



Die Bestimmung von (Mineralöl)-Kohlenwasserstoffen

Aber wie ?

Es war für den Auftraggeber noch nie einfach die Bestimmung von Mineralölkohlenwasserstoffen in Wasser-, Boden- oder Abfallproben zu beauftragen. Doch seit dem „Ende“ der DIN DEV Methode 38409-H18, die matrixunabhängig immer dann genannt wurde, wenn es um die Bestimmung von Kohlenwasserstoffen ging obwohl diese nur für Wasserproben Gültigkeit hatte, ist die Verwirrung komplett.

Nachfolgend eine kurze Historie und Hinweise für eine Matrixbezogene Beauftragung.

Historie

Lange Zeit gab es ausschließlich die DIN DEV Methode 38409-H18 (Veröffentlichung 02-1981 / Offiziell zurückgezogen Anfang 2000) für die Bestimmung der Mineralölkohlenwasserstoffe in Wasser. Für Bodenuntersuchungen gab es seit 06/1994 die ISO/TR 11046 mit den Methoden A und B. Die Bestimmung nach der H18 erfolgte mittels IR-Spektrometer und dem Einsatz von Trichlortrifluorethan (R113), als „Ozonkiller“ bekannt, als Extraktionsmittel. Bei der ISO/TR 11046 gab es zwei analytische Verfahren (IR und GC-FID), wobei auch hier beide Male mit 1,1,2-Trichlortrifluorethan (R113) extrahiert wurde.

Nun ist der Einsatz von R113 durch die europäische Kommission generell verboten worden (Art. 4 der Verordnung – EG – Nr. 2037/2000). Es gibt zwar noch Ausnahmeregelungen, doch die Beschaffung ist sehr schwierig und extrem kostspielig geworden.

Neue Normen

Zur Zeit sind einige neue Normen, unter Einsatz von unschädlichen Lösungs- und Extraktionsmitteln, im Entwurfsstadium oder schon in der täglichen Anwendung. Nachfolgend nochmals eine kurze Auflistung aller bisher erschienen Normen und Entwürfe.

Auf die verschiedenen Probenvorbereitungsschritte (interne Standards, Probenmenge, Blindwertüberprüfung, Kalibrierungen etc.) und unterschiedlichen Vorgehensweisen wird zur Vereinfachung nicht eingegangen.

DIN 38409-H18 Ausgabe 02-1981 „Bestimmung von Kohlenwasserstoffen“

Hinweis: (Nur für Wasserproben / Norm offiziell zurückgezogen !!)

- Extraktion mit 1,1,2-Trichlortrifluorethan
- Messung mittels IR-Spektrometer
- Auswertung der Absorptionsbanden bei 2925 cm^{-1} (CH₂), 2958 cm^{-1} (CH₃) und 3030 cm^{-1} (CH).

DIN 38409-H53 Ausgabe 2001-07 „Bestimmung des Kohlenwasserstoff-Index (Verfahren nach Lösemittelextraktion und Gaschromatographie)“

Hinweis: (Nur für Wasserproben / Übernommen in die ISO 9377-2 / Im Entwurf damals noch Integration ab C9)

- Extraktion mit Cyclohexan oder Petroleumbenzin oder iso-Hexan
- Messung am Gaschromatographen mit Flammen-Ionisations-Detektor (FID)
- Integration der gesamten Peakfläche zwischen n-Dekan (C₁₀H₂₄) und n-Tetracontan (C₄₀H₈₂)

ISO/TR 11046 Ausgabe 1994-06 „Soil quality – Determination of mineral oil content – Method by infrared spectrometry and gas chromatographie method

Hinweis: (Nur für Boden / Einsatz von R 113)

- Extraktion mit 1,1,2-Trichlortrifluorethan
- Methode A = Messung mittels IR-Spektrometer
- Auswertung der Absorptionsbanden bei 2925 cm^{-1} (CH₂), 2958 cm^{-1} (CH₃) und 3030 cm^{-1} (CH).
- Methode B = Messung am Gaschromatographen mit Flammen-Ionisations-Detektor (FID)
- Integration der gesamten Peakfläche zwischen n-Dekan (C₁₀H₂₄) und n-Tetracontan (C₄₀H₈₂)

E DIN ISO 16703 Entwurf 2002-03 „Soil Quality – Determination of mineral oil content by gas chromatography“

Hinweis: (Erst Entwurf / Nur für Boden)

- Extraktion mit Aceton
- Messung am Gaschromatographen mit Flammen-Ionisations-Detektor (FID)
- Integration der gesamten Peakfläche zwischen n-Dekan (C₁₀H₂₄) und n-Tetracontan (C₄₀H₈₂)

E DIN EN 14039 Entwurf 2000-12 „Charakterisierung von Abfällen – Bestimmung des Gehaltes an Kohlenwasserstoffen von C₁₀ bis C₄₀ mittels Gaschromatographie“

Hinweis: (Erst Entwurf / Nur für Abfälle)

- Extraktion mit Aceton
- Messung am Gaschromatographen mit Flammen-Ionisations-Detektor (FID)
- Integration der gesamten Peakfläche zwischen n-Dekan (C₁₀H₂₄) und n-Tetracontan (C₄₀H₈₂)

DIN EN ISO 9377-2 Ausgabe 2000-02 „Bestimmung des Kohlenwasserstoff-Index Teil 2: Verfahren nach Lösemittelextraktion und Gaschromatographie“

Hinweis: (Nur für Wasser / = DIN 38409-H53)

- Extraktion mit Kohlenwasserstoff oder Kohlenwasserstoff-Mischung mit einem Siedebereich von 36°C bis 69°C (üblicherweise Petroleumbenzin oder Hexan)
- Messung am Gaschromatographen mit Flammen-Ionisations-Detektor (FID)
- Integration der gesamten Peakfläche zwischen n-Dekan (C₁₀H₂₄) und n-Tetracontan (C₄₀H₈₂)

LAGA KW/85 Ausgabe 1993-03 „Bestimmung des Gehaltes an Kohlenwasserstoffen in Abfällen“

Hinweis: (Nur für Abfälle / Einsatz von R 113 oder Tetrachlorkohlenstoff)

- Extraktion mit 1,1,2-Trichlortrifluorethan oder Tetrachlorkohlenstoff
- Messung mittels IR-Spektrometer

- Auswertung der Absorptionsbanden bei 2925 cm^{-1} (CH₂), 2958 cm^{-1} (CH₃) und 3030 cm^{-1} (CH).

Zusammenfassung:

DIN 38409-H18 Ausgabe 02-1981 „Bestimmung von Kohlenwasserstoffen“

Ist nicht mehr gültig; Keine Anwendung aufgrund Verwendung von R113.

DIN 38409-H53 Ausgabe 2001-07 „Bestimmung des Kohlenwasserstoff-Index (Verfahren nach Lösemittelextraktion und Gaschromatographie)“

Entspricht der ISO 9377-2. Nur für Wasser.

ISO/TR 11046 Ausgabe 1994-06 „Soil quality – Determination of mineral oil content – Method by infrared spectrometry and gas chromatographie method“

Keine Anwendung aufgrund Verwendung von R113.

E DIN ISO 16703 Entwurf 2002-03 „Soil Quality – Determination of mineral oil content by gas chromatography“

Erst im Entwurf; wird aber so als Vornorm bei der Bodenanalytik angewendet.

E DIN EN 14039 Entwurf 2000-12 „Charakterisierung von Abfällen – Bestimmung des Gehaltes an Kohlenwasserstoffen von C10 bis C40 mittels Gaschromatographie“

Erst im Entwurf; wird aber so als Vornorm bei der Abfallanalytik angewendet. Ersetzt auch die LAGA KW85

DIN EN ISO 9377-2 Ausgabe 2000-02 „Bestimmung des Kohlenwasserstoff-Index Teil 2: Verfahren nach Lösemittelextraktion und Gaschromatographie“

Nur für Wasser.

LAGA KW/85 Ausgabe 1993-03 „Bestimmung des Gehaltes an Kohlenwasserstoffen in Abfällen“

Keine Anwendung aufgrund Verwendung von R113.

Somit stehen Ihnen für die Matrixbezogene Beauftragung folgende Normen zur Verfügung:

Wasser

DIN EN ISO 9377-2 Ausgabe 2000-02 „Bestimmung des Kohlenwasserstoff-Index Teil 2: Verfahren nach Lösemittlextraktion und Gaschromatographie“

Boden

E DIN ISO 16703 Entwurf 2002-03 „Soil Quality – Determination of mineral oil content by gas chromatography“

Abfall

E DIN EN 14039 Entwurf 2000-12 „Charakterisierung von Abfällen – Bestimmung des Gehaltes an Kohlenwasserstoffen von C10 bis C40 mittels Gaschromatographie“