

DIN 50009



ICS 59.080.01

Textilien –
Bestimmung des Gehaltes an Tetrachlorphenol-, Trichlorphenol-,
Dichlorphenol-, Monochlorphenol-Isomeren und Pentachlorphenol

Textiles –

Determination of tetrachlorophenol-, trichlorophenol-, dichlorophenol-,
monochlorophenol-isomers and pentachlorophenol content

Textiles –

Détermination de la teneur en isomères de monochlorophénol, dichlorophénol,
trichlorophénol, tétrachlorophénol et en pentachlorophénol

Gesamtumfang 34 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe und Abkürzungen	6
3.1 Begriffe	6
3.2 Abkürzungen	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Geräte	7
6 Reagenzien	7
7 Probenahme	10
8 Durchführung	10
8.1 Allgemeines	10
8.2 Extraktion mit KOH	10
8.3 Extraktive Acetylierung	10
8.4 Derivatisierung der Chlorphenolmischungen und des TCG-Standards (arbeitstägliche Kalibrierung)	10
8.5 Gaschromatographie (GC)	11
9 Auswertung	11
9.1 Allgemeines	11
9.2 Berechnung der einzelnen Chlorphenole in der Probe	11
9.3 Zuverlässigkeit des Verfahrens	12
10 Prüfbericht	12
Anhang A (informativ) Chromatographische Untersuchungsbedingungen	13
A.1 Vorbemerkungen	13
A.2 Gaschromatographie mit massenselektivem Detektor (GC-MSD)	13
Anhang B (informativ) Verfahrenskennndaten	15
B.1 Allgemeines	15
B.2 Ringversuchsergebnisse	15
B.2.1 Ergebnisse des ersten Ringversuchs	15
B.2.2 Ergebnisdarstellung des zweiten Ringversuchs von einer Realprobe mit 4 Laboratorien und 2 Aufdotierungen der Realprobe	16
B.3 Einfluss Standardlösungen	20
B.4 Einfluss interner Standards auf den Gehalt von Pentachlorphenol und anderer Chlorphenole	25
Anhang C (informativ) Verifizierungsverfahren für erhöhte Monochlorphenol- und Dichlorphenolbefunde	33
C.1 Allgemeines	33
C.2 Verfahrensbeschreibung	33
Literaturhinweise	34

Tabellen

Tabelle A.1 — m/z -Signale der Chlorphenole und SIM-Zeit der Gruppen in Minuten	14
Tabelle B.1 — Ergebnisdarstellung von 2 Realproben mit 10 Laboratorien	15
Tabelle B.2 — Darstellung der Ergebnisse für 2,3,6-Trichlorphenol mit geringem Gehalt: Messung aller Probenextrakte in einem Laboratorium in mg/kg	16
Tabelle B.3 — Darstellung der Ergebnisse für 2,3,6-Trichlorphenol mit geringem Gehalt: Ergebnisse der einzelnen Teilnehmer in mg/kg	17

Tabelle B.4 — Darstellung der Ergebnisse für 2,3,5,6-Tetrachlorphenol mit geringem Gehalt:	
Messung aller Probenextrakte in einem Laboratorium in mg/kg	17
Tabelle B.5 — Darstellung der Ergebnisse für 2,3,5,6-Tetrachlorphenol mit geringem Gehalt:	
Ergebnisse der einzelnen Teilnehmer in mg/kg	18
Tabelle B.6 — Darstellung der Ergebnisse für 2,3,4,6-Tetrachlorphenol mit erhöhtem Gehalt:	
Messung aller Probenextrakte in einem Laboratorium in mg/kg	18
Tabelle B.7 — Darstellung der Ergebnisse für 2,3,4,6-Tetrachlorphenol mit erhöhtem Gehalt:	
Ergebnisse der einzelnen Teilnehmer in mg/kg	19
Tabelle B.8 — Darstellung der Ergebnisse für Pentachlorphenol: Messung aller Probenextrakte	
in einem Laboratorium in mg/kg	19
Tabelle B.9 — Darstellung der Ergebnisse für Pentachlorphenol: Ergebnisse der einzelnen	
Teilnehmer in mg/kg	20
Tabelle B.10 — Ergebnisdarstellung Lösung 1	20
Tabelle B.11 — Ergebnisdarstellung Lösung 2	21
Tabelle B.12 — Ergebnisdarstellung Vergleichsmessung von 10 Standardlösungen (A bis I) in	
einem Laboratorium (Konzentration der Messlösungen 0,1 mg/l)	22
Tabelle B.13 — Ergebnisdarstellung Reproduzierbarkeit Lösung A und F (Konzentration der	
Messlösungen 0,1 mg/l)	24
Tabelle B.14 — Ergebnisdarstellung von Additionsversuchen auf Polyester, beschichtet mit	
Polyurethan berechnet über TCG und für PCP auch über PCP-C13	26
Tabelle B.15 — Ergebnisdarstellung von Additionsversuchen auf Baumwolle berechnet über TCG	
und für PCP auch über PCP-C13	27
Tabelle B.16 — Ergebnisdarstellung für verschiedene Chlorphenole in einem belasteten Material	
(Oberstoff, Synthetik/Fasermischung mit PES)	28
Tabelle B.17 — Ergebnisdarstellung für PCP in einem belasteten Material (Baumwolle mit	
Elasthan)	28
Tabelle B.18 — Ergebnisdarstellung für verschiedene Chlorphenole in 18 belasteten Materialien;	
Auswertung über TCG im Vergleich mit isotoopenmarkierten internen Standards	29

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-05-12 AA „Textilchemische Prüfverfahren und Faser-trennung“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Nach der Chemikalien-Verbotsverordnung, Stand 20.01.2017, ist der Gehalt von Pentachlorphenol, Pentachlorphenolsalzen und -verbindungen in Erzeugnissen und Teilen davon auf 5 mg/kg (ppm) begrenzt. Zur Erfassung dieses Gehaltes und auch des Gehaltes von weiteren Chlorphenolen wurde dieses analytische Verfahren entwickelt.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Einleitung

Dieses Dokument beschreibt ein Verfahren, bei dem Chlorphenole vor dem chromatographischen Nachweis acetyliert werden und die Menge des nachgewiesenen Chlorphenolacetats über eine Korrektur mit internem Standard quantitativ bestimmt wird.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung des Gehaltes an Tetrachlorphenol- (TeCP), Trichlorphenol- (TriCP), Dichlorphenol- (DiCP), Monochlorphenol- (MoCP) Isomeren und Pentachlorphenol (PCP), dessen Salzen und Estern in natürlichen und synthetischen Textilien, einschließlich beschichteten Geweben und Bekleidungsbestandteilen (z. B. Knöpfen, Reißverschlüssen usw.), fest.

Es ist ein sehr drastisches Verfahren, um auch aus Verbindungen des Pentachlorphenols Pentachlorphenol freizusetzen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen*

3 Begriffe und Abkürzungen

3.1 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- DIN-Terminologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term/>
- DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

3.2 Abkürzungen

Die folgenden Abkürzungen werden in diesem Dokument für Chlorphenole verwendet:

CP	Chlorphenol
MoCP	Monochlorphenol
DiCP	Dichlorphenol
TriCP	Trichlorphenol
TeCP	Tetrachlorphenol
PCP	Pentachlorphenol
2-MoCP-d ₄	2-Chlorphenol-d ₄
2,3-DiCP-d ₃	2,3-Dichlorphenol-d ₃
TeCP-C ₁₃	2,3,4,6-Tetrachlorphenol- ¹³ C ₆
PCP-C ₁₃	Pentachlorphenol- ¹³ C ₆
TCG	Tetrachlorguajacol (Tetrachlor- <i>o</i> -methoxyphenol)

Die folgenden Abkürzungen werden in diesem Dokument für die Bezeichnung von Textilfasern verwendet:

CO	Baumwolle
PES	Polyester
CV	Viskose
EL	Elasthan
LI	Leinen
PA	Polyamid

4 Kurzbeschreibung

Die Probe wird mit einer Kaliumhydroxid-Lösung (KOH-Lösung) für 16 h bei 90 °C extrahiert.

Während der nachfolgenden extraktiven Derivatisierung mit *n*-Hexan und Essigsäureanhydrid werden die CPs acetyliert und die chlorierten Acetate werden gaschromatographisch mit einem massenselektiven Detektor (MSD) analysiert. Die quantitative Bestimmung erfolgt durch Korrektur mit internen Standards. Für Pentachlorphenol wird das ¹³C-Derivat des PCPs verwendet, für Tetrachlorphenole das ¹³C-Derivat von 2,3,4,6-Tetrachlorphenol, für Tri- und Dichlorphenole 2,3-Dichlorphenol-d₃ und für Monochlorphenole 2-Chlorphenol-d₄. TCG dient als interner Standard zur Injektionskontrolle.

5 Geräte

5.1 Gaschromatograph (GC) mit massenselektivem Detektor (MSD).

5.2 Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.

5.3 Heizblock, Sandbad oder Trockenschrank, geeignet, um eine Temperatur von 90 °C ± 1 °C in der KOH-Lösung zu halten.

5.4 Probenaufbereitungsgefäße: Headspace vials (20 ml).

5.5 GC-Gläschen (en: vial), etwa 2 ml.

5.6 Pasteurpipetten, Messpipetten, geeignete Autopipetten.

5.7 Vortexschüttler.

5.8 Horizontalschüttler.

6 Reagenzien

6.1 Allgemeines

Sofern nicht anders angegeben, müssen Chemikalien von analysenreiner Qualität verwendet werden.

6.2 Stammlösung Chlorphenol-Mischung

Eine Mischung aus Chlorphenolen, die bei einer Konzentration von 50 µg/ml in geeignetem Lösemittel, z. B. Acetonitril, die folgenden Isomere enthält:

2-Chlorphenol	CAS-Nummer: 95-57-8
3-Chlorphenol	CAS-Nummer: 108-43-0

4-Chlorphenol	CAS-Nummer: 106-48-9
2,3-Dichlorphenol	CAS-Nummer: 576-24-9
2,4-Dichlorphenol	CAS-Nummer: 120-83-2
2,5-Dichlorphenol	CAS-Nummer: 583-78-8
2,6-Dichlorphenol	CAS-Nummer: 87-65-0
3,4-Dichlorphenol	CAS-Nummer: 95-77-2
3,5-Dichlorphenol	CAS-Nummer: 591-35-5
2,3,4-Trichlorphenol	CAS-Nummer: 15950-66-0
2,3,5-Trichlorphenol	CAS-Nummer: 933-78-8
2,3,6-Trichlorphenol	CAS-Nummer: 933-75-5
2,4,5-Trichlorphenol	CAS-Nummer: 95-95-4
2,4,6-Trichlorphenol	CAS-Nummer: 88-06-2
3,4,5-Trichlorphenol	CAS-Nummer: 609-19-8
2,3,4,5-Tetrachlorphenol	CAS-Nummer: 4901-51-3
2,3,4,6-Tetrachlorphenol	CAS-Nummer: 58-90-2
2,3,5,6-Tetrachlorphenol	CAS-Nummer: 935-95-5
Pentachlorphenol	CAS-Nummer: 87-86-5

ANMERKUNG Diese Chlorphenolmischung ist bei Lieferanten für Laborchemie erhältlich.

6.3 Tetrachlorguajacol (Tetrachlor-*o*-methoxyphenol) CAS-Nummer: 2539-17-5.

6.4 Isotopenmarkierte interne Standards

2-Chlorphenol- d_4	CAS-Nummer: 93951-73-6
2,3-Dichlorphenol- d_3	CAS-Nummer: 93951-74-7
2,3,4,6-Tetrachlorphenol- $^{13}C_6$	CAS-Nummer: 1246820-81-4
Pentachlorphenol- $^{13}C_6$	CAS-Nummer: 85380-74-1

Anstelle der genannten isotopenmarkierten Derivate von Tetra-, Di- und Monochlorphenol dürfen auch andere isotopenmarkierte Analoga derselben Chlorierungsstufen, z. B. 4-Chlorphenol- d_4 , als interne Standards eingesetzt werden.

6.5 *n*-Hexan zur Rückstandsanalyse.

6.6 Kaliumhydroxid-Lösung (KOH), wässrige Lösung (1 mol/l).

56,1 g KOH werden in einem 1-l-Messkolben eingewogen und in 100 ml Wasser (6.12) gelöst (Vorsicht: Hitzeentwicklung!). Nach dem Abkühlen wird mit Wasser (6.12) auf 1 l aufgefüllt.

6.7 Tetrachlorguajacol (TCG) Lösung, mit einer Konzentration von 1 µg/ml in Acetonitril (interner Standard zur Injektionskontrolle).

10 mg TCG werden in 100 ml Acetonitril (6.14) gelöst. Aus dieser Stammlösung werden 1,0 ml entnommen und mit Acetonitril (6.14) auf 100 ml verdünnt.

6.8 Stammlösung isoto­penmarkierte interne Standards in Kaliumhydroxid-Lösung, je 0,1 mg/ml.

Je 10 mg der isoto­penmarkierten internen Standards (6.4) werden in 100 ml KOH-Lösung (6.6) gelöst.

6.9 Extraktionslösung (enthält isoto­penmarkierte interne Standards)

1,0 ml Stammlösung der isoto­penmarkierten internen Standards (6.8) werden mit KOH-Lösung (6.6) in einem 1-l-Messkolben aufgefüllt; die Konzentration der isoto­penmarkierten internen Standards (6.4) beträgt jeweils 0,1 µg/ml.

Die Konzentrationen der isoto­penmarkierten internen Standards müssen dem jeweiligen Kalibrierbereich der Chlorphenole (siehe Lösungen 6.15 bis 6.19) angepasst werden. Wird ein empfindlicheres Messgerät verwendet und die Kalibrierung wird niedriger angesetzt, dann sollte auch die Konzentration der isoto­penmarkierten internen Standards in der KOH-Lösung reduziert werden.

6.10 Kaliumcarbonat (K_2CO_3), wässrige Lösung (0,1 mol/l).

13,82 g K_2CO_3 werden in einem 1-l-Messkolben eingewogen, in Wasser (6.12) gelöst und auf 1 l aufgefüllt.

6.11 Essigsäureanhydrid ($C_4H_6O_3$), zur Analyse.

6.12 Wasser der Qualität 3, nach DIN ISO 3696.

6.13 Aceton.

6.14 Acetonitril.

6.15 Verbrauchslösung Kalibrierniveau 1 zur täglichen Kalibrierung

30 µl Stammlösung Chlorphenol-Mischung (6.2) werden mit Acetonitril (6.14) in einem 10-ml-Messkolben aufgefüllt. Die Konzentration der Chlorphenole beträgt 0,15 µg/ml.

6.16 Verbrauchslösung Kalibrierniveau 2 zur täglichen Kalibrierung

400 µl Stammlösung Chlorphenol-Mischung (6.2) werden mit Acetonitril (6.14) in einem 10-ml-Messkolben aufgefüllt. Die Konzentration der Chlorphenole beträgt 2,0 µg/ml.

6.17 Verbrauchslösung Kalibrierniveau 3 zur täglichen Kalibrierung

800 µl Stammlösung Chlorphenol-Mischung (6.2) werden mit Acetonitril (6.14) in einem 10-ml-Messkolben aufgefüllt. Die Konzentration der Chlorphenole beträgt 4 µg/ml.

6.18 Verbrauchslösung Kalibrierniveau 4 zur täglichen Kalibrierung

600 µl Stammlösung Chlorphenol-Mischung (6.2) werden mit Acetonitril (6.14) in einem 2-ml-Messkolben aufgefüllt. Die Konzentration der Chlorphenole beträgt 15 µg/ml.

6.19 Verbrauchslösung Kalibrierniveau 5 zur täglichen Kalibrierung

1 000 µl Stammlösung Chlorphenol-Mischung (6.2) werden mit Acetonitril (6.14) in einem 2-ml-Messkolben aufgefüllt. Die Konzentration der Chlorphenole beträgt 25 µg/ml.

Die Konzentrationen der Kalibrierlösungen (6.15 bis 6.19) sind Beispiele und sollten an die vorgegebenen Grenzwerte und an die Linearität des Gerätes angepasst werden.

7 Probenahme

Von dem zu untersuchenden Material muss eine repräsentative Probe genommen und in Stücke mit den Maßen von etwa 0,5 cm × 0,5 cm geschnitten werden.

8 Durchführung

8.1 Allgemeines

Bei diesem Verfahren können Monochlorphenol und Dichlorphenole aus bisher unbekannten Verbindungen freigesetzt werden.

Falls die Anforderungen sich nur auf die freien Phenole beziehen, empfiehlt sich das in Anhang C beschriebene Verifizierungsverfahren.

8.2 Extraktion mit KOH

Etwa 1 g (Mindesteinwaage 0,2 g) der zerkleinerten Probe müssen auf 0,01 g in das Probenaufbereitungsgefäß (5.4) eingewogen werden. 10 ml Extraktionslösung (6.9) werden hinzugefügt. Nach Verschließen wird das Gefäß in eine Heizapparatur (5.3) überführt und 16 h ± 15 min bei (90 ± 1) °C temperiert. Die Überprüfung der Temperatur erfolgt in einem Probenvorbereitungsgefäß mit Extraktionslösung. Wenn die zu untersuchende Probe zu voluminös ist, um vollständig für die Zeitspanne der Extraktion mit KOH-Lösung bedeckt zu sein, muss die Probe mit Glaskugeln oder einem vergleichbaren inerten Gegenstand beschwert werden, um eine vollständige Benetzung sicherzustellen, oder es muss eine entsprechend größere Menge Extraktionslösung unter Berücksichtigung der anderen Einwaage zugegeben werden.

ANMERKUNG Abweichungen von der vorgegebenen Extraktionszeit und -temperatur können zu erheblichen Abweichungen im Ergebnis führen.

8.3 Extraktive Acetylierung

Nach der Extraktion muss die Probe auf Raumtemperatur abgekühlt und kräftig geschüttelt werden [1 min Vortexschüttler (5.7) oder 10 min Horizontalschüttler (5.8)]. 4 ml der KOH-Extraktionslösung werden in ein neues Probenaufbereitungsgefäß (5.4) überführt, 6 ml Kaliumcarbonat-Lösung (6.10), 2 ml *n*-Hexan (6.5), 250 µl TCG-Lösung (6.7) und 1 ml Essigsäureanhydrid (6.11) werden hinzugefügt. Nach Verschließen des Gefäßes muss dieses für 30 min bei einer Schüttelrate von mindestens 200 min⁻¹ auf einem Horizontalschüttler (5.8) geschüttelt werden. Hierbei muss eine sehr gute Durchmischung der beiden Phasen sichergestellt werden. Nach dem Schütteln darf zur Verbesserung der Phasentrennung zentrifugiert werden, anschließend wird das Gefäß vorsichtig geöffnet (Vorsicht: Überdruck). Ein Aliquot (z. B. 1 ml) aus der Oberphase wird zur Analyse in ein GC-Gläschen (5.5) überführt.

4 ml Extraktions-Lösung werden entnommen und mit 2 ml *n*-Hexan versetzt, um einen Wert von 0,05 mg/kg Chlorphenole sicher nachzuweisen. Bei Gerätekonfigurationen, die tiefere Bestimmungsgrenzen ermöglichen, darf das für die Acetylierung verwendete Volumen an Extraktionslösung verringert bzw. die Menge an zugegebenem *n*-Hexan erhöht werden. Für Kalibrierung und Proben müssen dieselben Volumina verwendet werden. Eine Validierung muss mit den veränderten Bedingungen durchgeführt werden.

Durch Reduzierung der Probeneinwaage können höhere Grenzwerte abgedeckt werden.

8.4 Derivatisierung der Chlorphenolmischungen und des TCG-Standards (arbeitstägliche Kalibrierung)

Es müssen je 100 µl der Chlorphenolmischungen (6.15 bis 6.19), 4 ml Extraktionslösung (6.9), 6 ml Kaliumcarbonat-Lösung (6.10), 2 ml *n*-Hexan (6.5), 250 µl TCG-Lösung (6.7) und 1 ml Essigsäureanhydrid (6.11) in jeweils ein Probenaufbereitungsgefäß (5.4) gegeben werden. Nach Schließen des Gefäßes muss dieses für 30 min bei einer Schüttelrate von mindestens 200 min⁻¹ auf einem Horizontalschüttler (5.8) geschüttelt werden. Nach dem Schütteln wird zentrifugiert, dann wird das Gefäß vorsichtig geöffnet (Vorsicht: Überdruck!). Ein

Aliquot (z. B. 1 ml) aus der Oberphase aus jedem Probenaufbereitungsgefäß wird zur Analyse in ein GC-Gläschen (5.5) überführt. Geräteabhängig wird eine Grundkalibrierung für den Nachweis und die Bestimmungsgrenze und für den linearen Arbeitsbereich durchgeführt.

8.5 Gaschromatographie (GC)

Verschiedene Typen gaschromatographischer Ausrüstungen dürfen verwendet werden. Bei den in Anhang A angegebenen Chromatographiebedingungen handelt es sich um ein Beispiel für Kenngrößen, die bei der Analyse erfolgreich angewendet wurden.

9 Auswertung

9.1 Allgemeines

Die quantitative Bestimmung erfolgt unter Verwendung einer Mehrpunkt-Kalibrierung mit mindestens drei Punkten.

Die Kalibrierkurve wird erstellt, indem die Flächeneinheiten gegen die bekannten Standardkonzentrationen aufgetragen und um die isotoopenmarkierten internen Standards korrigiert werden. Für Pentachlorphenol wird Pentachlorphenol- $^{13}\text{C}_6$ als interner Standard verwendet, für Tetrachlorphenole 2,3,4,6-Tetrachlorphenol- $^{13}\text{C}_6$, für Tri- und Dichlorphenole 2,3-Dichlorphenol- d_3 und für Monochlorphenole 2-Chlorphenol- d_4 . Aus der Kalibrierkurve wird die Konzentration des jeweiligen Chlorphenols, in $\mu\text{g}/\text{ml}$ (ρ_s), interpoliert.

Wenn die Wiederfindung der isotoopenmarkierten internen Standards aufgrund von Matrixeffekten niedriger als die festgelegte Wiederfindung der internen Qualitätsrichtlinie ist, dürfen andere valide Methoden, wie Additionsverfahren, zur Ermittlung des quantitativen Ergebnisses verwendet werden. In Ausnahmefällen darf nach Ermessen der Laborverantwortlichen auch gegen TCG ein Wert berechnet werden. Bevorzugt werden sollte aber nach Möglichkeit immer die Berechnung gegen die isotoopenmarkierten Chlorphenole. Bei Materialien, bei denen sehr niedrige Wiederfindungen der isotoopenmarkierten internen Standards vorliegen, darf die gesamte Extraktionslösung mit dem Textil im selben Gefäß mit 5 ml *n*-Hexan (6.5), 625 μl TCG-Lösung (6.7) und 2,5 ml Essigsäureanhydrid (6.11) versetzt werden, um danach wie oben beschrieben weiter zu verfahren. Für die folgende instrumentelle Analytik nach 8.5 und Anhang A ist die hier erhaltene *n*-Hexan-Phase deutlich matrixbelasteter als die nach 8.3, aber die Wiederfindungen der isotoopenmarkierten internen Standards verbessern sich erfahrungsgemäß.

Über TCG berechnete Werte müssen im Prüfbericht gesondert ausgewiesen werden.

9.2 Berechnung der einzelnen Chlorphenole in der Probe

Der Chlorphenolgehalt wird als Massenanteil w , in mg/kg , der Probe nach Gleichung (1) berechnet:

$$w = \frac{\rho_s \times V_{\text{KOH}} \times V_{n\text{-Hexan}}}{A_{\text{KOH}} \times m_E} \quad (1)$$

Dabei ist

- w die Konzentration des gefundenen Chlorphenols, in mg/kg ;
- ρ_s die interpolierte Chlorphenolkonzentration, in $\mu\text{g}/\text{ml}$ Messlösung;
- V_{KOH} das Volumen der KOH-Extraktionslösung entsprechend 8.2, in ml (hier 10 ml);
- A_{KOH} das Aliquot der KOH-Extraktionslösung entsprechend 8.2, in ml (hier 4 ml);
- $V_{n\text{-Hexan}}$ das Volumen der zugegebenen *n*-Hexanmenge, in ml (hier 2 ml);
- m_E die Masse der Probe, in g.