

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung
Schlamm und Sedimente (Gruppe S)
Teil 20: Bestimmung von 6 polychlorierten Biphenylen
(PCB) (S 20)

DIN
38414-20

ICS 13.060.40

Deskriptoren: Klärschlamm, Gewässer, Sediment, Gehaltsbestimmung, Biphenyl

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge — Sludge and sediments (group S) — Part 20: Determination of 6 polychlorinated biphenyls (PCB) (S 20)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues — Boues et sédiments (groupe S) — Partie 20: Dosage des 6 biphenyls polychlorinés (BPC) (S 20)

Vorwort

Diese Norm wurde gemeinsam mit der Fachgruppe Wasserchemie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh) aufgestellt (siehe Anhang B).

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

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

Anhang A und Anhang B sind informativ.

1 Anwendungsbereich

Das Analysenverfahren ist geeignet zur Untersuchung von Klärschlämmen und Gewässersedimenten auf sechs PCB-Einzelkomponenten. Die unteren Anwendungsgrenzen liegen für jede Einzelkomponente bei $1 \mu\text{g}$ je kg Trockenmasse m_T .

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 12039

Laborgeräte aus Glas — Weithals-Standflaschen mit Kegelschliff und Stopfen

DIN 12242-1

Laborgeräte aus Glas — Kegelschliffe für austauschbare Verbindungen — Maße, Toleranzen

Fortsetzung Seite 2 bis 18

Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

DIN 12252

Laborgeräte aus Glas — Stopfen mit Kegelschliff

DIN 12348

Laborgeräte aus Glas — Rundkolben und Stehkolben mit Kegelhülse, Kegel 1 : 10

DIN 12449

Laborgeräte aus Papierfaserstoffen — Extraktionshülsen

DIN 12491

Laborgeräte aus Glas — Vakuum-Exsikkatoren

DIN 12591

Laborgeräte aus Glas — Dimrothkühler mit Kegelschliffen

DIN 12602

Laborgeräte aus Glas — Extraktoren nach Soxhlet, mit Kegelschliffen

DIN 12664-1

Laborgeräte aus Glas — Meßkolben mit einer Marke — Meßkolben mit Bördelrand, Kegelhülse und Kegelschliffverbindung

DIN 12680-1

Laborgeräte aus Glas — Meßzylinder — mit Strichteilung

DIN 12691

Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten mit einer Marke, schnellablaufend, Wartezeit 15 Sekunden, Klasse AS

DIN 38402-51

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 51: Kalibrierung von Analysenverfahren, Auswertung von Analyseergebnissen und Kalibrierfunktionen für die Bestimmung von Verfahrenskennwerten (A 51)

DIN 38407-2

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Gemeinsam erfaßbare Stoffgruppen (Gruppe F) — Teil 2: Gaschromatographische Bestimmung von schwerflüchtigen Halogenkohlenwasserstoffen (F 2)

E DIN 38407-3

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Gemeinsam erfaßbare Stoffgruppen (Gruppe F) — Teil 3: Gaschromatographische Bestimmung von polychlorierten Biphenylen (F 3)

DIN 51527-1

Prüfung von Mineralölerzeugnissen — Bestimmung polychlorierter Biphenyle (PCB) — Teil 1: Flüssigchromatographische Vortrennung und Bestimmung 6 ausgewählter PCB mittels eines Gaschromatographen mit Elektronen-Einfang-Detektor (ECD)

Strahlenschutzverordnung (Strl.SchV 13.10.76, BGBl. I, S. 2905), berichtigt am 21.01.77, BGBl. I, S. 184, berichtigt am 1.02.77, BGBl. I, S. 269

3 Grundlage des Verfahrens

Die gefriergetrocknete Probe wird mit Pentan oder Hexan extrahiert. Die im Extrakt gegebenenfalls enthaltenen PCB-Kongenere werden säulenchromatographisch von störenden Begleitstoffen befreit, durch Kapillargaschromatographie aufgetrennt und mit einem Elektroneneinfangdetektor (ECD)¹⁾ bestimmt. (Beispiel für den Ablauf der PCB-Bestimmung in Klärschlämmen und Gewässersedimenten siehe Bild 1, Seite 14).

4 Störungen

Liegen PCB- und Tetrachlorbiphenylmethan-Gemische gleichzeitig in einer Probe vor, kann die Bestimmung einzelner Verbindungen gestört werden. Hier ist gegebenenfalls eine Identifizierung und Quantifizierung mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS) vorzuziehen.

5 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung von 6 polychlorierten Biphenylen in Klärschlämmen und Gewässersedimenten (S 20):

Verfahren DIN 38414 — S 20

6 Geräte

Alle mit der Probe in Berührung kommenden Geräte müssen im Rahmen der Nachweisgrenze frei von PCB sein. Die Glasgeräte müssen vor der Analyse mit einem organischen Lösemittel (z. B. Aceton) gespült werden.

- Probenahmeflasche: Weithals-Standflasche aus braunem Glas, Nennvolumen 500 oder 1000 ml, mit Stopfen nach DIN 12252, z.B. Standflasche DIN 12039 — W 500 G
- Scheibenschwingmühle, Mörser oder eine andere geeignete Mahlvorrichtung
- Trockenschrank
- Gefrierschrank mit ausreichendem Temperaturbereich bis mindestens -35°C
- Gefriertrocknungsanlage, Druckbereich ≤ 37 Pa
- Flachschaalen aus Aluminium oder Porzellan
- Flachsiebe aus nichtrostendem Stahl, Maschenweite etwa 0,2 mm, zur Abdeckung
- Exsikkator, z. B. nach DIN 12491
- Extraktionsapparatur, z. B. bestehend aus:
Rundkolben, Nennvolumen 100 ml, z. B. Kolben DIN 12348 — RANS 100-29

¹⁾ Der Elektroneneinfangdetektor (ECD) enthält Radionuklide. Die notwendigen Sicherheitsvorkehrungen müssen beachtet werden. Der Betrieb eines ECD ist nach der Strahlenschutzverordnung genehmigungspflichtig.