

DIN ISO 28540

ICS 13.060.50

Einsprüche bis 2013-05-25

Entwurf

**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung von 16 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen
(PAK) in Wasser –
Verfahren mittels Gaschromatographie und massenspektrometrischer
Detektion (GC-MS) (ISO 28540:2011)**

Water quality –

Determination of 16 polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) in water –

Method using gas chromatography with mass spectrometric detection (GC-MS)
(ISO 28540:2011)

Qualité de l'eau –

Détermination de 16 hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans l'eau –

Méthode par chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de
masse (CG-SM) (ISO 28540:2011)**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2013-03-25 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

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an naw@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 34 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise.....	5
Einleitung.....	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Grundlage des Verfahrens	8
5 Störungen	10
5.1 Störungen bei Probenahme, Extraktion und Einengung.....	10
5.2 Störungen bei GC-MS.....	10
6 Reagenzien	10
7 Geräte.....	13
8 Probenahme	14
9 Durchführung	15
9.1 Allgemeine Aspekte.....	15
9.2 Extraktion	15
9.3 Gaschromatographie.....	16
9.4 Blindwertbestimmung	17
9.5 Massenspektrometrische (MS) Bedingungen.....	17
10 Kalibrierung	17
10.1 Allgemeines	17
10.2 Kalibrierung mit markiertem internen Standard.....	17
10.3 Kalibrierung mit internem Standard	18
11 Messung der Proben	19
12 Identifizierung	19
13 Berechnung	21
13.1 Quantifizierung mit internen Standards	21
13.2 Quantifizierung mit markierten internen Standards und Wiederfindung der markierten Substanzen.....	22
13.3 Wiederfindungsraten der internen Standards	23
13.4 Konzentration in der Probe.....	23
14 Angabe der Ergebnisse.....	24
15 Analysenbericht	24
Anhang A (informativ) Beispiele für GC-MS-Bedingungen.....	25
Anhang B (informativ) Verfahrenskenndaten	26
Anhang C (informativ) Konstruktionsbeispiele spezieller Geräte	29
Anhang D (informativ) Beispielchromatogramme	31
Anhang E (informativ) Extraktion mit Extraktionsscheiben	33
Literaturhinweise	34

Nationales Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird. Das zuständige deutsche Gremium ist der Unterausschuss NA 119-01-03-02 UA „Organische Verbindungen“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN.

Bezeichnung des Verfahrens:

Bestimmung von 16 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) in Wasser - Verfahren mittels Gaschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) (F 40):

Verfahren DIN ISO 28540 — F — 40

Für die Anwendung in Deutschland wird folgender Hinweis gegeben:

In Abschnitt 4, Anmerkung 2: wird auf die Anwendung von ISO 17858:2007 verwiesen. Dies ist hinsichtlich der Behandlung der suspendierten Stoffe richtig. Im Folgenden sollte jedoch nicht mittels Säuren oder Basen gewaschen werden. Dadurch sind Minderbefunde möglich.

In 13.3., 3. Absatz, wurde die in der englischen Fassung enthaltene falsche Probe („verdünnte“) bereits ersetzt. Es muss „aufgestockte“ Probe heißen.

In Abschnitt 14 wurde der in der ISO-Fassung im Beispiel des falsch angegebene Wert bereits korrigiert.

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

ISO 1042	siehe DIN EN ISO 1042
ISO 4800	siehe DIN ISO 4800
ISO 5667-1	siehe DIN EN ISO 5667-1
ISO 5667-3	siehe DIN EN ISO 5667-3
ISO 7981-1	siehe DIN 38407-7
ISO 7981-2	siehe DIN 38407-8
ISO 8466-1	siehe DIN 38402-51
ISO 15089	siehe DIN ISO 15089
ISO 17993	siehe DIN EN ISO 17993
ISO 22892	siehe DIN EN ISO 22892

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

Die vorliegende Norm enthält das vom Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN und von der Wasserchemischen Gesellschaft – eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker – gemeinsam erarbeitete Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung:

Bestimmung von 16 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) in Wasser - Verfahren mittels Gaschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) (F 40).

Die als DIN-Normen veröffentlichten Deutschen Einheitsverfahren sind bei der Beuth Verlag GmbH einzeln oder zusammengefasst erhältlich. Außerdem werden die genormten Deutschen Einheitsverfahren in der Loseblattsammlung „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ gemeinsam von der Beuth Verlag GmbH und der Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA publiziert.

Normen oder Norm-Entwürfe mit dem Gruppentitel „*Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung*“ sind in folgende Gebiete (Haupttitel) aufgeteilt:

Allgemeine Angaben (Gruppe A)

Sensorische Verfahren (Gruppe B)

Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)

Anionen (Gruppe D)

Kationen (Gruppe E)

Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F)

Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)

Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)

Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)

Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)

Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)

Einzelkomponenten (Gruppe P)

Schlamm und Sedimente (Gruppe S)

Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Telefon 030 2601–2448, oder die Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin), Auskunft.

Diesem Verfahren wird bei der Einsortierung in die „Deutschen Einheitsverfahren“ die DEV-Nummer F 40 zugeordnet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN 38407-7, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) — Teil 7: Bestimmung von 6 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) in Trink- und Mineralwasser mittels Hochleistungs-Dünnschicht-Chromatographie (HPTLC) (F 7)*

DIN 38407-8, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) — Teil 8: Bestimmung von 6 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) in Wasser mittels Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) mit Fluoreszenzdetektion (F 8)*

DIN 38407-39, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) — Teil 39: Bestimmung ausgewählter polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe (PAK) — Verfahren mittels Gaschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) (F 39)*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Meßkolben*

DIN EN ISO 5667-1, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Erstellung von Probenahmeprogrammen und Probenahmetechniken*

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Konservierung und Handhabung von Wasserproben*

DIN EN ISO 17993, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von 15 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) in Wasser durch HPLC mit Fluoreszenzdetektion nach Flüssig-Flüssig-Extraktion*

DIN EN ISO 22892:2006-09, *Bodenbeschaffenheit — Anleitungen für die Identifizierung von Zielverbindungen durch Gaschromatographie und Massenspektrometrie (ISO 22892:2006); Deutsche Fassung EN ISO 22892:2011*

DIN ISO 4800, *Laborgeräte aus Glas — Scheidetrichter und Tropftrichter*

DIN ISO 15089, *Wasserbeschaffenheit — Leitlinien für selektive Immunoassays zur Bestimmung von Pflanzenbehandlungs- und Schädlingsbekämpfungsmitteln*

Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von 16 polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) in Wasser — Verfahren mittels Gaschromatographie und massenspektrometrischer Detektion (GC-MS)

Einleitung

Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK) kommen in fast allen Arten von Wässern vor. Diese Verbindungen sind sowohl an Feststoffen (Sedimente, suspendierte Stoffe) adsorbiert als auch in der wässrigen Phase gelöst.

ISO 17993 [7] legt Verfahren zur Bestimmung von 15 PAK mit HPLC in Trinkwasser, Grundwasser und Oberflächenwasser fest.

ISO 7981-1 [3] und ISO 7981-2 [4] legen Verfahren zur Bestimmung von 6 PAK mit Hochleistungs-Dünnschichtchromatographie oder Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie in Trinkwasser und Grundwasser fest.

Diese Internationale Norm beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung von mindestens 16 PAK mit Gaschromatographie gekoppelt mit massenspektrometrischer Detektion (GC-MS) in Trinkwasser, Grundwasser und Oberflächenwasser.

Von einigen PAK ist bekannt oder wird vermutet, dass sie Krebs auslösen. In einigen Ländern sind maximal tolerierbare Konzentrationsbereiche festgelegt worden. Zum Beispiel legt die Richtlinie 98/83/EG des Rates der Europäischen Union über die Qualität von Wasser für den menschlichen Gebrauch [10] maximal tolerierbare Konzentrationen für Benzo[a]pyren von 0,010 µg/l, und für die Summe der vier PAK-Einzelverbindungen (Benzo[b]fluoranthren, Benzo[k]fluoranthren, Benzo[ghi]perylen und Indeno[1,2,3-cd]pyren) von 0,100 µg/l fest.

WARNUNG — Anwender dieser Internationalen 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 unbedingt notwendig, dass Untersuchungen nach dieser Internationalen Norm von entsprechend ausgebildetem Personal durchgeführt werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von mindestens 16 ausgewählten polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK) (siehe Tabelle 1) in Trink- und Grundwasser in Massenkonzentrationen oberhalb von 0,005 µg/l und in Oberflächenwasser oberhalb von 0,01 µg/l (bezogen auf jeden Einzelstoff) fest.

Diese Internationale Norm ist anwendbar für Proben mit Gehalten von suspendierten Schwebstoffen bis zu 150 mg/l.

Dieses Verfahren ist auch, mit einigen Modifikationen, zur Untersuchung von Abwasser geeignet. Dieses Verfahren ist möglicherweise auch auf andere PAK übertragbar, vorausgesetzt es wird eine Validierung für diesen Fall durchgeführt.

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).

ISO 5667-1, *Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques*

ISO 5667-3, *Water quality — Sampling — Part 3: Guidance on the preservation and handling of water samples*

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 gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Analyt

der zu bestimmende Stoff

[ISO 15089:2000 [5], 3.2]

ANMERKUNG Verbindungen, die mit dieser Internationalen Norm bestimmt werden können, sind in Tabelle 1 zusammengestellt.

3.2

Kalibrierlösung

Lösung, die aus einem Sekundärstandard und/oder aus seiner Stammlösung hergestellt wird und zur Kalibrierung der Anzeige des Messgerätes in Bezug auf den Analyten dient

[ISO 18073:2004 [8], 3.1.2]

3.3

Diagnose-Ion bei der GC-MS Analyse

ausgewähltes Fragment- oder Molekül-Ion der Zielverbindung mit der höchstmöglichen Spezifität

3.4

Injektionsstandard

Mischung von Standards, die dem Probenextrakt vor der Injektion in das GC-MS hinzugefügt werden, um Variationen der Empfindlichkeit des Messinstrumentes zu erkennen und die Wiederfindung des internen Standards zu berechnen

ANMERKUNG In dieser Internationalen Norm enthält der Injektionsstandard einen isotope markierten PAK.

3.5

Interner Standard

isotope markierter PAK oder PAK, der in der Probe wahrscheinlich nicht vorkommt, der den Proben vor der Extraktion zugefügt wird und gegen den die Konzentrationen der natürlich vorkommenden Substanzen berechnet werden

3.6

selektive Ionenregistrierung

SIM/SIR

(SIM en: selected ion mode/SIR en: selected ion recording mode)

Messung der Intensität von ausschließlich ausgewählten Diagnose-Ionen

ANMERKUNG In Anlehnung an ISO 22892:2006 [9], 3.8.

4 Grundlage des Verfahrens

Die in der wässrigen Probe vorhandenen PAK (siehe Tabelle 1) werden durch Flüssig-Flüssig-Extraktion mit Hexan extrahiert. Der Probe wird vor der Extraktion eine Mischung der internen Standards zugegeben. Der Extrakt wird durch Verdampfung eingengt, der Rückstand wird mit einem für die Reinigung (Clean-up) oder die GC-Analyse geeigneten Lösemittel aufgenommen.

ANMERKUNG 1 Andere flüchtige Lösemittel können ebenfalls eingesetzt werden, vorausgesetzt, dass die Wiederfindung gleich oder besser ist (Wiederfindung zwischen 70 % Massenanteil und 110 % Massenanteil).

Die Flüssig-Flüssig-Extraktion ist nicht anwendbar auf Proben mit Gehalten an suspendierten Schwebstoffen von mehr als 150 mg/l.

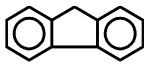
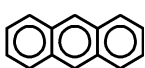
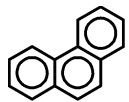
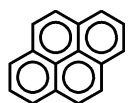
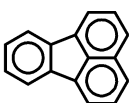
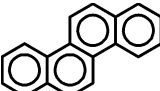
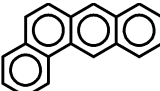
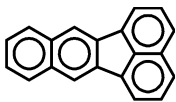
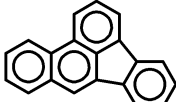
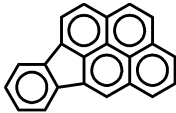
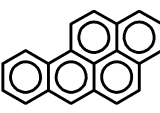
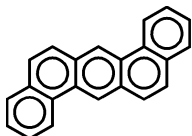
WARNUNG — Bei der Anwendung dieser Internationalen Norm können Gefahrstoffe und gefährliche Prozeduren und Geräte zum Einsatz kommen. Diese Internationale Norm gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Arbeitgebers, angemessene Sicherheits- und Gesundheitsschutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

ANMERKUNG 2 Bei Proben mit Gehalten an suspendierten Schwebstoffen von mehr als 150 mg/l kann das in ISO 17858:2007 [6], 4.1, 4.2 und 4.3, festgelegte Verfahren eingesetzt werden.

Falls erforderlich können die Extrakte von Oberflächenwasserproben vor der Analyse durch Säulenchromatographie vorgereinigt werden. Vor der Einspritzung werden jedem Extrakt Injektionsstandards zugemischt, ein Aliquot des Extraktes wird in den Gaschromatographen eingespritzt.

Die PAK werden auf einer geeigneten Quarzkapillarsäule getrennt, die mit quervernetztem unpolarem Polysiloxan oder leicht polar modifiziertem Polysiloxan belegt ist und die über eine gute Trennleistung verfügt. Die Trennsäule muss in der Lage sein, Benzo[a]pyren und Benzo[e]pyren zu trennen. Identifizierung und Quantifizierung erfolgen mittels Massenspektrometrie mit Elektronenstoß-Ionisation (EI).

Tabelle 1 — PAK, die mit diesem Verfahren bestimmt werden können

Name Chemische Formel Molare Masse Kohlenstoff % CAS-RN	Struktur	Name Chemische Formel Molare Masse Kohlenstoff % CAS-RN	Struktur
Naphthalin $C_{10}H_8$ 128,17 g/mol 93,75 % C 91-20-3		Fluoren $C_{13}H_{10}$ 166,22 g/mol 93,59 % C 86-73-7	
Acenaphthylen $C_{12}H_8$ 152,20 g/mol 94,6 % C 208-96-8		Acenaphthen $C_{12}H_{10}$ 154,21 g/mol 93,05 % C 83-32-9	
Anthracen $C_{14}H_{10}$ 178,23 g/mol 94,05 % C 120-12-7		Phenanthren $C_{14}H_{10}$ 178,23 g/mol 94,05 % C 85-01-8	
Pyren $C_{16}H_{10}$ 202,26 g/mol 95,0 % C 129-00-0		Fluoranthren $C_{16}H_{10}$ 202,26 g/mol 95,0 % C 206-44-0	
Chrysen $C_{18}H_{12}$ 228,29 g/mol 94,45 % C 218-01-9		Benz[a]anthracen $C_{18}H_{12}$ 228,29 g/mol 94,45 % C 56-55-3	
Benzo[k]fluoranthren ^a $C_{20}H_{12}$ 252,32 g/mol 95,2 % C 207-08-9		Benzo[b]fluoranthren ^a $C_{20}H_{12}$ 252,32 g/mol 95,2 % C 205-99-2	
Indeno[1,2,3-cd]pyren ^a $C_{22}H_{12}$ 276,34 g/mol 95,6 % C 193-39-5		Benzo[a]pyren ^a $C_{20}H_{12}$ 252,32 g/mol 95,2 % C 50-32-8	
Benzo[ghi]perylene ^a $C_{22}H_{12}$ 276,34 g/mol 95,6 % C 191-24-2		Dibenz[a,h]anthracen ^a $C_{22}H_{14}$ 278,35 g/mol 94,7 % C 53-70-3	

^a Verbindungen festgelegt durch die Richtlinie 98/83/EG des Rates der Europäischen Union [10].

5 Störungen

5.1 Störungen bei Probenahme, Extraktion und Einengung

Probenahmegefäße aus Materialien verwenden, die den Analytengehalt während der Kontaktzeit nicht beeinflussen (vorzugsweise aus Edelstahl oder Glas). Plastik und andere organische Materialien während Probenahme, Probenlagerung und Extraktion vermeiden. Vorsicht bei der Reinigung der Probenahmegefäße mit oberflächenaktiven Reinigungsmitteln, da diese zur Emulsionsbildung während der Flüssig-Flüssig-Extraktion führen können.

Falls automatische Probensammler eingesetzt werden, Verwendung von Silikon- oder Gummischläuchen vermeiden. Sind diese Materialien dennoch vorhanden, ist die Kontaktzeit zu minimieren. Die Probenahmeschläuche vor der Entnahme der Probe mit dem zu beprobenden Wasser spülen. Zur Unterstützung ISO 5667-1 und ISO 5667-3 heranziehen.

Die Proben vor direktem Sonnenlicht und längerer Lichteinwirkung schützen. Die Proben in Braunglasflaschen lagern. Klarglasflaschen sind ebenfalls geeignet, dann aber die Proben im Dunkeln aufbewahren.

Während der Probenlagerung können Verluste an PAK durch Adsorption an der Gefäßwand auftreten. Das Ausmaß dieser Verluste kann von der Lagerungsdauer abhängen.

5.2 Störungen bei GC-MS

Substanzen, die zusammen mit dem Ziel-PAK eluieren, können die Bestimmung stören. Diese Überlagerungen können zu unvollständig aufgelösten Signalen führen und können, in Abhängigkeit von deren Größe, die Genauigkeit und Richtigkeit der analytischen Ergebnisse beeinflussen. Unsymmetrische Peaks und Peaks, die breiter als die entsprechenden Peaks der Referenzsubstanzen sind, deuten auf Störungen hin.

Die chromatographische Trennung von Dibenz[*a,h*]anthracen und Indeno[1,2,3-*cd*]pyren ist besonders kritisch. Aufgrund ihrer unterschiedlichen molaren Massen kann die Quantifizierung mit massenselektiver Detektion erfolgen. Wenn eine unvollständige Peaktrennung auftritt, ist die Integration zu prüfen und, falls erforderlich, die Basislinie zu korrigieren. Als Qualitätskriterium für die Kapillarsäule ist eine ausreichende Trennleistung (z. B. nicht weniger als $R = 0,8$) zwischen den Peaks von sowohl Benzo[*b*]fluoranthren und Benzo[*k*]fluoranthren als auch Benzo[*a*]pyren und Benzo[*e*]pyren anzusetzen. Benzo[*j*]fluoranthren kann nicht von Benzo[*k*]fluoranthren und Benzo[*b*]fluoranthren getrennt werden. Es ist möglich, dass Triphenylen nicht vollständig von Benz[*a*]anthracen und Chrysen getrennt wird. In diesem Fall ist dies im Prüfbericht zu vermerken.

ANMERKUNG Benzo[*j*]fluoranthren, Benzo[*e*]pyren und Triphenylen gehören nicht zu den 16 Zielkomponenten.

6 Reagenzien

WARNUNG — Bei der Anwendung dieser Internationalen Norm können Gefahrstoffe und gefährliche Prozeduren und Geräte zum Einsatz kommen. Diese Internationale 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 Gesundheitsschutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

Während der Analyse, wenn nicht anders festgelegt, ausschließlich Reagenzien von bekannter Analysenreinheit, „zur Rückstandsanalyse“ oder „zur GC-Analyse“, je nach Anwendungsfall, sowie destilliertes oder entmineralisiertes Wasser oder Wasser von vergleichbarer Reinheit einsetzen. Anderenfalls besonders darauf achten, dass jede Charge der Lösemittel keine Blindwert-Konzentrationen, die die Ergebnisse beeinflussen können, enthalten.

6.1 Natriumthiosulfat (Pentahydrat), $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, zur Dechlorierung.

6.2 Lösemittel.

6.2.1 Hexan, C_6H_{14} .

6.2.2 Acetonitril, CH_3CN .

6.2.3 Aceton, $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$.

6.2.4 Decan, $\text{C}_{10}\text{H}_{22}$.

6.2.5 Isooctan, C_8H_{18} .

6.2.6 Dichlormethan, CH_2Cl_2 .

6.3 Natriumsulfat, Na_2SO_4 , wasserfrei, vorgereinigt durch Erhitzen auf 500 °C für 4 h oder frei von Störkomponenten.

6.4 Gase.

6.4.1 Stickstoff, 99,999 % (Volumenanteil), zum Abblasen des Extraktionsmittels.

6.4.2 Helium, 99,999 % (Volumenanteil), für die Gaschromatographie.

6.5 Standards.

6.5.1 Referenzsubstanzen (siehe Tabelle 2) und interne Standards.

Interne Standards mit physikalischen und chemischen Eigenschaften (wie Extraktionsverhalten, Retentionszeit) auswählen, die denen der zu analysierenden Verbindungen ähnlich sind.

Mindestens drei interne Standards verwenden, z. B. drei deuterierte PAK zur Absicherung der Ergebnisse (siehe Abschnitte 11 und 12). Regelmäßig sicherstellen, dass die internen Standards stabil sind. Tabelle 2 enthält natürliche und einige deuterierte PAK, die verwendet werden können. Die internen Standards vor der Extraktion der Probe zugeben, daher in einem wasserlöslichen Lösemittel ansetzen.

ANMERKUNG 1 ^{13}C isotoopenmarkierte PAK Standards können ebenfalls als interne Standards verwendet werden.

ANMERKUNG 2 Zertifizierte Lösungen von PAK und einzelne feste PAK-Reinsubstanzen mit zertifizierter Reinheit sind von einer begrenzten Zahl von Lieferanten¹⁾ oder anderen handelsüblichen Anbietern erhältlich.

Wegen der gefährlichen Natur dieser Verbindungen sollten im Handel erhältliche, vorzugsweise zertifizierte Standardlösungen eingesetzt werden. Hautkontakt vermeiden.

6.5.2 Injektionsstandard.

Eine isotoopenmarkierte unpolare Verbindung zum endgültigen Extrakt und zu den Kalibrierlösungen (6.8) vor der GC-Injektion zugeben, um die Wiederfindungsrate der internen Standards zu überprüfen.

Eine Stammlösung des Injektionsstandards in einem geeigneten Lösemittel mit einer Massenkonzentration von $\rho \approx 10 \text{ µg/ml}$ herstellen.

1) Das Institute for Reference Materials and Measurements (IRMM), Geel, Belgien, das National Institute of Science and Technology (NIST), Washington DC, USA, und das Cambridge Isotope Laboratory (CIL), Andover, MA, USA, sind Beispiele für geeignete Lieferanten. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Internationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung der genannten Lieferanten durch ISO.