

**Gaschromatographische Bestimmung einiger
ausgewählter Chlorphenole in Wasser**

Deutsche Fassung EN 12673 : 1998

DIN
EN 12673

ICS 13.060.50

Water quality — Gas chromatographic determination of some selected chlorophenols in water; German version EN 12673 : 1998

Qualité de l'eau — Dosage par chromatographie en phase gazeuse de certains chlorophénols dans les eaux; Version allemande EN 12673 : 1998

Die Europäische Norm EN 12673 : 1998 hat den Status einer Deutschen Norm.

Diese Norm ist Bestandteil der Reihe

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser-
und Schlammuntersuchung

Gemeinsam erfaßbare Stoffgruppen (Gruppe F)

und beschreibt das Verfahren

Gaschromatographische Bestimmung einiger ausgewählter Chlorphenole
in Wasser (F 15)

Nationales Vorwort

Die Europäische Norm EN 12673, die vom CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ (Sekretariat: Deutschland) erarbeitet wurde, wurde vom CEN aufgrund der Ergebnisse der formellen Abstimmung angenommen.

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.

Die als DIN-Normen veröffentlichten Einheitsverfahren sind beim Beuth Verlag einzeln oder zusammengefaßt erhältlich. Außerdem werden die genormten Einheitsverfahren in der Loseblatt-Sammlung „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ gemeinsam vom Beuth Verlag GmbH und von dem Wiley-VCH Verlag publiziert. Die für das Wasserhaushaltsgesetz (WHG) und für das Abwasserabgabengesetz (AbwAG) relevanten Einheitsverfahren sind zusammen mit dem WHG und allen bisher erschienenen Abwasserverwaltungsvorschriften als DIN-Taschenbuch (DIN-TAB 230) herausgegeben worden.

Fortsetzung Seite 2
und 30 Seiten EN

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

Normen oder Norm-Entwürfe mit dem Gruppentitel

„Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ sind in folgende Gebiete (Haupttitel) aufgeteilt:

Allgemeine Angaben (Gruppe A)	(DIN 38402)
Sensorische Verfahren (Gruppe B)	(DIN 38403)
Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)	(DIN 38404)
Anionen (Gruppe D)	(DIN 38405)
Kationen (Gruppe E)	(DIN 38406)
Gemeinsam erfaßbare Stoffgruppen (Gruppe F)	(DIN 38407)
Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)	(DIN 38408)
Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)	(DIN 38409)
Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)	(DIN 38410)
Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)	(DIN 38411)
Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)	(DIN 38412)
Einzelkomponenten (Gruppe P)	(DIN 38413)
Schlamm und Sedimente (Gruppe S)	(DIN 38414)
Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)	(DIN 38415)

Außer den in der Reihe DIN 38402 bis DIN 38415 genormten Untersuchungsverfahren liegen eine Reihe Europäischer und Internationaler Normen als DIN-EN-, DIN-EN-ISO- und DIN-ISO-Normen vor, die ebenfalls Bestandteil der „Deutschen Einheitsverfahren“ sind.

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Telefon (0 30) 26 01 - 24 23, oder der Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin), Auskunft.

ICS 13.060.50

Deskriptoren: Wasseruntersuchung, Wasser, Qualität, Gewässerverschmutzung, chemische Analyse, Gehaltsbestimmung, Phenole, Chromatographie, Gaschromatographie, Extraktion

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit

**Gaschromatographische Bestimmung einiger
ausgewählter Chlorphenole in Wasser**

Water quality — Gas chromatographic determination of
some selected chlorophenols in water

Qualité de l'eau — Dosage par chromatographie en
phase gazeuse de certains chlorophénols dans les eaux

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 26. November 1998 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Zentralsekretariat oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.

CEN

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juni 1999, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 1999 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen:

Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

Die Anhänge A bis G dieser Europäischen Norm sind informativ.

Es ist absolut notwendig, daß Untersuchungen nach dieser Norm von geeignet qualifiziertem Fachpersonal durchgeführt werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm beschreibt die gaschromatographische Bestimmung von 19 Chlorphenolen (2-, 3- und 4-Chlorphenol, 2,3-, 2,4-, 2,5-, 2,6- 3,4- und 3,5-Dichlorphenol, 2,3,4-, 2,3,5-, 2,3,6-, 2,4,5-, 2,4,6- und 3,4,5-Trichlorphenol, 2,3,4,5-, 2,3,4,6- und 2,3,5,6-Tetrachlorphenol und Pentachlorphenol) in Trinkwasser, Grundwasser, Regenwasser, Abwasser, Meerwasser und Oberflächenwasser.

Diese Norm beschreibt eine Acetylierung, gefolgt von einer flüssig-flüssig-Extraktion, einer gaschromatographischen Bestimmung mit Elektroneneinfangdetektion oder massenselektiver Detektion. Das Verfahren ist für die Untersuchung von Trinkwasser, Oberflächenwasser und Abwasser validiert, kann aber auf alle oben genannten Wassermatrizes angewendet werden.

Nach diesem Verfahren können Chlorphenole in Abhängigkeit von dem Probenvolumen und von der zu bestimmenden Substanz (Grad der Chlorierung) (siehe Anhang A), in einem Konzentrationsbereich von 0,1 µg/l bis 1 mg/l bestimmt werden.

In einigen Fällen kann eine vollständige Trennung von Isomeren nicht erreicht werden; es wird dann die Summe angegeben.

Das Verfahren kann auch auf andere halogenierte phenolische Verbindungen angewendet werden, vorausgesetzt, es wird für den jeweiligen Fall validiert.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische 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.

ISO 5667-5 : 1991

Water quality — Sampling — Part 5: Guidance on sampling of drinking water and water used for food and beverage processing

ISO 5667-6 : 1990

Water quality — Sampling — Part 6: Guidance on sampling of rivers and streams

ISO 5667-8 : 1993

Water quality — Sampling — Part 8: Guidance on sampling of wet deposition

ISO 5667-9 : 1992

Water quality — Sampling — Part 9: Guidance on sampling of marine waters

ISO 5667-10 : 1992

Water quality — Sampling — Part 10: Guidance on sampling of waste waters

ISO 5667-11 : 1993

Water quality — Sampling — Part 11: Guidance on sampling from ground waters

3 Definitionen

Für die Anwendung dieser Europäischen Norm gilt die folgende Definition:

3.1 Chlorphenol

Eine Verbindung mit einem aromatischen Ring und einer Hydroxylgruppe und einem bis fünf Chloratomen.

4 Grundlagen des Verfahrens

Chlorphenole im Wasser werden mit Acetanhydrid zu ihren Acetaten derivatisiert. Die gebildeten Derivate werden mit n-Hexan aus der Probe extrahiert. Die Hexan-Fraktion wird gaschromatographisch mit einem Elektroneneinfangdetektor oder einem massenselektiven Detektor analysiert. In Abhängigkeit von der Probenart wird vor der Derivatisierung eine sauer-basische Probenvorbehandlung durchgeführt.

5 Störungen

Oberflächenaktive Stoffe, Emulgatoren, höhere Konzentrationen polarer Löse-mittel und andere phenolische Verbindungen können den extraktiven Derivatisierungsschritt stören.

Suspendierte Stoffe im Wasser können ebenfalls stören und die Wiederfindung herabsetzen. Eine zweite flüssige Phase im Wasser (z. B. Mineralölverbindungen, leichtflüchtige Halogenverbindungen, emulgierte Fette oder Wachse) stört bei der Probenahme, der Probenvorbereitung und der Anreicherung. In diesen

Fällen beschränkt sich die Bestimmung auf die wäßrige Phase, und der Anteil in der nichtwäßrigen Phase wird getrennt angegeben.

6 Reagenzien

WARNHINWEIS: Die Anwendung dieser Europäischen Norm kann die Verwendung gefährlicher Stoffe, Verfahrensteilschritte und Ausrüstung einschließen. Die Norm geht nicht auf alle Sicherheitsprobleme ein, die mit der Anwendung der Norm verbunden sein können. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, entsprechende Sicherheitsvorkehrungen zu treffen und vor der Anwendung die relevanten gesetzlichen Bestimmungen festzustellen.

6.1 Allgemeines

Alle Reagenzien müssen so beschaffen sein, daß sie keine signifikanten Störpeaks im Gaschromatogramm der Extrakte verursachen. Dies muß sichergestellt werden, indem mit jeder Reagenziencharge und mit jeder Probenreihe Blindwertuntersuchungen durchgeführt werden. Die Reagenzien müssen in Glasgefäßen mit Glasstopfen oder mit Polytetrafluorethen (PTFE)-beschichteten Septum-Stopfen aufbewahrt werden.

6.2 Gase für die Gaschromatographie, wie Helium, Argon/Methan, Stickstoff oder Wasserstoff. Die Gase müssen einer vom Hersteller des Gaschromatographen empfohlenen Reinheitsklasse entsprechen.

6.3 Ethanol, C_2H_5OH

6.4 n-Hexan, C_6H_{14}

6.5 Kaliumcarbonat-Lösung, $c(K_2CO_3) = 1,0 \text{ mol/l}$

6.6 Kaliumcarbonat-Lösung, $c(K_2CO_3) = 0,1 \text{ mol/l}$

6.7 Acetanhydrid, $C_4H_6O_3$

ANMERKUNG: Verunreinigungen im Acetanhydrid können die Wiederfindung beeinträchtigen. In diesem Fall ist es möglich, das Acetanhydrid durch Destillation zu reinigen.

6.8 Toluol, C_7H_8

6.9 Phosphorsäure, $c(H_3PO_4) = 0,5 \text{ mol/l}$

6.10 Natriumsulfat, Na_2SO_4 , wasserfrei, neutral.

ANMERKUNG: Bei einigen Chargen Natriumsulfat wurde eine basische Reaktion festgestellt. In diesem Fall ist es möglich, mit Methanol, das 0,5 ml/l konzentrierte Salzsäure enthält, zu waschen und anschließend auf einem Wasserbad zu trocknen, bevor es in einem Muffelofen (siehe 7.6) ($4 \pm 0,5$) h bei (500 ± 20)°C erhitzt wird.

6.11 Natriumhydroxid-Lösung, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$

6.12 Natriumthiosulfat-Pentahydrat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$, in fester Form oder als 10 %ige Lösung.

6.13 2-Chlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_5\text{OCl}$

6.14 3-Chlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_5\text{OCl}$

6.15 4-Chlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_5\text{OCl}$

6.16 2,3-Dichlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_4\text{OCl}_2$

6.17 2,4-Dichlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_4\text{OCl}_2$

6.18 2,5-Dichlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_4\text{OCl}_2$

6.19 2,6-Dichlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_4\text{OCl}_2$

6.20 3,4-Dichlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_4\text{OCl}_2$

6.21 3,5-Dichlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_4\text{OCl}_2$

6.22 2,3,4-Trichlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_3\text{OCl}_3$

6.23 2,3,5-Trichlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_3\text{OCl}_3$

6.24 2,3,6-Trichlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_3\text{OCl}_3$

6.25 2,4,5-Trichlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_3\text{OCl}_3$

6.26 2,4,6-Trichlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_3\text{OCl}_3$

6.27 3,4,5-Trichlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_3\text{OCl}_3$

6.28 2,3,4,5-Tetrachlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_2\text{OCl}_4$

6.29 2,3,4,6-Tetrachlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_2\text{OCl}_4$

6.30 2,3,5,6-Tetrachlorphenol, $\text{C}_6\text{H}_2\text{OCl}_4$

6.31 Pentachlorphenol, $\text{C}_6\text{Cl}_5\text{OH}$

6.32 Chlorphenol-Standardlösungen

6.32.1 Interne Standardlösungen

Lösungen aus mindestens zwei der internen Standards in Ethanol (siehe 6.3) herstellen:

Für die Elektroneneinfangdetektion können die folgenden internen Standards verwendet werden:

- 2,4-Dibromphenol, $\text{C}_6\text{H}_4\text{OBr}_2$;
- 2,6-Dibromphenol, $\text{C}_6\text{H}_4\text{OBr}_2$;
- 2,3,6-Trichlorphenol (siehe 6.24), $\text{C}_6\text{H}_3\text{OCl}_3$;
- 2,4,6-Tribromphenol, $\text{C}_6\text{H}_3\text{OBr}_3$.

Für die massenselektive Detektion können entsprechende Verbindungen verwendet werden.

ANMERKUNG: Die internen Standardlösungen werden zur Kontrolle des Arbeitsablaufs verwendet. Die Wahl der internen Standards sollte so getroffen werden, wie es der Erwartung hinsichtlich der zu bestimmenden Chlorphenole entspricht (z. B. werden Dichlorphenole erwartet, sollten 2,4-Dibromphenol und 2,6-Dibromphenol verwendet werden).

Aus den beiden Komponenten eine Multikomponenten-Standardlösung in einer Konzentration herstellen, daß, wird ein kleines Volumen derselben der Probe zugesetzt, die Peakhöhen der internen Standards im oberen Bereich des linearen Arbeitsbereichs liegen.

Eine Konzentration von 10 µg/ml kann in der Regel eingesetzt werden. Vor dem Einsatz die Konzentration prüfen.

6.32.2 Stammlösungen

Durch Wägen der entsprechenden Chlorphenole (siehe 6.13 bis 6.31) und Auflösen in Ethanol (siehe 6.3) Stammlösungen herstellen. Übliche Konzentrationen der Stammlösungen sind im Anhang B angegeben. Alternativ können handelsübliche Verbindungen eingesetzt werden.

Eine Konzentrationsbestimmung vornehmen.

ANMERKUNG 1: Die Prüfung der Konzentration kann durch spektrometrische Verfahren (z. B. UV-Spektrometrie) vorgenommen werden, oder durch Vergleich mit einer Standardlösung bekannter Konzentration einer anderen Herkunft.

ANMERKUNG 2: Stammlösungen sind, im Dunkeln bei 4 °C aufbewahrt, mindestens ein halbes Jahr stabil. Bei -18 °C gelagert, sind sie mindestens 1 Jahr haltbar.

6.32.3 Zwischenstandardlösungen

Die Mischstandardlösungen durch Verdünnen der Stammlösungen (siehe 6.32.2) herstellen. Geeignete Konzentrationen siehe Anhang A. Die Mischstandards sollten jeden Monat frisch hergestellt werden.

6.32.4 Bezugslösungen

Durch geeignete Verdünnung der Zwischenstandardlösungen (siehe 6.32.3) mit Ethanol (siehe 6.3) mindestens fünf Lösungen verschiedener Konzentration herstellen. Geeignete Konzentrationen siehe Anhang B. Die Bezugslösungen können fünf Tage lang verwendet werden.

7 Geräte

7.1 Allgemeines

Übliches Laborglasgerät, gereinigt, um jede Störung zu beseitigen.

ANMERKUNG: Aufheizen auf etwa 150 °C vor der Verwendung hilft, das Laborglasgerät von möglichen Verunreinigungen zu befreien. Diese Vorgehensweise sollte jedoch nicht auf volumetrische Geräte angewendet werden. Es kann auch mit einer alkalisch-wäßrigen Lösung gespült werden.

7.2 Probenahmeflaschen, aus Glas, mit Glasstopfen oder mit PTFE-beschichteten Verschlüssen. Eine zufällig ausgewählte Flasche jeder Charge sollte in einer Blindwertbestimmung auf mögliche Verunreinigungen geprüft werden.

7.3 Glasflaschen mit Schliffstopfen

7.4 Kapillargaschromatograph, ausgerüstet mit einem Injektorsystem, das die Zersetzung der Probe minimiert (z. B. on-column oder glas-lined Injektor), Elektroneneinfangdetektor oder massenselektiver Detektor und Auswerteeinheit (Integrator, Rechner usw.)

7.5 Kapillarsäulen, aus Quarz, für die Elektroneneinfangdetektion mit mindestens zwei Säulen mit stationären Phasen verschiedener Polarität. Für die massenselektive Detektion genügt eine Säule. Üblicherweise: Länge 30 m, innerer Durchmesser < 0,4 mm, mit chemisch gebundenem Methylsilicon oder Phenyl(5 %)-methylsilicon (apolar), oder Cyanpropylen(14 %)-methylsilicon (polar), Filmdicke 0,25 µm, oder eine gleichwertige Säule.

7.6 Muffelofen, einstellbar auf $(500 \pm 20)^\circ\text{C}$

7.7 Gerät für die flüssig-flüssig-Extraktion (fl/fl)

7.7.1 Scheidetrichter, Nennvolumen 250 ml und 500 ml, mit fettfreien Hähnen oder Hähnen aus PTFE.

7.7.2 Schüttelmaschine

8 Probenahme

Für die Probenahme kann auf folgende ISO-Normen verwiesen werden:

Trinkwasser nach ISO 5667-5;

Oberflächenwasser nach ISO 5667-6;

Regenwasser nach ISO 5667-8;

Meerwasser nach ISO 5667-9;

Abwasser nach ISO 5667-10;

Grundwasser nach ISO 5667-11.

Die Flaschen randvoll mit der Wasserprobe füllen und verschließen.

Bei der Probenahme darauf achten, daß keine störenden Stoffe in die Wasserprobe aufgenommen werden, und daß keine Verluste an den zu bestimmenden Stoffen auftreten. Hierauf ist besonders zu achten, wenn im Probenahmegerät Kunststoffschläuche mit der Wasserprobe in Berührung kommen. Wenn nötig, muß durch Kontrolluntersuchungen sichergestellt werden, daß keine Verluste durch Adsorption auftreten. Geräte aus Glas und aus nichtrostendem Stahl sind zu bevorzugen.

Einige Chlorphenole werden im aquatischen Milieu abgebaut. Daher, es sei denn, die Untersuchungen haben ergeben, daß dies nicht nötig ist, die Wasserproben innerhalb von zwei Tagen nach der Probenahme extrahieren. Wenn die Extraktion später als nach 2 Tagen vorgenommen wird, muß dies im Analysenbericht angegeben werden.

Wenn die Zeitspanne zwischen Probenahme und Extraktion einen Tag übersteigt, die Proben bei 4°C im Dunkeln aufbewahren.

Wenn mit der Anwesenheit von freien Halogenen gerechnet wird, einige Kristalle Natriumthiosulfat oder 0,1 ml einer 10%igen Lösung (siehe 6.12) je 125 ml Wasserprobe zufügen.

Abgesehen hiervon kein Konservierungsmittel zufügen.

9 Durchführung

9.1 Probenvorbereitung

In diesem Abschnitt werden zwei Verfahrensweisen angegeben:

- ein Verfahren mit einem Verteilungsschritt zwischen saurem und basischem Milieu für belastete Proben oder wenn eine Probenanreicherung notwendig ist (siehe 9.1.1);
- ein Verfahren zur direkten Acetylierung, das auf vergleichsweise unbelastete Proben angewendet wird (siehe 9.1.2).

Wenn nötig, kann das Probenvolumen vergrößert werden. Die Volumina der anderen Reagenzien (mit Ausnahme des internen Standards) müssen entsprechend angeglichen werden. Da über das Gesamtverfahren kalibriert wird, müssen die Mengen zur Herstellung der Bezugslösungen ebenfalls entsprechend angeglichen werden.

Eines der folgenden Verfahren anwenden:

9.1.1 Clean-up-/Anreicherungsverfahren

Den pH-Wert der Wasserprobe mit Phosphorsäure (siehe 6.9) auf einen pH-Wert von 4 einstellen. 200 ml Wasserprobe in einen 500-ml-Scheidetrichter (siehe 7.7.1) geben. 200 µl interne Standardlösung (siehe 6.32.1) zufügen. Mit 40 ml, noch einmal mit 40 ml und anschließend mit 20 ml Toluol (siehe 6.8) extrahieren. Nach jeder Toluolzugabe auf einer Schüttelmaschine (siehe 7.7.2) 10 min schütteln.

ANMERKUNG: Wenn sich während der Extraktion eine Emulsion bildet, ist es möglich, diese z. B. durch kräftiges Schütteln, Tiefgefrieren, Ultraschallbehandlung oder durch die Zugabe von Salzen zu brechen.

Den gesammelten Toluolextrakt dreimal mit 20 ml Kaliumcarbonat-Lösung (0,1 mol/l) (siehe 6.6) 3 min in einem 250-ml-Scheidetrichter schütteln. Die wäßrigen Phasen sammeln und nach 9.2.2 weiter verfahren.