der entsprechenden Explosivstoffe (Tabelle 1) verwendet wird, werden die Kalibrierlösungen unterschiedlicher Konzentration durch Verdünnung eines geeigneten Volumens der Stammlösung mit Acetonitril (5.2.3) oder Methanol (5.2.4) in Messkolben hergestellt.

Verdünnungsschritte dürfen den Faktor 100 nicht überschreiten.

5.3.2.2 Einzelsubstanz-Stammlösungen

Zur Herstellung ($50 \pm 0,1$) mg der jeweiligen Bezugssubstanz in einen 50-ml-Messkolben einwiegen (Dimension: mg/ml). Bis zur Marke mit Acetonitril (5.2.3) oder Methanol (5.2.4) auffüllen und die Bezugssubstanz vollständig auflösen.

Die Stammlösungen sind in Braunglas-Probenflaschen mit PTFE-beschichteten Schraubverschlüssen zu überführen.

Die Stammlösungen können im Dunkeln im Kühlschrank bei 2 °C bis 6 °C bis zu einem Jahr aufbewahrt werden.

5.3.2.3 Multikomponenten-Stammlösungen

Multikomponenten-Stammlösungen unterschiedlicher Konzentration sind durch Mischen und Verdünnen mit Acetonitril (5.2.3) oder Methanol (5.2.4) aus den einzelnen Einzelsubstanz-Stammlösungen (5.3.2.2) herzustellen.

Bei Konzentrationen unter 1 mg/ml sollte die Lösung nach einer Woche geprüft werden, da sich Bezugssubstanzen zersetzen können.

Für die Kalibrierung sind mindestens fünf Konzentrationslevel herzustellen.

6 Geräte

6.1 Allgemeines

Übliche Laborgeräte sowie folgende.

6.1.1 Braunglas-Probenflaschen mit Polytetrafluorethylen (PTFE)-beschichteten Schraubverschlüssen.

6.1.2 Braunglas-Probenflaschen mit Verschlüssen mit Septen und Polytetrafluorethylen (PTFE)-beschichteten Dichtungen.

6.1.3 Braunglas-Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen.

6.1.4 Lochplattensieb, nach ISO 565.

6.1.5 Analysenwaage, mit einer Messungenauigkeit von mindestens 0,1 mg.

6.1.6 Laborzentrifuge, mit einer Beschleunigung von mindestens 1 000 g.

6.1.7 pH-Messgerät, zur Einstellung des pH-Werts der mobilen Phase für die HPLC.

6.1.8 Filter und passende Filterscheibe, 0,45 µm Porengröße.

Jegliche Adsorption der Zielanalyten muss vermieden werden. Die Elution störender Substanzen muss vermieden werden. PTFE oder Polyamid wird empfohlen.

6.2 Vorrichtungen für die Extraktion

6.2.1 Temperaturgeregeltes Ultraschallbad, 35 Hz, HF-Nennleistung mindestens 140 W.

Das Wasserbad muss geeignet sein, bei der Ultraschallextraktion eine Temperatur von $(30 \pm 5) ^\circ\text{C}$ oder $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$ aufrechtzuerhalten.

6.2.2 Horizontalschüttler

Mit einer Schüttelfrequenz von 100 Zyklen/min und etwa 10 cm Schüttelhub.

6.2.3 Soxhlet-Apparatur

Extraktionsgerät, dessen Extraktionskammer und Dampfrohr sich durch eine geeignete Ummantelung im Dampfraum befinden, oder Extraktionsgerät mit zusätzlich beheizter Extraktionskammer, vollständig ausgestattet mit Siedegefäß, geeignetem Heizmantel und Rückflusskühler, geeignet für die Extraktion von 50 g Bodenprobe mit heißem Lösemittel durch vollständiges Überfluten der zu extrahierenden Probe.

6.2.4 Gerät für die druckbeschleunigte Lösemittlextraktion (PLE)

Gerät für die druckbeschleunigte Lösemittlextraktion, ausgestattet mit Extraktionszellen aus nichtrostendem Stahl oder einem anderen Material, das den für dieses Verfahren erforderlichen Druckstufen (890 hPa/2 000 psi) widersteht; Gefäße zum Sammeln der Extrakte, 40 ml oder 60 ml, vorgereinigt, mit offener Schraubkappe und Polytetrafluorethylen(PTFE-)beschichtetem Septum; Filterscheibe aus Cellulose oder Glasfaser; Dichtscheibe für den Verschluss der Zelle.

6.3 Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie-System (HPLC-System) mit DAD

HPLC-System, bestehend aus einer Pumpe mit einer Nennleistung von mindestens 40 MPa (400 bar), einem Injektionssystem, dessen Probenschleife über ein Fassungsvermögen von 100 µl verfügt, einem Diodenarraydetektor (DAD) mit einem Wellenlängenbereich von 200 nm bis 400 nm (oder höher).

Andere Spezifikationen des HPLC-Systems sollten ISO 22478 entsprechen.

7 Durchführung

7.1 Probenvorbehandlung, Lagerung der Proben und Bestimmung des Wassergehaltes

Während der Entnahme einer feldfeuchten Probe werden grobe Verunreinigungen, wie z. B. Pflanzenrückstände und Steine entfernt. Die Proben werden in Braunglasflaschen überführt und umgehend in einem kühlen, dunklen Transportbehältnis gelagert.

Bodenproben müssen sobald wie möglich analysiert werden.

Wenn die Probenvorbehandlung nicht innerhalb einer Woche erfolgen kann, sind die Proben an einem dunklen Ort bei einer Temperatur von $(4 \pm 2) ^\circ\text{C}$ zu lagern. Proben, die vor der Analyse über einen längeren Zeitraum aufbewahrt werden (d. h. > 1 Woche), müssen bei einer Temperatur von $-20 ^\circ\text{C}$ gelagert werden.

Die Probe ist durch Sieben auf eine Korngröße von 2 mm zu homogenisieren (6.1.4).

Zur Bestimmung flüchtiger Nitroaromaten (2-NT, 3-NT, 4-NT, NB) ist die Probenahme so durchzuführen, dass Verdunstungsverluste so klein wie möglich gehalten werden.

Proben, die hauptsächlich für die Bestimmung flüchtiger Verbindungen entnommen wurden, können auch umgehend (vor Ort) in ein Probengefäß gegeben werden, in dem Methanol vorgelegt ist. Anschließend werden die Proben nach 7.2.2 oder 7.2.3 behandelt. Auf diese Weise entnommene Proben sind als nicht-homogenisierte und ungesiebte Stichproben anzusehen.

Um die Explosivstoffgehalte auf der Basis der Trockensubstanz der Bodenprobe zu berechnen, wird der Trockengehalt des feldfeuchten Bodens nach ISO 11465 bestimmt. Dabei sind mögliche Ausgasungen flüchtiger toxischer Kontaminanten zu beachten.

7.2 Extraktion

7.2.1 Allgemeines

Die folgenden vier Extraktionsverfahren dürfen angewandt werden:

- Extraktion mit einem Ultraschallbad (7.2.2);
- Extraktion durch mechanisches Schütteln (7.2.3);
- Extraktion unter Anwendung einer Soxhlet-Apparatur (7.2.4);
- druckbeschleunigte Lösemittlextraktion (7.2.5).

Zur Prüfung des Verfahrens wird der Zusatz einer Standardsubstanz empfohlen, die vor der Extraktion hinzugefügt werden muss. Zur Auswahl geeigneter Standardsubstanzen siehe 5.3.1.2.

Aufgrund der schlechten Löslichkeit von HMX, Hexyl und PETN in reinem Methanol sollte Acetonitril (5.2.3) als Lösemittel für die Analyse verwendet werden.

7.2.2 Extraktion mit einem Ultraschallbad

Mit einer Genauigkeit von $\pm 0,1$ g werden etwa 20 g der feldfeuchten und homogenisierten Probe in ein Extraktionsgefäß (6.1.1) eingewogen. Wird das Verfahren mithilfe einer Standardsubstanz (5.3.1.2) überprüft, so wird eine Standardsubstanzmenge zugegeben, die im Konzentrationsbereich 1 mg/l bis 10 mg/l der endgültigen Extraktionslösung liegt. Anschließend werden $(40 \pm 0,1)$ ml Acetonitril (5.2.3) oder Methanol (5.2.4) hinzugefügt und die Flasche mit einem Schraubverschluss verschlossen, der eine PTFE-beschichtete Dichtung enthält. Die Probe wird kurz von Hand geschüttelt und anschließend in einem Ultraschallbad (6.2.1) 16 h bei (30 ± 5) °C oder 4 h bei (50 ± 5) °C extrahiert.

Während der Extraktion sollte der Wasserstand im Ultraschallbad das Niveau des Lösemittels im Extraktionsgefäß um mindestens 1 cm übersteigen.

Nach Abschluss der Extraktion mit Ultraschall wird das Extraktionsgefäß zum Absetzen der Bodenteilchen 30 min stehen gelassen. Die Extraktionsgefäß darf erst geöffnet werden, nachdem es auf Raumtemperatur abgekühlt ist. Falls notwendig, wird ein Aliquot des Überstandes mit einem 0,45-µm-PTFE- oder Polyamidfilter filtriert oder bei 1 000 g für 20 min zentrifugiert.

Es wird empfohlen, den Spritzenfilter vor der Filtration leicht mit Lösemittel zu befeuchten.

Das Gesamtvolumen des Extrakts entspricht dem Volumen des Lösemittels, das für die Extraktion eingesetzt wurde, erhöht um den Wassergehalt der Bodenprobe.

7.2.3 Mechanisches Schütteln

Mit einer Genauigkeit von $\pm 0,1$ g werden etwa 20 g der feldfeuchten und homogenisierten Probe in ein Extraktionsgefäß (6.1.1) eingewogen. Wird das Verfahren mithilfe einer Standardsubstanz (5.3.1.2) geprüft, so wird eine Standardsubstanzmenge zugegeben, die im Konzentrationsbereich 1 mg/l bis 10 mg/l der endgültigen Extraktionslösung liegt. Anschließend werden $(40 \pm 0,1)$ ml Acetonitril (5.2.3) oder Methanol (5.2.4) hinzugefügt und die Flasche mit einem Schraubverschluss verschlossen, der eine PTFE-beschichtete Dichtung enthält. Die Proben werden kurz von Hand geschüttelt und anschließend in einem Horizontalschüttler (6.2.2) über einen Zeitraum von 16 h geschüttelt.

Nach Beendigung des Schüttelns wird das Extraktionsgefäß zur Absetzung der Bodenteilchen 30 min stehen gelassen. Falls notwendig, wird ein Aliquot des Überstandes über ein 0,45-µm-PTFE- oder Polyamidfilter filtriert oder bei 1 000 g für 20 min zentrifugiert.

Es wird empfohlen, den Spritzenfilter vor der Filtration leicht mit Lösemittel zu befeuchten.

Das Gesamtvolumen des Extrakts entspricht dem Volumen des Lösemittels, das für die Extraktion eingesetzt wurde, erhöht um den Wassergehalt der Bodenprobe.