

Emissionen aus stationären Quellen
**Bestimmung der gas- und partikelförmigen polyzyklischen
aromatischen Kohlenwasserstoffe aus stationären Quellen**
Teil 2: Probenaufbereitung, Probenreinigung und Bestimmung
(ISO/DIS 11338-2: 1999)

DIN
ISO 11338-2

Diese Norm wurde in das VDI/DIN-Handbuch Reinhaltung der Luft, Band 5, aufgenommen.

ICS 13.040.40

Einsprüche bis 31. Dez 1999

Stationary source emissions – Determination of gas and particle-phase
polycyclic aromatic hydrocarbons from stationary sources –
Part 2: Sample preparation, clean-up and determination (ISO/DIS 11338-2 : 1999)

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten an die Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN – Normenausschuß –, Postfach 101139, 40002 Düsseldorf.

Das internationale Schriftstück ISO/DIS 11338 : 1999, „Stationary source emissions – Determination of gas and particle-phase polycyclic aromatic hydrocarbons from stationary sources – Part 2: Sample preparation, clean-up and determination“, ist unverändert in diesen deutschen Norm-Entwurf übernommen worden.

Nationales Vorwort

Das internationale Schriftstück ISO/DIS 11338 wurde vom Unterkomitee „Emissionen aus stationären Quellen“ des Technischen Komitee 146 „Luftbeschaffenheit“ (Sekretariat Deutschland) der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet. An der Erstellung dieser Norm war der Fachbereich IV „Umweltmeßtechnik“ der Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN - Normenausschuß beteiligt.

Fortsetzung Seite 2 bis 23

Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN – Normenausschuß

Deutsche Übersetzung

Emissionen aus stationären Quellen - Bestimmung der gas- und partikelförmigen polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffe aus stationären Quellen - Teil 2: Probenaufbereitung, Probenreinigung und Bestimmung

Inhalt	Seite
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Begriffe und Definitionen	3
4 Grundlagen	4
4.1 Probenahme	4
4.2 Analyse.....	4
5 Sicherheitsvorkehrungen	4
6 Verfahrensweise	4
6.1 HPLC-Methode	4
6.2 GC/MS-Methode	11
7 Einschränkungen und Störeinflüsse	17
7.1 Einschränkungen	17
7.2 Störeinflüsse	17
Annex A (informativ) Wellenlänge der maximalen UV Absorption und empfohlene Kombinationen der Anregungs- und Emissionswellenlänge für die HPLC	19
Annex B (informativ) Formeln und physikalische Eigenschaften ausgewählter PAH	20
Annex C (informativ) Charakteristische Ionen für den GC/MS-Nachweis ausgewählter PAH, interner Standards und Wiederfindungsstandards	21
Annex D (informativ) Ergänzung zu Anhang C: Anwendbarkeit interner Standards	22
Anhang E (normativ) Zusammenfassung der Verfahrenskenngrößen der HPLC-Methode	23
Anhang F (normativ) Zusammenstellung der Verfahrenskenngrößen der GC/MS-Methode	23

Vorwort

ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedskörperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitgliedskörperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt.

Die von den Technischen Komitees verabschiedeten Entwürfe zu Internationalen Normen werden den Mitgliedskörperschaften zunächst zur Annahme vorgelegt, bevor sie vom Rat der ISO als Internationale Normen bestätigt werden.

Sie werden nach den Verfahrensregeln der ISO angenommen, wenn mindestens 75 % der abstimmenden Mitgliedskörperschaften zugestimmt haben.

Die Internationale Norm ISO 11338 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 146, Air quality, Unterkomitee SC1, Emissionen aus stationären Quellen, Arbeitsgruppe 9 erarbeitet.

Die Anhänge A, B, C und D sind informativ.

Einleitung

Diese Norm beschreibt Verfahren zur Aufbereitung, Reinigung und Analyse von PAH-Proben (entnommen aus Rauch- und Abgasen), die auf der Hochdruck-Flüssigchromatographie (HPLC) und auf der Gaschromatographie in Verbindung mit massenspektrometrischer Detektion (GC/MS) basieren.

Für die Anwendungen des Teils 2 dieser Norm sind polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAH) definiert als Verbindungen, die aus zwei oder mehreren kondensierten aromatischen Ringen aus Kohlenstoffatomen aufgebaut sind.

PAH werden überwiegend durch Verbrennung von fossilen Brennstoffen und Holz an die Atmosphäre abgegeben. PAH werden als die bedeutsamste Klasse von Umweltkarzinogenen angesehen. Die Identifizierung und Quantifizierung der PAH, die aus stationären Quellen emittiert werden, sind hinsichtlich der Bewertung ihrer Auswirkungen auf die Gesundheit von entscheidender Bedeutung.

Rauch- und Abgase aus stationären Quellen enthalten häufig einen gewissen Anteil fester Partikel. Wegen der außerordentlich großen Bandbreite der dampfförmigen Phasen treten die PAH in der Gas- und/oder Partikelphase auf. PAH, die vier und mehr Ringe enthalten, neigen zur Adsorption an Partikeln, während PAH, die zwei bis vier Ringe enthalten, meistens in gasförmigem Zustand vorliegen.

Die Verteilung der PAH zwischen der Gas- und Partikelphase hängt stark von der Temperatur, der Masse der Partikel, der Partikelgröße, der Feuchte, der Art sowie der Konzentration der PAH im Gasstrom ab.

Während der Probenahme, der Probenlagerung und der Probenaufbereitung können PAH-Verluste auftreten und die quantitative Analyse zunichte machen. Die Verluste können sich aufgrund der Flüchtigkeit von PAH mit zwei oder drei Ringen, der physikalisch-chemischen Instabilität von PAH in Gegenwart von O₂, NO_x, SO₂, HCl und bestimmten Schwermetallen sowie auch in Gegenwart von Licht ergeben.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt Verfahren für die Probenaufbereitung, die Probenreinigung und die analytische Bestimmung von polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAH) in Rauch- und Abgasen fest. Die analytischen Methoden ermöglichen den Nachweis von PAH-Konzentrationen im Bereich von sub-ng/m³ je nach Art der PAH und dem Volumen der entnommenen Probe.

Die Norm basiert auf der Methode der Hochdruck-Flüssigchromatographie (HPLC) und der Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion (GC/MS). Das HPLC-Verfahren wird in den Abschnitten 7 bis 14, das GC/MS-Verfahren in den Abschnitten 15 bis 21 beschrieben.

In Teil 1 dieser Internationalen Norm werden drei Probenahmemethoden beschrieben und Mindestanforderungen an die PAH-Probenahme spezifiziert.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil der vorliegenden Internationalen Norm sind. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Internationalen Norm waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle Normen unterliegen der Überarbeitung. Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf dieser Internationalen Norm basieren, werden gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, ob die jeweils neuesten Ausgaben der im folgenden genannten Normen angewendet werden können. Die Mitglieder von IEC und ISO führen Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

NVN 2816:1990	Air quality - Stationary source emissions - Determination of concentration of polycyclic aromatic hydrocarbons
ISO 4225:1994	Air quality - General aspects - Vocabulary
ISO/CD 12884:1997	Air quality - Determination of gas and particle-phase polycyclic aromatic hydrocarbons in ambient air - Collection on sorbent-backed filters with gas chromatographic/mass spectrometric analysis.

3 Begriffe und Definitionen

Für die Anwendung dieser Internationalen Norm gelten die Begriffe und Definitionen nach ISO 4225 sowie die folgenden:

3.1 Polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAH)

Verbindungen, die aus zwei oder mehreren kondensierten aromatischen Ringen aus Kohlenstoffatomen aufgebaut sind.

3.2 Emissionen aus stationären Quellen

Gase, die aus technischen Anlagen oder die von technischen Prozessen emittiert und zum Zweck der Ausbreitung in der Atmosphäre zu einem Schornstein geleitet werden.

4 Grundlagen

4.1 Probenahme

Mittels einer geeigneten Probenahmeverrichtung, die auf isokinetischer Basis arbeitet, wird dem Gaskanal durch einen Auslaß eine repräsentative Probe entnommen. Die Partikelphase wird auf einem geeigneten Filter gesammelt und die Gasphase wird durch Kondensation und auf einem Adsorbens (z.B. Styrol-Divinylbenzol-Polymerharz (XAD-2), Polyurethanschaum oder ein anderes geeignetes Adsorbens) aufgefangen.

4.2 Analyse

Nachdem eine repräsentative Probe entnommen wurde, wird die Vorrichtung ausgespült und Filter und Adsorbens (z.B. XAD-2-Harz oder ein anderes Adsorbens mit vergleichbarer Sammeleffizienz) werden vereinigt und mittels eines Soxhlet-Extraktors (oder einer anderen geprüften Methode, z.B. ASE) mit einem geeigneten organischen Lösemittel extrahiert.

Der Extrakt wird zunächst mit einem Rotationsverdampfer und, falls erforderlich, nachfolgend unter Stickstoff weiter eingengt. **Vor der analytischen Bestimmung mittels HPLC oder GC/MS kann eine Probenreinigung notwendig sein.** Ein aliquoter Teil des Extraktes wird mit Hilfe der Umkehr-Hochdruck-Flüssigchromatographie (RP-HPLC) oder der Gaschromatographie in Verbindung mit Massenspektrometrie (GC/MS) analysiert.

Die Konzentration jedes PAH wird aus der Masse der PAH (Partikel- und Gasphase) und dem Gasvolumen der Probe, bezogen auf Normbedingungen, ermittelt.

5 Sicherheitsvorkehrungen

Alle PAH sind als potentielle Karzinogene zu behandeln. Der Anwender sollte mit den chemischen und physikalischen Eigenschaften der PAH vertraut sein. Körperkontakt mit PAH in fester Form sowie mit ihren Extrakten und Lösungen ist zu vermeiden. PAH können mit dem Lösemittel abdestillieren und an Schliffstopfen haftend aus den Glasgefäßen nach außen gelangen.

ANMERKUNG: Angesichts des Gefahrenpotentials beim Arbeiten mit PAH, besonders, wenn sie in festem Zustand vorliegen, ist die eigene Herstellung von Standardlösungen mit einer Gesundheitsgefährdung verbunden. Daher ist es besser, kommerziell erhältliche Standardlösungen zu verwenden. Das Amerikanische Nationale Institut für Standards und Technologie (NIST) hält den Referenzstandard 1647: „Hauptschadstoff Polyzyklische Aromatische Kohlenwasserstoffe“ zur Lieferung bereit. Der NIST-Standard ist eine zertifizierte Lösung von 16 PAH in Acetonitril.

Alle Glasteile, die PAH-Lösungen enthalten, müssen daher mit lösemittelbeständigen Handschuhen gehandhabt werden. Jegliche Kontamination kann mit ultraviolettem Fluoreszenzlicht erkannt werden. PAH sind in festem Zustand besonders gefährlich, weil sie sich elektrostatisch aufladen. Daher sollten PAH in einer Handschuhbox abgewogen werden. Nicht verwendete Proben sowie kontaminierte Gerätschaften, Glasteile und Kleidungsstücke müssen unter Beachtung der einschlägigen Sicherheitsbestimmungen auf geeignete Weise entsorgt werden.

6 Verfahrensweise

6.1 HPLC-Methode

Dieser Abschnitt beschreibt die Probenaufbereitung, die Probenreinigung und die analytische Methode zur Bestimmung der Konzentration von polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAH) in Rauch- und Abgasen mittels Hochdruck-Flüssigchromatographie (HPLC)

6.1.1 Reagenzien und Materialien

- 6.1.1.1 *Acetonitril*, für HPLC geeignet
- 6.1.1.2 *n-Hexan*, für HPLC geeignet
- 6.1.1.3 *Methanol*, für HPLC geeignet
- 6.1.1.4 *Diethylether*, analysenrein, mit 2 % Ethanol stabilisiert, für HPLC geeignet
- 6.1.1.5 *Kieselgel*, von hohem Reinheitsgrad, Typ 60, Körnung 65 µm bis 210 µm (70 bis 230 mesh)
- 6.1.1.6 *Natriumsulfat*, wasserfrei, analysenrein, durch Ausheizen bei 300 °C über 4 Stunden getrocknet
- 6.1.1.7 *Wiederfindungsstandards für HPLC*, 2-Methylchrysen oder 6-Methylchrysen, Reinheit mindestens 98 %
- 6.1.1.8 *Druckgase*, Helium als Entgaser für die mobile Phase, hohe Reinheit, und Stickstoff für die Einarbeitung der Probe, hohe Reinheit

6.1.2 Geräte

6.1.2.1 Probenaufbereitung

- 6.1.2.1.1 *Soxhlet Extraktionssystem*, Fassungsvermögen 100 ml bis 200 ml, mit 250 ml- bis 500 ml-Rundkolben und geeignetem Kühler
- 6.1.2.1.2 *Rotationsverdampfer*, ausgelegt für einen maximalen Unterdruck von 1 bar, mit einem Wasserbad zur Aufheizung bis 50 °C
- 6.1.2.1.3 *Kuderna-Danish-Konzentratoren*, Fassungsvermögen 500 ml, skalierte 10 ml-Konzentratorröhrchen mit Glasschliffstopfen und Makro-Kugelkolonne mit 3 Kugeln nach Snyder.
- 6.1.2.1.4 *Stickstoff-Verdampfer/-konzentrator*, Stickstoff-Einblasvorrichtung mit einstellbarer Flußregulierung und thermostatisiertem Wasserbad, Verdampferröhrchen 1 ml bis 10 ml
- 6.1.2.1.5 *Scheidetrichter*, 100 ml und 250 ml Fassungsvermögen
- 6.1.2.1.6 *Konische Röhrchen*, 10 ml Fassungsvermögen
- 6.1.2.1.7 *Extraktionshülse*, vorextrahiert mit Methanol
- 6.1.2.1.8 *Laborkühlschrank/-gefrierschrank*, geeignet zur Kühlung auf 4 °C und -20 °C
- 6.1.2.1.9 *Siedesteine*, mit Lösemittel extrahiert,
- 6.1.2.1.10 *Handschuhbox*, für den Umgang mit toxischen Standards
- 6.1.2.1.11 *Trockenschrank*, geeignet zur Aufrechterhaltung einer Temperatur von 300 °C

6.1.2.2 Analysenvorrichtung

- 6.1.2.2.1 *Hochdruck-Flüssigchromatograph*, bestehend aus Förderpumpen mit konstantem Durchfluß und einstellbarem Gradientenkontroller. Injektor, ausgelegt für Probeneinspritzung von Volumina bis zu 20 µl. Säulenheizung, ausgelegt zur Aufheizung bis 40 °C. Fluoreszenzdetektor mit programmierbarer Anregungs- und Emissionswellenlänge und UV-Detektor, eingestellt auf eine Wellenlänge von 210 nm. Zubehör, einschließlich Säulenversorgung, Aufzeichnungsgerät und Gasen.
- 6.1.2.2.2 *HPLC-Trennsäule*, Säulen aus Glas oder rostfreiem Stahl, gefüllt mit C18-Alkyl-derivatisiertem Kieselgel (Länge 20 cm bis 25 cm x 3 mm bis 4,6 mm Innendurchmesser, Korngröße 3 µ bis 5µ)
- 6.1.2.2.3 *HPLC Schutzsäule*, Säule aus rostfreiem Stahl zum Einsatz bei der Umkehrphasen-Chromatographie (Länge 1 cm, 2 mm Innendurchmesser, Sieb < 1µm Maschenweite, Körnung 0,5, µm) oder andere geeignete Säulen

ANMERKUNG: Es sollten immer Schutzsäulen verwendet werden, da eine Verunreinigung von Probe und Eluent zu Überdrücken in den Säulen und zu einer Änderung der Selektivität führen kann.

6.1.2.2.4 *Entgasungssystem für HPLC, Helium*

ANMERKUNG Die Eluenten sollten entgast werden, um ein Unterdrücken des Fluoreszenzsignals zu vermeiden

6.1.2.2.5 *Filtriersystem, Filter mit einer Porenweite von 45 µm zur Filtration der mobilen Phase*6.1.2.2.6 *Spritzen, 10 µl, 25 µl, 50 µl, 100 µl, 250 µl, 500 µl und 1000 µl zur Herstellung der Kalibrierstandards, Bezugsstandards und Aufstock-Lösungen***6.1.3 Probenaufbereitung**6.1.3.1 *Bedingungen zur Lagerung der Proben*

Aufgrund der möglichen Reaktionen der PAH unter dem Einfluß von Licht und der Reaktionen mit Luftkomponenten sollten alle zur Probenahme benutzten Teile, die PAH enthalten, lichtgeschützt in einem verschlossenen Behälter bei Temperaturen zwischen 0 °C und 4 °C aufbewahrt werden, bis sie zur Aufbereitung im Labor benötigt werden. Die so gelagerten Proben sollten innerhalb einer Woche nach Abschluß der Probennahme extrahiert werden. Sofern die Proben bei -20 °C gelagert werden, sollte die Extraktion innerhalb eines Monats durchgeführt werden. Das Kondensat sollte mit Salzsäure auf pH≈2 angesäuert werden und kann dann über 14 Tage gelagert werden.

6.1.3.2 *Extraktion der Filter und der festen Sorbentien*

Die Filter und die festen Sorbenzien werden den verschlossenen Behältern entnommen und in die vorextrahierte Soxhlethülse eingebracht.

Unmittelbar vor der Extraktion werden 500 µl des internen Standards 2- oder 6-Methylchrysen in Acetonitril (6.1.1.7) (Konzentration: ca. 5 µg/ml) zum Sorbens oder zum Filter zugegeben, um die Wiederfindung der Extraktion zu ermitteln. Im Falle einer getrennten Analyse von Sorbens und Filter sollte aufgestockt werden.

ANMERKUNG 1: Der interne Standard sollte allen Proben zugegeben werden, einschließlich der Leerproben für die Feldmessungen und für die Überprüfung der Methode.

Die Extraktion wird mit Diethylether (6.1.1.4) in n-Hexan (6.1.1.2) (Volumenanteil ϕ (Diethylether) = 10%) über annähernd 20 Stunden bei einer Rückflußrate von 4 Zyklen pro Stunde durchgeführt.

ANMERKUNG 2: Alternativ können andere Lösemittel oder Mischungen von Lösemitteln eingesetzt werden, wenn diese vom Anwender validiert wurden.

ANMERKUNG 3: Es können andere Extraktionstechniken (z.B. ASE) angewandt werden, wenn diese vom Anwender validiert wurden.

6.1.3.3 *Extraktion des Kondensats*

Überführe das Kondensat in den Scheidetrichter. Spüle die Impinger oder Kondensatflaschen mit n-Hexan (6.1.1.2) und gebe das n-Hexan in den Scheidetrichter. Schüttele 5 Minuten lang. Warte ab, bis sich das Kondensat abgesetzt hat und trenne dann das n-Hexan vom Kondensat. Führe eine weitere Extraktion des Kondensats unter denselben Bedingungen aus und vereinige die beiden n-Hexan-Fractionen. Trockne die n-Hexan-Fraktion über Natriumsulfat. Vereinige die getrocknete n-Hexan-Fraktion mit dem getrockneten Extrakt des Filters und des festen Sorbens.

ANMERKUNG: Das Volumen des n-Hexan muß mindestens 20 % des Volumens des Kondensats betragen

6.1.3.4 *Einengen des Extraktes*

Die vereinigten Extrakte werden über ein vorgereinigtes Glasfaserfilter filtriert und in den Rotationsverdampfer überführt. Verdampfe den Extrakt bis zu einem Volumen von annähernd 2 ml. Überführe den Extrakt quantitativ mittels n-Hexan in ein kalibriertes 10 ml-Röhrchen. Füge 1 ml Acetonitril (6.1.1.1) zum Röhrchen zu. Danach wird das Röhrchen in ein Wasserbad von 25 °C eingebracht und der Extrakt wird unter einem schwachen Stickstoffstrom eingengt, bis das Hexan (obere Schicht) und ein geringer Teil des Acetonitril verdampft sind. Die eingengten Probenextrakte werden mit Acetonitril auf 1,0 ml aufgefüllt. Die

Probe wird gut gemischt und in verschließbare Braunglasampullen überführt, wo sie bei 4 °C bis zur Analyse aufbewahrt werden.

ANMERKUNG 1: Die Einengung bis auf 1 ml Probenextrakt ist nicht unbedingt notwendig und hängt stark von der Konzentration der Probe ab.

ANMERKUNG 2: Das Glasfaserfilter wird vor dem Gebrauch 3 Stunden lang bei 400 °C ausgeheizt.

ANMERKUNG 3: Es kann ein Rotationsverdampfer (6.1.2.1.2) verwendet werden, der bei einem Unterdruck von etwa 1 bar und einer Wasserbadtemperatur von nicht mehr als 45 °C betrieben wird. Falls vom Anwender ein entsprechender Eignungsnachweis erbracht wird, können auch andere Verdampfersysteme zum Einengen des Extrakts eingesetzt werden. Wird der Extrakt bis zur Trockne eingengt, können erhebliche Verluste an PAH eintreten. In diesen Fällen wird die Probe verworfen.

ANMERKUNG 4: Der letzte Verdampfungsschritt mit Stickstoff ist der kritischste Teil der Probenaufbereitung. Die Verluste flüchtiger PAH bei der letzten Stufe der Einengung des Probenextraktes können bei PAH mit zwei bis vier Ringen bis zu 10 % betragen, wenn n-Hexan als Lösemittel verwendet wurde. Bei Toluol als Extraktionslösemittel sind für PAH mit zwei bis vier Ringen Verluste bis zu einem Bereich von 10 % bis 40 % zu erwarten.

ANMERKUNG 5: Die endgültigen Extrakte müssen innerhalb von 30 Tagen analysiert werden.

6.1.3.5 Probenreinigung

Reinigungsverfahren sind für Proben mit einer sauberen Matrix nicht zwingend notwendig. Bei Proben mit komplexer Matrix kann jedoch ein Reinigungsschritt erforderlich sein, um Störungen durch vorhandene polare und nicht polare Verbindungen zu vermeiden.

ANMERKUNG: Wenn Dichlormethan für die Probenextraktion verwendet wird, dann muß dieses vor dem Reinigungsvorgang gegen n-Hexan ausgetauscht werden.

6.1.3.5.1 Vorbereitung der Säulen

Kieselgel vom Typ 60 wird in einem Soxhlet-Extraktor 6 Stunden lang (kleinste Rückflußrate 3 Zyklen/Stunde) mit Dichlormethan extrahiert und anschließend durch Ausheizen in einem mit einer Folie abgedeckten Glasgefäß bei 450 °C über 16 Stunden aktiviert.

Ein kleines Stück Glaswolle wird in das untere Ende einer Chromatographiesäule aus Glas mit einem Fassungsvermögen von 15 ml bis 25 ml (z.B. 11,5 mm Innendurchmesser, 160 mm Länge) eingeführt und 10 g des aktivierten Kieselgels werden, aufgeschlämmt in Pentan, auf die Säule gegeben. Während sich die Suspension absetzt, muß die leicht an die Säule geklopft werden, damit eine vorschriftsmäßige Packung der Säule gewährleistet ist. Zum Schluß wird 1 g wasserfreies Natriumsulfat oben auf das Kieselgel aufgebracht.

6.1.3.5.2 Säulenchromatographie

Vor dem Gebrauch wird die Säule mit 40 ml Pentan voreluert und das Eluat wird verworfen. Solange das Pentan als Voreluent den oberen Teil der Säule bedeckt, wird 1 ml Probenextrakt in n-Hexan in die Säule überführt und mit 2 ml n-Hexan nachgespült, um die Überführung abzuschließen. Dann läßt man durch die Säule eluieren. Unmittelbar bevor die Natriumsulfatschicht der Luft ausgesetzt wird, werden 25 ml Pentan zugegeben und die Elution wird fortgesetzt. Das Pentan-Eluat kann verworfen werden.

ANMERKUNG 1: Die Pentan-Fraktion enthält aliphatische Kohlenwasserstoffe. Falls erforderlich, kann diese Fraktion auf spezifische aliphatische Kohlenwasserstoffe analysiert werden.

Zum Schluß wird die Säule mit 25 ml Dichlormethan in Pentan (4:6 v/v) bei einem Durchfluß von 2 ml/min eluiert und das Eluat wird in einem 100 ml Rundkolben aufgefangen. Der Extrakt wird weiter eingengt bis auf ein Volumen von ca. 2 ml bis 5 ml. Überführe den Extrakt quantitativ in ein 10 ml Röhrchen. Gib das Röhrchen in ein Wasserbad von 25 °C. Dort wird der Extrakt unter einem schwachen Stickstoffstrom bis fast zur Trockne eingengt. Anschließend wird an den Probenextrakten ein Lösemittelaustausch gegen Acetonitril vorgenommen und sie werden auf ein Volumen von 1,0 ml aufgefüllt.