

DIN EN ISO 18857-1

ICS 13.060.50

**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung ausgewählter Alkylphenole –
Teil 1: Verfahren für nichtfiltrierte Proben mittels
Flüssig-Flüssig-Extraktion und Gaschromatographie mit
massenselektiver Detektion (ISO 18857-1:2005);
Deutsche Fassung EN ISO 18857-1:2006**

Water quality –

Determination of selected alkylphenols –

Part 1: Method for non-filtered samples using liquid-liquid extraction and gas chromatography with mass selective detection (ISO 18857-1:2005);

German version EN ISO 18857-1:2006

Qualité de l'eau –

Dosage d'alkylphénols sélectionnés –

Partie 1: Méthode pour échantillons non filtrés par extraction en phase liquide-liquide et chromatographie en phase gazeuse avec détection sélective de masse (ISO 18857-1:2005);

Version allemande EN ISO 18857-1:2006

Gesamtumfang 30 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Diese Norm ist Bestandteil der Reihe

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und
Schlammuntersuchung —
Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F)

und beschreibt das Verfahren

Bestimmung ausgewählter Alkylphenole — Teil 1: Verfahren für nicht-
filtrierte Proben mittels Flüssig-Flüssig-Extraktion und Gaschromatogra-
phie mit massenselektiver Detektion (F 31).

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (DIN EN ISO 18857-1:2006) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der NA 119-01-03-02-02 AK „Phenole mit GC“ des NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

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 bei der Beuth Verlag GmbH einzeln oder zusammengefasst erhältlich. Außerdem werden die genormten Einheitsverfahren in der Loseblattsammlung „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ gemeinsam von der 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), Ergänzungsband 2 (DIN-EN- und DIN-EN-ISO-Normen) und dem Ergänzungsband 3 (DIN-, 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.

In der Reihe ISO 18857 existieren folgende Teile, unter dem Haupttitel „*Water quality — Determination of selected alkylphenols*“:

- *Part 1: Method for non-filtered samples using liquid-liquid extraction and gas chromatography with mass selective detection*
- *Part 2: Determination of alkylphenols, alkylphenol ethoxylates and bisphenol A — Method for non-filtered samples using solid-phase extraction and gas chromatography with mass selective detection after derivatisation*

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Telefon 030 2601-2448, oder die Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin, Postanschrift 10772, Auskunft.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
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) — Kalibrierung von Analyseverfahren, 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*

DIN EN 25667-2, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 2: Richtlinien zu Probenahmetechniken*

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Wasserproben*

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

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit — Bestimmung ausgewählter
Alkylphenole — Teil 1: Verfahren für nichtfiltrierte Proben mittels
Flüssig-Flüssig-Extraktion und Gaschromatographie mit
massenselektiver Detektion (ISO 18857-1:2005)

Water quality — Determination of selected alkylphenols —
Part 1: Method for non-filtered samples using liquid-liquid
extraction and gas chromatography with mass selective
detection (ISO 18857-1:2005)

Qualité de l'eau — Dosage d'alkylphénols sélectionnés —
Partie 1: Méthode pour échantillons non filtrés par
extraction en phase liquide-liquide et chromatographie en
phase gazeuse avec détection sélective de masse
(ISO 18857-1:2005)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 3. August 2006 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, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Grundlage des Verfahrens	4
4 Störungen	5
5 Reagenzien	5
6 Geräte	6
7 Probenahme und Probenvorbehandlung	7
8 Durchführung	8
9 Kalibrierung	10
10 Berechnung	15
11 Angabe der Ergebnisse	16
12 Analysenbericht	16
Anhang A (informativ) Geeignete Kapillarsäulen	17
Anhang B (informativ) Chromatogrammbeispiele	18
Anhang C (informativ) Wiederfindungsversuche — 4-Nonylphenol (Isomerengemisch)	21
Anhang D (informativ) Beispiel für einen Separator	22
Anhang E (informativ) Verfahrenskenndaten	23
Literaturhinweise	26

Vorwort

Der Text von ISO 18857-1:2005 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 18857-1:2006 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasserbeschaffenheit“ 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 Februar 2007, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2007 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 18857-1:2005 wurde vom CEN als EN ISO 18857-1:2006 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

WARNUNG — Anwender dieser Internationalen Norm sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese Internationale 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.

WICHTIG — Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach diesem Teil der ISO 18857 Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 18857 legt ein Verfahren zur Bestimmung von 4-Nonylphenol (Isomerengemisch) und 4-(1,1,3,3-Tetramethylbutyl)phenol in unfiltrierten Trinkwasser-, Grundwasser- und Oberflächenwasserproben fest. Das Verfahren ist im Konzentrationsbereich von 0,005 µg/l bis 0,2 µg/l für 4-(1,1,3,3-Tetramethylbutyl)phenol und von 0,02 µg/l bis 0,2 µg/l für 4-Nonylphenol (Isomerengemisch) anwendbar. In Abhängigkeit von der Matrix kann das Verfahren auch zur Untersuchung von Abwasser im Konzentrationsbereich von 0,1 µg/l bis 50 µg/l angewandt werden. Höhere Konzentrationen können nach entsprechender Verdünnung der Probe bestimmt werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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).

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

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

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

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

3 Grundlage des Verfahrens

4-(1,1,3,3-Tetramethylbutyl)phenol und 4-Nonylphenol (Isomerengemisch) werden mit Toluol aus der angesäuerten Wasserprobe extrahiert. Falls notwendig, wird der Extrakt vor der gaschromatographischen Trennung mit Kapillarsäulen über Silicagel gereinigt. Die Alkylphenole werden mittels Massenspektrometrie identifiziert und unter Verwendung eines internen Standards über das Gesamtverfahren quantifiziert. Der Responsefaktor für 4-(1,1,3,3-Tetramethylbutyl)phenol und für das technische Isomerengemisch von 4-Nonylphenol wird täglich bestimmt.

4 Störungen

Ausmaß und Signifikanz der Störungen hängen von der Probe ab.

Es gibt zahlreiche Quellen für eine Kontamination der Probe, darunter die Kontamination der Reagenzien während der Lagerung, Kontamination durch Wiederverwendung der Geräte während einer aufeinander folgenden Extraktion von Proben und Standards und Kontamination aus Flaschen- oder Probenfläschchendichtung sowie aus GC-Septen. Organische Polymere können Alkylphenole abgeben und daher erhöhte Werte liefern. Direkten Kontakt mit Kunststoff vermeiden, da dieser Alkylphenole enthalten kann, die die Proben kontaminieren können.

5 Reagenzien

Reagenzien mit vernachlässigbar niedrigen Konzentrationen der Zielverbindungen verwenden und dies durch Blindwertbestimmungen kontrollieren.

5.1 Wasser der Qualität 1 nach ISO 3696.

5.2 Säure, z. B. Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 37 \%$ oder Schwefelsäure, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$.

5.3 Silicagel, mittlere Porenweite 6 nm (60 Å), Korngröße 0,063 mm bis 0,2 mm (230 mesh bis 70 mesh).

Etwa 100 g Silicagel zur Reinigung in einem Quarzglas-Becher (6.5) im Muffelofen (6.6) mindestens 10 h auf $(550 \pm 20)^\circ\text{C}$ erhitzen. Das Silicagel auf etwa 100°C abkühlen lassen, in eine Weithals-Glasflasche überführen und in einem Exsikkator auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Wasser (5.1) bis zu einer Konzentration von etwa 3 % Massenanteil hinzufügen. Auf einer Schüttelvorrichtung 2 h homogenisieren. Fest verschlossen aufbewahren.

5.4 Hexan, C_6H_{14} .

5.5 Toluol, C_7H_8 .

Andere Extraktionsmittel können eingesetzt werden, vorausgesetzt, sie liefern gleichwertige Wiederfindungsraten (siehe Anhang C).

5.6 Natriumsulfat, Na_2SO_4 , wasserfrei, pulverisiert.

5.7 Aceton, $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$.

5.8 4-*n*-Nonylphenol(Ring- $^{13}\text{C}_6$)-Lösung, $\text{C}_9\text{H}_{19}\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$, 1 ng/ μl (als interner Standard).

10 mg 4-*n*-Nonylphenol(Ring- $^{13}\text{C}_6$) in einem 100-ml-Messkolben vorlegen und mit Aceton (5.7) bis zur Marke auffüllen. Diese Lösung mit Aceton (5.7) im Verhältnis 1:100 verdünnen.