

Wasserbeschaffenheit

Bestimmung von Epichlorhydrin

Deutsche Fassung EN 14207:2003

DIN**EN 14207**

ICS 13.060.50

Water quality — Determination of epichlorohydrin;
German version EN 14207:2003
Qualité de l'eau — Dosage de l'épichlorhydrine;
Version allemande EN 14207:2003

Die Europäische Norm EN 14207:2003 hat den Status einer Deutschen Norm.

Diese Norm ist Bestandteil der Reihe
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammunter-
suchung
Einzelkomponenten (Gruppe P)
und beschreibt das Verfahren
Bestimmung von Epichlorhydrin (P 9)

Nationales Vorwort

Die Europäische Norm EN 14207, 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.

Fortsetzung Seite 2
und 20 Seiten EN

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

Alle für die Abwasserverordnung (AbwV) — enthalten in der neuen Verordnung zu § 7a des Gesetzes zur Ordnung des Wasserhaushaltes (WHG) über „Anforderungen an das Einleiten von Abwasser in Gewässer und zur Anpassung des Abwasserabgabengesetzes“ — relevanten Einheitsverfahren sind zusammen mit der AbwV und dem WHG und allen noch fortgeltenden Abwasserverwaltungsvorschriften als Loseblattsammlung „Analysenverfahren in der Abwasserverordnung — Rechtsvorschriften und Normen“ mit dem Ergänzungsband 1 (DIN-Normen) und dem Ergänzungsband 2 (DIN-EN- und DIN-EN-ISO-Normen) herausgegeben worden.

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 Internationaler und Europäischer 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 48, oder der Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin, Postanschrift 10772, Auskunft.

Deutsche Fassung
Wasserbeschaffenheit
Bestimmung von Epichlorhydrin

Water quality – Determination of epichlorohydrin

Qualité de l'eau – Dosage de l'épichlorhydrine

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 17. Januar 2003 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 Management-Zentrum 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 Management-Zentrum 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, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, der Slowakei, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn und dem Vereinigten Königreich.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	4
3 Grundlage des Verfahrens	4
4 Störungen/Verluste	4
5 Reagenzien	4
6 Geräte	6
7 Probenahme	7
8 Durchführung	7
9 Kalibrierung	8
10 Berechnung der Ergebnisse	10
11 Angabe der Ergebnisse	10
12 Analysenbericht	10
13 Verfahrenskenndaten	10
Anhang A (informativ) Beispiele für Adsorbermaterial	12
Anhang B (informativ) Beispiel für empfohlene Kapillarsäulen	13
Anhang C (informativ) Beispiele für Chromatogramme und Spektren ...	14

Vorwort

Dieses Dokument (EN 14207:2003) 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 Oktober 2003, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2003 zurückgezogen werden.

Die Anhänge A, B und C sind informativ.

WARNUNG — Anwender dieser Norm sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese Norm gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

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, Malta, die Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, die Schweiz, die Slowakei, Spanien, die Tschechische Republik, Ungarn und das Vereinigte Königreich.

Einleitung

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

Bei Anwendung der Norm sollte im Einzelfall je nach Aufgabenstellung geprüft werden, ob und inwieweit die Festlegung zusätzlicher Randbedingungen notwendig ist.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Epichlorhydrin in Trinkwasser und Rohwasser für die Trinkwasseraufbereitung fest. Nach dem hier beschriebenen Verfahren beträgt die Bestimmungsgrenze etwa 0,5 µg/l¹⁾. Die Bestimmungsgrenze kann erniedrigt werden, sodass die Überwachung eines Werts von 0,1 µg/l möglich ist.

1) Dieser Wert wurde in einem Ringversuch geprüft.

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 Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

EN 25667-1, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung und Aufstellung von Probenahmeprogrammen (ISO 5667-1:1980)*.

EN 25667-2, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 2: Anleitung zur Probenahmetechnik (ISO 5667-2:1991)*.

EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Proben (ISO 5667-3:1994)*.

ISO 5667-5, *Water quality — Sampling — Part 5: Guidance on sampling of drinking water and water used for food and beverage processing*.

ISO 8466-1, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*.

3 Grundlage des Verfahrens

Epichlorhydrin wird mit einer Festphasenextraktion aus einer Trinkwasserprobe abgetrennt und gaschromatographisch mit massenspektrometrischer (MS) Detektion bestimmt. Alternativ kann ein Elektroneneinfangdetektor (ECD) eingesetzt werden.

4 Störungen/Verluste

4.1 Störungen während der Probenahme

Um Störungen zu vermeiden, die Probe nach Abschnitt 7 entnehmen und dabei die Informationen aus EN 25667-1, EN 25667-2 und EN ISO 5667-3 berücksichtigen.

Um Verluste an Epichlorhydrin, bedingt durch seine leichte Zersetzung, zu minimieren, unnötige Lagerung vermeiden und die Probe so bald als möglich nach der Probenahme untersuchen. Ist eine Aufbewahrung unumgänglich, die Probe bis zur Vorbereitung zwischen 2 °C und 5 °C lagern.

4.2 Störungen während der Anreicherung

Das im Handel erhältliche Sorbensmaterial ist häufig von unterschiedlicher Qualität. Von Charge zu Charge können beachtliche Schwankungen hinsichtlich Qualität und Selektivität auftreten. Die Kalibrierung und Analyse stets mit Material aus einer Charge durchführen. Sicherstellen, dass Verluste während der Abtrennung von restlichem Wasser aus dem Sorbensmaterial (8.1.2) vermieden werden.

4.3 Störungen während der Gaschromatographie und Massenspektrometrie

Die Geräte nach den Anweisungen des Herstellers in Betrieb nehmen. Die Einstellungen regelmäßig kontrollieren.

Allgemeine Störungen, die durch das Injektionssystem verursacht werden, können aufgrund der Laborerfahrung und den Bedienungsanweisungen vermieden werden.

Die Stabilität des Analysensystems sollte geprüft werden (z. B. durch Verwendung eines Messstandards).

5 Reagenzien

Reagenzien des Reinheitsgrades „zur Rückstandsanalyse“ oder gleichwertigen Reinheitsgrades verwenden. Verunreinigungen in den Reagenzien oder im Wasser, die zum Blindwert beitragen, müssen im Vergleich zur geringsten zu bestimmenden Konzentration vernachlässigbar sein. Den Blindwert regelmäßig prüfen, vor allem bei Verwendung einer neuen Charge.

5.1 Wasser

Doppeltdestilliertes Wasser oder Wasser vergleichbarer Reinheit verwenden.

5.2 Betriebsgase für die Gaschromatographie/Massenspektrometrie/ECD, entsprechend den Herstelleranweisungen. Die Betriebsgase müssen hochrein sein.

5.3 Stickstoff, hochrein, Volumenanteil mindestens 99,996 %, um Wasser von der Sorbenspackung nach der Probenextraktion zu entfernen.

5.4 Lösemittel

5.4.1 Diisopropylether, $C_6H_{14}O$.

5.4.2 Methanol, CH_3OH , als Konditionierungsmittel.

5.5 Reduktionsmittel, z. B. Natriumthiosulfat ($Na_2S_2O_3$).

5.6 Epichlorhydrin-Stammlösung

50 mg Epichlorhydrin (C_3H_5ClO) in einen 100-ml-Messkolben, der Diisopropylether (5.4.1) enthält, einwiegen und bis zur Marke mit Diisopropylether (5.4.1) auffüllen. Die Lösung im Kühlschrank zwischen 2 °C und 5 °C aufbewahren. Die Lösung ist nur begrenzt haltbar (etwa 6 Monate). Vor der Analyse die Konzentration prüfen, um sicherzustellen, dass keine signifikanten Unterschiede auftreten.

5.7 Interne Standard-Stammlösung

Der interne Standard darf in der Probe nicht enthalten sein.