



Rheinland-Pfalz

Altablagerungen und Altstandorte

Merkblatt ALEX 04

Bestimmungsmethoden für die Parameter
der Merkblätter ALEX-01 und -02

Stand: Juli 2000

Vorbemerkungen

Für die Untersuchung von wäßrigen Lösungen kommen im wesentlichen die entsprechenden DIN-Verfahren oder Deutschen Einheitsverfahren (DEV) in Frage bzw. für Eluatuntersuchungen (anorganische Parameter) die LAGA-Richtlinie EW 98. Ergänzende Angaben zu Untersuchungsverfahren für die Feststoffmatrix sind der Spalte „Analyseverfahren für die Feststoffanalytik bzw. zusätzliche Probenvorbereitung für Feststoffe“ zu entnehmen.

Die in der Anlage genannten Bestimmungsmethoden sind wie folgt erschienen:

- die DIN-Normen im Beuth-Verlag GmbH, Berlin und Köln,
- die „Deutschen Einheitsverfahren zu Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung (von der Fachgruppe Wasserchemie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker, in Gemeinschaft mit dem Normenausschuß Wasserwesen (NAW im Deutschen Institut für Normung e.V. - DIN-) in der VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim/Bergstraße, sind für einen Parameter mehrere Analyseverfahren angegeben, so ist aus der Spalte „Untere Anwendungsgrenze“ oder der Spalte „Bemerkungen“ ersichtlich, für welchen speziellen Fall das einzelne Analyseverfahren in Betracht kommt.

Die Hessische Landesanstalt für Umwelt in Wiesbaden hat, um die Untersuchungsergebnisse für bestimmte organische Parameter in Feststoffen verschiedener Labors vergleichen zu können, das Fachgremium „Altlastenanalytik“ gebildet. Dieses hat das Ziel, Analysemethoden für bestimmte organische Parameter in Feststoffen zu erstellen, nach denen dann die Labors in Hessen die Untersuchungen durchzuführen haben. Rheinland-Pfalz ist in diesem Fachgremium vertreten und beabsichtigt, die **Bestimmungsmethoden** dort erarbeiteten Analyseverfahren zu übernehmen. Für den Übergangszeitraum

- bis zur Erstellung der Bestimmungsmethoden - werden für bestimmte organische Parameter (die in den Tabellen mit * gekennzeichnet sind) die in dem vorliegenden Merkblatt aufgeführten Bestimmungsmethoden empfohlen.

Hinweis:

Eine Anpassung dieses Merkblattes an das Merkblatt ALEX 10 ist erfolgt

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungs- methoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
1	Farbe		DIN 38404-C1-1 (Juni 1992) DIN EN ISO 7887 (Dezember 1994)		visuelle Prüfung
2	Geruch		DEV B ½ 6 Lfg. 1971		
3	Konsistenz				
4	Klassifikation	DIN 18 196			
5	Homogenität				
6	Trübung		DIN EN 27027 (März 1994)		
7	Temperatur		DIN 38404-C4-1 (Dezember 1976)		elektrometrisch oder Hg- Thermometer
8	pH-Wert	DIN ISO 10390 (Mai 1997)	DIN 38404-C5 (Januar 1984)		elektrometrisch
9	elektrische Leitfähigkeit (25°C)	DIN ISO 11265	DIN EN 27888 (November 1993)		
10	Sauerstoffgehalt		DIN EN 25814 (November 1992)	0,1 mg/l	elektrochemisch
11	Redoxspannung		DIN 38404-C6 (Mai 1984)		
12	Trockenrückstand	DIN ISO 11465 (Dezember 1996)	DIN 38409-H1 (Januar 1987)		Trocknen bei 105°C

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
13	Glühverlust	analog DIN 38414-S3 (November 1985)	DIN 38409-H1 (Januar 1987)		Glühen bei 550 °C
14	Säurekapazität (pH = 4,3)		DIN 38409-H7-1-2 (Mai 1979)		
15	Gesamthärte		DIN 38409-H6 (Januar 1986)		
16	Oxidierbarkeit (Mn VII - II)		DIN 38409-H5 (Februar 1989)	0,5 mg/l (bez. auf Sauerst.)	
17	Ammonium (NH ₄ ⁺)	DIN 38414-S4 (Oktober 1984) Filtrationsschritt gemäß BBodSchV, Anhang1, Tabelle 2, Fußnote (2)	DIN 38406-5-1 (Oktober 1983) ISO 11732 (September 1997)	0,03 mg/l 0,1 mg/l	photometrisch
18	Bromid	DIN 38414-S4 (Oktober 1984) Filtrationsschritt gemäß BBodSchV, Anhang1, Tabelle 2, Fußnote (2)	DIN 38405-D19 (Februar 1988) DIN 38405-D20 (September 1991) DIN EN ISO 10304-2 (November 1996)	0,05 mg/l 0,05 mg/l 0,1 mg/l	Ionenchromatographie wenig belastete Wässer Ionenchromatographie Abwasser Ionenchromatographie

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
19	Chlorid	DIN 38414-S4 (Oktober 1984) Filtrationsschritt gemäß BBodSchV, Anhang1, Tabelle 2, Fußnote (2)	DIN 38405 Teil 1-2 (Dezember 1985) DIN EN ISO 10304-2 (November 1996)	7 mg/l 0,1 mg/l	Potentiometrische Bestimmung Ionenchromatographie
20	Cyanid (gesamt)	LAGA-Richtlinie CN 2/79 (Dezember 1983) E DIN ISO 11262 (Juni 1994)	DIN 38405-D13-1 (Februar 1981) E DIN EN ISO 14403 (Mai 1998)	0,05 mg/kg TM (Trockenmasse) 0,05 mg/l 0,01 mg/l	Stab. mit SnCl ₂ und ZnSO ₄ / CdSO ₄ -Lösung bei pH≥9. Die Analyse der Proben muß innerhalb von 3 Tagen nach Probenahme und Sta- bilisierung erfolgen. Fließanalytik
21	Cyanid leicht freisetzbar	LAGA-Richtlinie CN 2/79 (Dezember 1983)	DIN 38405-D13-2 (Februar 1981) E DIN EN ISO 14403 (Mai 1998)	0,05 mg/kg TM 0,02 mg/l 0,01 mg/l	wie DIN 38405 D13-1 Fließanalytik

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
22	Fluorid	VDI-Richtlinie 3795 - Blatt 1 (Juni 1978)	DIN 38405-4 (Juli 1985) DIN EN ISO 10304-1 (April 1995) LAWA Merkblatt P11	0,2 mg/l 0,05 mg/l	Photometrische Bestimmung nach Destillation aus NaOH-Schmelze Direkte Bestimmung mit Fluorid-Ionenselektiver Elektrode Ionenchromatographie
23	Nitrat (als NO ₃ ⁻)	DIN 38414-S4 (Oktober 1984) Filtrationsschritt gemäß BBodSchV, Anhang1, Tabelle 2, Fußnote (2)	DIN EN ISO 10304-2 (November 1996) DIN EN ISO 13395 (Dezember 1996)	0,1 mg/l 0,1 mg/l 0,2 mg/l	photometrisch mit Salicylat, s.: Die Untersuchung von Wasser, E. Merck Darmstadt, 13. Aufl., S. 144 Ionenchromatographie Fließanalytik
24	Nitrit (als NO ₂ ⁻)	DIN 38414-S4 (Oktober 1984) Filtrationsschritt gemäß BBodSchV, Anhang1, Tabelle 2, Fußnote (2)	DIN EN ISO 10304-2 (November 1996) DIN EN ISO 13395 (Dezember 1996)	0,1 mg/l 0,1 mg/l	Ionenchromatographie Fließanalytik

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
25	Gesamtphosphor (als PO_4^{3-})	DIN 38414-S12 (November 1986)	DIN EN 1189 DIN EN ISO 11885 (April 1998)) LAWA Merkblatt P13 und P3/1 DIN EN ISO 10304-2 (November 1996)) LAWA Merkblatt P11 DIN EN 1189 (38. Lieferung 1997)	0,02 mg/l 0,1 mg/l 0,1 mg/l 0,02 mg/l	nach saurem Aufschluß photometrisch ICP-OES Ionenchromatographie
26	Sulfat	DIN 38414-S4 (Oktober 1984) Filtrationsschritt gemäß BBodSchV, Anhang1, Tabelle 2, Fußnote (2)	DIN EN ISO 10304-2 (D20) (November 1996) und LAWA Merkblatt P11	0,1 mg/l	Ionenchromatographie

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
27	Natrium	DIN 38414-S4 (Oktober 1984) Filtrationsschritt gemäß BBodSchV, Anhang1, Tabelle 2, Fußnote (2)	DIN 38406-14 (Juli 1992) DIN EN ISO 11885 (April 1998)	5 mg/l 0,1 mg/l	Flammen-AAS ICP-OES
28	Kalium	DIN 38414-S4 (Oktober 1984) Filtrationsschritt gemäß BBodSchV, Anhang1, Tabelle 2, Fußnote (2)	DIN 38406-13 (Juli 1992) DIN EN ISO 11885 (April 1998)	1 mg/l 1 mg/l	Flammen-AAS (Probenvor- bereitung erfolgt analog DIN EN ISO 5961 (E19)) ICP-OES
29	Magnesium	DIN 38414-S4 (Oktober 1984) Filtrationsschritt gemäß BBodSchV, Anhang1, Tabelle 2, Fußnote (2)	DIN EN ISO 7980 (Juli 2000) DIN EN ISO 11885 (April 1998)	0,0005 mg/l	Flammen-AAS ICP-OES
30	Calcium	DIN ISO 11466 (Juni 1997) , Bestimmungsmethode wie bei wäßrigen Lösungen	DIN EN ISO 7980 (Juli 2000) DIN EN ISO 11885 (April 1998)	0,001 mg/l	Flammen-AAS ICP-OES

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
31	Aluminium	DIN ISO 11466 (Juni 1997), Bestimmungsmethode wie bei wäßrigen Lösungen	DIN EN ISO 12020 (Mai 2000) DIN EN ISO 11885 (April 1998), LAWA Merkblatt P3/1	0,05 mg/l	Hochgeglühte Al-Oxide werden nicht vollständig aufgeschlossen ICP-OES
32	Antimon	DIN ISO 11466 (Juni 1997)), Bestimmungsmethode wie bei wäßrigen Lösungen	DIN EN ISO 11969 (D18) (November 1996) DIN EN ISO 11885 (April 1998), LAWA Merkblatt P3/1	0,1 mg/kg TM 0,001 mg/l 0,1 mg/l	Hydrid-AAS (nach KJ-Zu- gabe keine Wartezeit erforderlich) ICP-OES

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
33	Arsen	DIN ISO 11466 (Juni 1997), Bestimmungsmethode wie bei wäßrigen Lösungen	DIN EN ISO 11969 (D18) (November 1996) DIN EN ISO 11885 (April 1998), LAWA Merkblatt P3/1	0,1 mg/kg TM 0,001 mg/l 0,1 mg/l	AAS-Hydridtechnik ICP-OES
34	Barium	DIN ISO 11466 (Juni 1997), Bestimmungsmethode wie bei wäßrigen Lösungen	DIN EN ISO 5961 (E19) Abschn. 3 (Mai 1995) DIN EN ISO 11885 (April 1998), LAWA Merkblatt P3/1	0,5 mg/l 0,002 mg/l	BaSO ₄ wird nicht vollständig aufgeschlossen ICP-OES
35	Blei	E DIN ISO 11047 (Mai 1995)	DIN 38406 Teil 6 (Juli 1998) DIN EN ISO 11885 (April 1998), LAWA Merkblatt P3/1	0,1 mg/kg TM 0,005 mg/l 0,1 mg/l	Vorbehandlung: Königs- wasseraufschluß Graphitrohr-AAS ICP-OES

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
36	Bor	DIN ISO 11466 (Juni 1997), Bestimmungsmethode wie bei wäßrigen Lösungen	DIN EN ISO 11885 (April 1998), LAWA Merkblatt P3/1	0,01 mg/l	ICP-OES
37	Cadmium	E DIN ISO 11047 (Mai 1995)	DIN EN ISO 5961 (E19) Abschn. 3 (Mai 1995) DIN EN ISO 11885 (April 1998), LAWA Merkblatt P3/1	0,1 mg/kg TM 0,003 mg/l 0,01 mg/l	Vorbehandlung: Königs- wasseraufschluß Graphitrohr-AAS ICP-OES
38	Chrom (gesamt)	E DIN ISO 11047 (Mai 1995)	DIN EN 1233 (E10) Abschn. 4 (Aug. 1996) DIN EN ISO 11885 (April 1998), LAWA Merkblatt P3/1	0,3 mg/kg TM 0,005 mg/l 0,01 mg/l	Vorbehandlung: Königs- wasseraufschluß Chrom wird bei Feststoffen bis zu 30-70 % nicht auf- geschlossen Graphitrohr-AAS ICP-OES

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
39	Chrom (VI)	DIN 38414-S4 (Oktober 1984) Filtrationsschritt gemäß BBodSchV, Anhang1, Tabelle 2, Fußnote (2)	DIN 38405-24 (Mai 1987) DIN EN ISO 10304-3 (November 1997)	0,05 mg/l 0,025 mg/l	photometrisch Ionenchromatographie
40	Kobalt	E DIN ISO 11047 (Mai 1995)	DIN 38406-24-2 (März 1993) DIN EN ISO 11885 (April 1998), LAWA Merkblatt P3/1	1 mg/kg TM 0,005 mg/l 0,01 mg/l	Vorbehandlung: Königs- wasseraufschluß Graphitrohr-AAS (Probenvorbereitung analog DIN EN ISO 5961) ICP-OES
41	Kupfer	E DIN ISO 11047 (Mai 1995)	DIN 38406-7-2 (September 1991) DIN EN ISO 11885 (April 1998), LAWA Merkblatt P3/1	0,3 mg/kg TM 0,002 mg/l 0,01 mg/l	Vorbehandlung: Königs- wasseraufschluß Graphitrohr-AAS ICP-OES

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
42	Molybdän	DIN ISO 11466 (Juni 1997), Bestimmungsmethode wie bei wäßrigen Lösungen	DIN EN ISO 5961 (E19) (Mai 1995) DIN EN ISO 11885 (April 1998), LAWA Merkblatt P3/1	1 mg/kg TM 0,005 mg/l 0,03 mg/l	Graphitrohr-AAS ICP-OES
43	Nickel	E DIN ISO 11047 (Mai 1995)	DIN 38406-11-2 (September 1991) DIN EN ISO 11885 (April 1998), LAWA Merkblatt P3/1	0,2 mg/kg TM 0,005 mg/l 0,02 mg/l	Vorbehandlung: Königs- wasseraufschluß Graphitrohr-AAS ICP-OES
44	Quecksilber	DIN ISO 11466 (Juni 1997), Bestimmungsmethode wie bei wäßrigen Lösungen	DIN EN 12338 (Oktober 1998) DIN EN 1483 (August 1997)	0,01 mg/kg TM 0,0001 mg/l 0,0001 mg/l	Kaltdampf-AAS vorgesehen als Ersatz für DIN 38406 E12-3

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
45	Selen	DIN ISO 11466 (Juni 1997), Bestimmungsmethode wie bei wäßrigen Lösungen	DIN 38405-23-2 (Oktober 1994) DIN EN ISO 11885 (April 1998), LAWA Merkblatt P3/1	0,001 mg/l 0,1 mg/l	AAS-Hydridtechnik ICP-OES
46	Silber	DIN ISO 11466 (Juni 1997) , Bestimmungsmethode wie bei wäßrigen Lösungen	DIN 38406-18 (Mai 1990) DIN EN ISO 11885 (April 1998), LAWA Merkblatt P3/1	0,0005 mg/l	Graphitrohr-AAS Bestimmung des gelösten Silber-Gehaltes ICP-OES
47	Zink	E DIN ISO 11047 (Mai 1995)	DIN 38406-8-1 (Oktober 1980) DIN EN ISO 11885 (April 1998), LAWA Merkblatt P3/1	0,3 mg/kg TM 0,05 mg/l 0,01 mg/l	Vorbehandlung: Königs- wasseraufschluß Flammen-AAS ICP-OES

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
48	Zinn	Aufschluß mit H ₂ SO ₄ /H ₂ O ₂ , Bestimmungsmethode wie bei wäßrigen Lösungen	DIN EN ISO 11885 (April 1998), LAWA Merkblatt P3/1 DIN EN ISO 11969 (D18) (November 1996)	0,5 mg/kg TM 0,1 mg/l 0,005 mg/l	Graphitrohr-AAS AAS-Hydridtechnik
49	Thallium	DIN ISO 11466 (Juni 1997) , Bestimmungsmethode wie bei wäßrigen Lösungen	anal. DIN 38406-26 (Juli 1997) DIN EN ISO 11885 (April 1998), LAWA Merkblatt P3/1	0,3 mg/kg TM 0,002 mg/l	Graphitrohr-AAS m. L'vov-Plattform ICP-OES
50	Mineralöl-Kohlen- wasserstoffe (MKW)	Handbuch Altlasten, Band 7, Teil 2, HLfU (Wiesbaden 1998) ISO/TR 11046 (Juni 1994)	E DIN EN ISO 9377 – 1 (Mai 2000) E DIN EN ISO 9377 – 4 (Juli 1999)	0,1 mg/l	Eichung mit Realstandard und Peakflächenauswertung Bestimmung des Kohlenwasserstoffindex, Teil 1: Verfahren nach Lösungsmittelextraktion und Gravimetrie Bestimmung des Kohlenwasserstoffindex, Teil 4: Verfahren nach Lösungsmittelextraktion und Gaschromatographie

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
51	Leichtflüchtige Aromatische Kohlenwasserstoffe (AKW) (Benzol, Toluol, Ethylbenzol, o-, m- und p-Xylol etc.) *	analog POX (ausblasbares organisches Halogen) der DIN 38414-S17 analog dem Analysenverfahren der LfU Baden-Württemberg für LHKW (s. auch Nr. 58)	ISO 15680 Entwurf 1999), DIN 38407 - 19 (Entwurf Januar 1996) DIN 38407-9-1 (Mai 1991) DIN 38407-9-2 (Mai 1991)	1 - 10 mg/kg TS < 50 µg/kg (Nachweisgrenze) 0,1 - 0,5 µg/l 5 µg/l 1 µg/l	Ausblasen, Elution Analyse mit GC-FID Dampfraum-GC-Analyse/ FID GC/FID von ausblasbaren org. Verbindungen nach Anreicherung in einer Falle Dampfraum-GC-Analyse/ FID Extraktion mit Pentan GC-FID
52	Styrol	analog AKW (Nr. 51)	analog AKW (Nr. 51)		s. Nr. 51
53	Cyclohexan	analog AKW (Nr. 51)	analog AKW (Nr. 51)		s. Nr. 51
54	Tetrahydrofuran	analog AKW (Nr. 51)	analog AKW (Nr. 51)		s. Nr. 51
	Pyridin	analog AKW (Nr. 51)	analog AKW (Nr. 51)		s. Nr. 51

* Das Fachgremium „Altlastenanalytik“ wird unter der Federführung der HLFU, Wiesbaden, ein Analysenverfahren für die Feststoffanalytik ausarbeiten. Für die Übergangszeit werden die angegebenen Analysenverfahren empfohlen.

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
56a	Phenolindex		DIN 38409-16-1 (Juni 1984)	0,01 mg/l	photometrisch Mit diesem Verfahren werden außer Phenolen auch Verbindungen erfaßt, die mit dem Farbstoff Anipyrin kuppeln, z.B. Amine
			DIN EN ISO 14402 (Dezember 1999)	0,01 mg/l	Fließanalytik
56b	Phenolindex	analog DIN 38409-H16-2	DIN 38409-16-2 (Juni 1984)	ca. 0,1 mg/kg TM	Nach Wasserdampfdestillation das Destillat wie für Phenolindexbestimmung in Wasser behandeln
				0,01 mg/l	photometrisch Die Norm sieht zwei pH-Werte vor, die vor der Wasserdampfdestillation einzustellen sind: 0,5 oder 4. Die beiden Varianten können zu unterschiedlichen Ergebnissen führen, wenn aromatische Amine zugegen sind. Sollen nur Phenole erfaßt werden, ist pH=0,5 einzustellen

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
56c	Phenolindex	analog DIN 38409-H16-3	DIN 38409-H16-3	0,1 mg/l	Wasserdampfdestillation Wasserdampfdestillation
56d	Phenole einschließlich Chlorphenole (ges.) Chlorphenole (ges.) = Monochlorphenole +Dichlorphenole +Trichlorphenole +Tetrachlorphenole +Pentachlorphenol	DIN ISO 14154 (Entwurf Juni 1998)	DIN EN 12673 (Mai 1999) nach DIN 38407-10 (Entwurf Dez. 1990)	je nach Substanz 0,001-0,05 mg/kg TM 0,1 - 1000 µg/l 1 µg/l	Extraktion mit Aceton/Hexan; Derivatisierung mit Essig- säureanhydrid, GC-ECD Gaschromatographische Bestimmung einiger ausgewählter Chlorphenole in Wasser Ether-Extraktion mit an- schließender GC-ECD- Ana-lyse ohne Derivatisierung

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
57	Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAK; 16 nach EPA)	Handbuch Altlasten, Band 7, Teil 1, HLfU (Wiesbaden 1998) Landesanstalt für Umweltschutz Baden-Württemberg; Bestimmung von PAK in Boden-, Abfall- und Altlastenproben, Karlsruhe 1992	E DIN 38407 18 (Januar 1996)	je Einzelverbindung < 250 µg/kg TM 10 - 50 µg/kg TS 0,01 µg/l	Probe wird nacheinander mit Aceton, Wasser, Kochsalz und Petrolether versetzt und unter Schütteln extrahiert. Analyse: 1) HPLC-UV/DAD bzw. FLD 2) GC-MS Extraktion mit Cyclohexan: Aceton 70:30 Vol% Analyse: 1) HPLC-UV oder HPLC-FLD 2) GC-MSD HPLC-FLD

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
58	Leichtflüchtige halogenierte Kohlenwasserstoffe (LHKW) *	POX (ausblasbares organisch gebundenes Halogen) analog DIN 38414-S17 (November 1989) anal. Verfahren der Landesanstalt für Umwelt Baden-Württemberg 1988	ISO 15680 (Entwurf 1999), DIN 38407-19 (Entwurf Januar 1996) DIN EN ISO 10301 (August 1997) DIN 38413-P2 (Mai 1988) für Vinylchlorid	0,2 mg/kg TM 1 - 50 µg/kg TM Bestimmungsgrenze je nach Substanz 0,1 - 0,5 µg/l je nach Substanz 0,1 - 5 µg/l 5 µg/l	Ausblasen, Adsorption, Elution 20-100 g Probe und Ethylenglykolmonomethylether 8-12 h stehen lassen. Aliquot in Head-space-Gefäß mit 10 ml H ₂ O geben. Detektion: GC/FID (Chlorbenzol als int. Standard); GC/ECD (1-Chlor, 2-Bromethan als int. Standard) Purge-Trap-Analyse mit GC-ECD Dampfraum-GC-Analyse/FID

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
59	Halogenkohlenwasserstoffe gesamt = extrahierbare und ausblasbare organische Halogenverbindungen (OX)	OX = POX + EOX POX (ausblasbares organisches Halogen) EOX (extrahierbares schwerflüchtiges organisches Halogen) DIN 38414-S17 (November 1989)	POX (ausblasbares organisches Halogen) DEV-H 25 (1989) DIN EN 1485 (November 1996) und LAWA-Merkblatt P5 (wird derzeit aktualisiert)	0,2 mg/kg TM 0,2 - 1 mg/kg TM 0,01 mg/l 0,01 mg/l	Halogenkohlenwasserstoffe gesamt (OX) in wäßrigen Lösungen = ausblasbares organisches Halogen (POX) + adsorbierbares organisches Halogen (AOX)

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
60	Polychlorierte Biphenyle (PCB): 6 PCB Kongenere Nr. 28 Nr. 52 Nr. 101 Nr. 138 Nr. 153 Nr. 180	DIN 38414-S20 (Januar 1996) E DIN ISO 10382 (Februar 1998) VDLUFA-Methodenhandbuch Band VII	 DIN 38407-3 (Juli 1998)	1 µg/kg TM pro Einzelsubstanz 10 µg/kg TM 0,01 µg/l	Extraktion mit Heptan oder Aceton/Petrolether Extraktion mit einem Aceton/Wasser/Petrolether-Gemisch in Gegenwart von NaCl Peakmustererkennung (Similarity-Index)

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
61	Chlorbenzole (ges.) = Monochlorbenzol	ausblasbares organisches Halogen (POX) gem. DIN 38414-S17	analog DIN 38407-9-1 und	0,5 mg/kg TM	Ausblasen, Elution
	5 µg/l			Dampfraum GC-Analyse/ FID	
	Dichlorbenzole	analog DIN 38414-S20 (Januar 1996)	DIN 38407 9-2 (Mai 1991)	5 µg/l	Extraktion mit Pentan, GC- FID
				5 µg/kg TM	Extraktion mit Pentan oder Hexan, GC-ECD
				je nach Substanz 0,1 - 5 µg/l	
Trichlorbenzole bis einschließlich Hexachlorbenzol	analog DIN 38414-S20 (Januar 1996) E DIN ISO 10382 (Februar 1998)	DIN EN ISO 10301 (August 1997)	5 µg/kg TM	Extraktion mit Pentan oder Hexan, GC-ECD	
			10 µg/kg TM	Extraktion mit Aceton/Cyc- lohexan-Gemisch oder Ace-ton/Petrolether- Gemisch, GC-ECD, GC-MS	
		DIN 38407-2 (Februar 1993)	je nach Substanz 0,05 µg/l je nach Substanz	Extraktion mit Pentan oder Hexan, GC-ECD	

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
62	Organochlorpestizide	E DIN ISO 10382 (Februar 1998) VDLUFA-Methodenhandbuch Band VII	analog DIN 38407-2 (Februar 1993)	10 µg/kg TM je nach Substanz 0,001 - 0,01 µg/l	Extraktion mit Petrolether oder Aceton/Petrolether- Gemisch Extraktion mit Wasser/Ace- ton/Petrolether-Gemisch, GC-ECD, GC-MS Extraktion mit Hexan oder Pentan, GC-ECD
63	Polychlorierte Diben- zodioxine und Furane	Nach Klärschlammverordnung unter Beachtung der DIN 38414 S24 VDI-Richtlinie 3499, Blatt 1 (März 1990)	Extraktion mit Dichlor- methan, säulenchroma- tographische Reinigung, GC-MS	1 - 10 ng/kg TM 0,02 - 0,2 ng/l	Gefriertrocknung, Extrak- tion mit Toluol (Soxhlet), säulenchromatographische Reinigung, GC-MS Bei Wasser- und Feststoff- proben; Zugabe von ¹³ C- markierten Standards (einer je Isomeregruppe mit Chlorsubstitution in 2,3,7,8-Stellung) siehe auch: NRW-Meß- programm „Chloraromaten- Herkunft und Transfer“, Hrsg. MURL - NRW, 1991
64	Anionische Tenside (MBAS)	DIN 38414-S4 (Oktober 1984) Filtrationsschritt gemäß BBodSchV, Anhang1, Tabelle 2, Fußnote (2)	DIN EN 9003 (Januar 1994)	0,05 mg/l Abwasser 0,03 mg/l Oberflächenwasser	Bestimmung mittels Me- thylenblau

Lfd. Nr.	Parameter	Feststoffe: Bestimmungsmethoden bzw. zusätzliche Probenvorbereitung	wäßrige Lösungen: Bestimmungsmethoden	Untere Anwendungsgrenze	Bemerkungen
65	Nichtionische Tenside (BIAS)		DIN 38409-H23-2 (Mai 1980)	0,04 mg/l	Bestimmung mittels Dragendorff-Reagenz
66	Adsorbierbares organisches Halogen (AOX)	analog DIN 38414-S18 (November 1989)	DIN EN 1485 (November 1996) und LAWA-Merkblatt P5 (wird derzeit aktualisiert)	1 mg/kg TM 0,01 mg/l	
67	organisch gebundener Kohlenstoff, gelöst (DOC)		DIN EN 1484 (Entwurf August 1994) und LAWA-Merkblatt P14	0,1 mg/l	