

	Wasserbeschaffenheit Bestimmung ausgewählter Nitrophenole Verfahren mittels Festphasenanreicherung und Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion (ISO 17495:2001) Deutsche Fassung EN ISO 17495:2003	DIN EN ISO 17495
--	---	--

ICS 13.060.50

Water quality — Determination of selected nitrophenols —
Method by solid-phase extraction and gas chromatography with
mass spectrometric detection (ISO 17495:2001);
German version EN ISO 17495:2003

Qualité de l'eau — Dosage des nitrophénols sélectionnés — Méthode
par extraction en phase solide avec détection par chromatographie
en phase gazeuse et spectrométrie de masse (ISO 17495:2001);
Version allemande EN ISO 17495:2003

Diese Europäische Norm EN ISO 17495:2003 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

Bestimmung ausgewählter Nitrophenole — Verfahren mittels Festphasenanreicherung und Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion (F 23).

Fortsetzung Seite 2 und 3
und 24 Seiten EN

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

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 17495, die vom ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ (Sekretariat: Deutschland) erarbeitet wurde, wurde vom CEN aufgrund der Ergebnisse des Einstufigen Annahmeverfahrens (UAP) ohne Änderungen als Europäische Norm EN ISO 17495 übernommen.

Es wird darauf hingewiesen, dass es sich bei dem im Anhang C angegebenen Ringversuch um einen Vergleichsversuch handelt, da die für einen Ringversuchs nach DIN 38402–41 und DIN 38402–42 erforderliche Anzahl der Teilnehmer nicht zustande gekommen ist.

In 8.3., 4. Absatz muss es richtig heißen:

Massenspektren im Full-Scan-Modus für Massen zwischen 50 m/z und 360 m/z registrieren.

Begründung: Ausblendung des noch allgegenwärtigen CO_2 -Ions; aufhören erst bei 360 m/z , weil dann die zur Quantifizierung von 2,4,6-Tribromanisol herangezogenen Ionen 344 m/z und 346 m/z noch bestimmbar sind.

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.

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 „Analyseverfahren 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 Stoffkenngößen (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, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin), Auskunft.

Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5667-1	siehe DIN EN 25667-1
ISO 5667-2	siehe DIN EN 25667-2
ISO 5667-3	siehe DIN EN ISO 5667-3
ISO 8466-1	siehe DIN 38402-51

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 38402-51, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 51: Kalibrierung von Analysenverfahren, Auswertung von Analyseergebnissen und lineare Kalibrierfunktionen für die Bestimmung von Verfahrenskenngrößen (A 51)*.

DIN EN 25667-1, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Aufstellung von Probenahmeprogrammen (ISO 5667-1:1980); Deutsche Fassung EN 25667-1:1993*.

DIN EN 25667-2, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 2: Anleitung zur Probenahmetechnik (ISO 5667-2:1991); Deutsche Fassung EN 25667-2:1993*.

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Proben (ISO 5667-3:1994); Deutsche Fassung EN ISO 5667-3:1995*.

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung ausgewählter Nitrophenole -
Verfahren mittels Festphasenanreicherung und
Gaschromatographie mit massenspektrometrischer Detektion
(ISO 17495:2001)

Water quality - Determination of selected nitrophenols -
Method by solid-phase extraction and gas chromatography
with mass spectrometric detection (ISO 17495:2001)

Qualité de l'eau - Dosage des nitrophénols sélectionnés -
Méthode par extraction en phase solide avec détection par
chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de
masse (ISO 17495:2001)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 9. 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

Vorwort

Der Text von ISO 17495:2001 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ der International Organization for Standardization (ISO) erarbeitet und als EN ISO 17495:2003 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, 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 September 2003 (DOP), und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 2003 (DOW) 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, Malta, die Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, die Schweiz, die Slowakei, Spanien, die Tschechische Republik, Ungarn und das Vereinigte Königreich.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 17495:2001 wurde vom CEN als EN ISO 17495:2003 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

ANMERKUNG Die normativen Verweisungen auf Internationale Normen sind im Anhang ZA (normativ) aufgeführt.

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
Einleitung	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Grundlage des Verfahrens	4
4 Störungen	5
5 Reagenzien	5
6 Geräte	8
7 Probenahme	9
8 Durchführung	9
9 Kalibrierung	12
10 Auswertung	16
11 Angabe der Ergebnisse	17
12 Analysenbericht	18
Anhang A (informativ) Beispiele geeigneter Kapillarsäulen	19
Anhang B (informativ) Beispiele geeigneter Sorbentien für eine Festphasenanreicherung von Nitrophenolen	20
Anhang C (informativ) Verfahrenskenndaten	21
Anhang D (informativ) Beispiele typischer SIM-Chromatogramme	22
Literaturhinweise	23
Anhang ZA (normativ) Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen	24

Einleitung

Für die Bestimmung von Nitrophenolen in Wasser können verschiedene Verfahren angewendet werden. Diese Internationale Norm beschreibt die Bestimmung mittels Gaschromatographie/Massenspektrometrie nach Festphasenanreicherung und Derivatisierung mit Diazomethan. Bei Anwendung der Norm sollte im Einzelfall je nach Aufgabenstellung geprüft werden, ob und inwieweit die Festlegung zusätzlicher Randbedingungen notwendig ist.

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.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung ausgewählter Nitrophenole (siehe Tabelle 1) in Trink-, Grund- und Oberflächenwasser in Massenkonzentrationen $> 0,5 \mu\text{g/l}^{1)}$ fest.

Tabelle 1 — Nach diesem Verfahren bestimmbare Phenole

	CAS-Nr		CAS-Nr
2-Nitrophenol	88-75-5	2,4-Dinitrophenol	51-28-5
3-Nitrophenol	554-84-7	2,5-Dinitrophenol	329-71-5
4-Nitrophenol	100-02-7	2,6-Dinitrophenol	573-56-8
4-Methyl-2-nitrophenol	119-33-5	2,4-Dinitro-6-methylphenol	534-52-1
3-Methyl-4-nitrophenol	2581-34-2	2,6-dimethyl-4-nitrophenol	2423-71-4
5-Methyl-2-nitrophenol	700-38-9	2,4-Dichlor-6-nitrophenol	609-89-2
3-Methyl-2-nitrophenol	4920-77-8	2,6-Dichlor-4-nitrophenol	618-80-4
CAS = Chemical Abstracts System			

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil dieser Internationalen Norm sind. Bei datierten Verweisungen gelten spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikation nicht. Anwender dieser Internationalen Norm werden jedoch gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, die jeweils neuesten Ausgaben der nachfolgend angegebenen normativen Dokumente anzuwenden. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen normativen Dokuments. Mitglieder von ISO und IEC führen Verzeichnisse der gültigen Internationalen Normen.

ISO 5667-1:1980, *Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes*.

ISO 5667-2:1991, *Water quality — Sampling — Part 2: Guidance on sampling techniques*.

ISO 5667-3:1994, *Water quality — Sampling — Part 3: Guidance on the preservation and handling of samples*.

ISO 8466-1:1990, *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

Die Nitrophenole werden aus der angesäuerten Probe an einer Festphase angereichert, mit Lösemittel eluiert, mit Diazomethan derivatisiert und nach gaschromatographischer Auftrennung mit einem massenspektrometrischen Detektor quantitativ bestimmt.

Es ist unbedingt erforderlich, dass die Untersuchungen nach dieser Norm von ausreichend qualifiziertem Personal durchgeführt werden.

1) Siehe Ergebnisse der Laboratoriumsvergleichuntersuchung im Anhang C.

4 Störungen

4.1 Störungen bei der Anreicherung

Um Verluste zu vermeiden, die Probe so bald wie möglich nach der Probenahme analysieren. Wenn eine Lagerung unumgänglich ist, die Proben bei 4 °C bis zur Probenaufbereitung lagern.

Die im Handel erhältlichen Festphasen sind von unterschiedlicher Beschaffenheit. Von Charge zu Charge können beträchtliche Schwankungen in der Qualität und Selektivität der Materialien auftreten.

Die Wiederfindung kann mit der Konzentration variieren und muss deshalb regelmäßig bei verschiedenen Konzentrationen geprüft werden. Kalibrierung und Analyse müssen mit Material aus einer Charge durchgeführt werden.

Schwebstoffe in der Wasserprobe (z. B. Eisenhydroxid, Calciumcarbonat), die während der Probenahme, der Lagerung und Vorbereitung auftreten, sowie erhöhte Mikroorganismenkonzentrationen können die Packung verstopfen. In diesem Fall darf die Wasserprobe vor der Anreicherung durch ein Glasfaserfilter filtriert werden. Der Filtrationsschritt muss im Analysenbericht angegeben werden.

Mögliche Verluste, die aufgrund von Erhitzen und Einengen des Eluats auftreten, können durch Zugabe eines Keepers (z. B. Isooctan) reduziert werden.

4.2 Störungen im Gaschromatographen

Die Betriebsbedingungen müssen nach den Anweisungen des Geräteherstellers eingestellt werden. Diese Einstellungen müssen regelmäßig geprüft werden.

Allgemeine Störungen, die durch das Injektionssystem oder durch unzureichende Trennung begründet sind, können aufgrund spezieller Laborerfahrung und unter Zuhilfenahme der zum Gerät gehörenden Betriebsanleitung beseitigt werden.

Überschüssiges Diazomethan kann wegen seiner hohen Reaktivität das Gerätesystem stören oder beschädigen. Daher sollte dafür gesorgt werden, dass Diazomethan so weit als möglich beseitigt wird, z. B. durch Einengen.

Die Verwendung von Alkohol sollte vermieden werden, da hierdurch die Desaktivierungsschicht (Polysiloxan) des Glasliners zerstört werden kann; dies kann zu Adsorptionen und Überladung des Detektors führen. In diesem Fall ist die Quantifizierung der Analyten und die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse dann nicht mehr gegeben.

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

5 Reagenzien

Reagenzien „zur Rückstandsanalyse“ müssen verwendet werden. Unreinheiten der Reagenzien und des Wassers, die zur Erhöhung des Blindwerts beitragen, müssen vernachlässigbar klein sein. Die Blindwerte müssen vor dem Einsatz der Reagenzien geprüft werden, vor allem beim Einsatz einer neuen Charge.

5.1 Wasser, bidestilliert oder von vergleichbarer Reinheit.

5.2 Betriebsgase zur Gaschromatographie und Massenspektrometrie, nach den Angaben des Geräteherstellers.

Die Betriebsgase müssen von hoher Reinheit sein.