

DIN EN ISO 23631

ICS 13.060.50

Ersatz für
DIN 38407-25:2002-02

**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung von Dalapon, Trichloressigsäure und ausgewählten
Halogenessigsäuren –
Verfahren mittels Gaschromatographie (GC-ECD und/oder
GC-MS-Detektion) nach Flüssig-Flüssig-Extraktion und Derivatisierung
(ISO 23631:2006);
Deutsche Fassung EN ISO 23631:2006**

Water quality –

Determination of dalapon, trichloroacetic acid and selected haloacetic acids –
Method using gas chromatography (GC-ECD and/or GC-MS detection) after liquid-liquid
extraction and derivatization (ISO 23631:2006);
German version EN ISO 23631:2006

Qualité de l'eau –

Dosage du dalapon, de l'acide trichloroacétique et d'acides haloacétiques sélectionnés –
Méthode par chromatographie en phase gazeuse (détection CG-DCE et/ou CG-SM) après
extraction liquide-liquide et dérivatisation (ISO 23631:2006);
Version allemande EN ISO 23631:2006

Gesamtumfang 48 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 von Dalapon, Trichloressigsäure und ausgewählten Halogenessigsäuren - Verfahren mittels Gaschromatographie (GC-ECD und/oder GC-MS-Detektion) nach Flüssig-Flüssig-Extraktion und Derivatisierung (F 25).

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (DIN EN ISO 23631:2006) 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 AA „Wasseruntersuchung“ des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN.

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 Loseblatt-Sammlung „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 „Analysenverfahren 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 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 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 (030) 26 01 – 24 48, oder die Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin), Auskunft.

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 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
ISO 8466-2	siehe DIN ISO 8466-2

Änderungen

Gegenüber DIN 38407-25:2002-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Änderung der Norm-Nummer;
- b) Änderungen hinsichtlich Aufbau, Durchführung und Auswertung des Analysenverfahrens;
- c) die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 38407-25: 2002-02

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN EN 25667-2, *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; Identisch mit ISO 3696:1987*

DIN ISO 8466-2, *Wasserbeschaffenheit — Kalibrierung und Auswertung analytischer Verfahren und Beurteilung von Verfahrenskennndaten — Teil 2: Kalibrierstrategie für nichtlineare Kalibrierfunktionen zweiten Grades*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Dalapon,
Trichloressigsäure und ausgewählten Halogenessigsäuren -
Verfahren mittels Gaschromatographie (GC-ECD und/oder GC-
MS-Detektion) nach Flüssig-Flüssig-Extraktion und
Derivatisierung (ISO 23631:2006)

Water quality - Determination of dalapon, trichloroacetic acid and selected haloacetic acids - Method using gas chromatography (GC-ECD and/or GC-MS detection) after liquid-liquid extraction and derivatization (ISO 23631:2006)

Qualité de l'eau - Dosage du dalapon, de l'acide trichloroacétique et d'acides haloacétiques sélectionnés - Méthode par chromatographie en phase gazeuse (détection CG-DCE et/ou CG-SM) après extraction liquide-liquide et dérivatisation (ISO 23631:2006)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 16. Januar 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
Einleitung	9
1 Anwendungsbereich	11
2 Normative Verweisungen	11
3 Grundlage des Verfahrens	12
4 Störungen	12
5 Reagenzien	13
6 Geräte	17
7 Probenahme und Probenaufarbeitung	19
8 Durchführung	19
9 Kalibrierung	24
10 Auswertung	29
11 Angabe der Ergebnisse	30
12 Analysenbericht	32
Anhang A (informativ) Beispiele für Gaschromatogramme	33
Anhang B (informativ) Massenspektren von methyliertem Dalapon und Halogenessigsäuren	39
Anhang C (informativ) Verfahrenskennndaten	46
Literaturhinweise	48

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 23631:2006) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ in Zusammenarbeit mit dem 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 August 2006, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis August 2006 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

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 23631:2006 wurde vom CEN als EN ISO 23631:2006 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und in welchem Umfang die Festlegung zusätzlicher Randbedingungen notwendig ist.

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.

Diazomethan ist explosiv, sehr giftig, stark reizend und verursacht beim Einatmen in hohen Konzentrationen Lungenödeme. Einatmen niedriger Konzentrationen über eine längere Zeit kann zur Sensibilisierung mit asthmaähnlichen Symptomen führen. Darüber hinaus sind sowohl Diazomethan als auch verschiedene seiner Ausgangsverbindungen karzinogen.

WICHTIG — Es ist unbedingt erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Internationalen Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Dalapon, Trichloressigsäure (TCA) und ausgewählten Halogenessigsäuren (siehe Tabelle 1) mittels Gaschromatographie (GC-ECD und/oder GC-MS-Detektion) in Grund- und Trinkwasser nach Flüssig-Flüssig-Extraktion und Derivatisierung mit Diazomethan fest. In Abhängigkeit von der Matrix kann für das Verfahren von einem Arbeitsbereich zwischen 0,5 µg/l und 10 µg/l ausgegangen werden. Für TCA und Dalapon können niedrigere Konzentrationen bis herab zu 0,05 µg/l bestimmt werden (siehe Tabelle C.1). Die Detektion mittels Elektroneneinfangdetektor (ECD) ermöglicht im Allgemeinen niedrigere Bestimmungsgrenzen; die Detektion mittels Massenspektrometrie (MS) führt zu einer spezifischen Identifizierung.

Die Anwendbarkeit des Verfahrens auf weitere, in Tabelle 1 nicht genannte Verbindungen oder andere Wässer ist nicht ausgeschlossen; sie muss jedoch im Einzelfall geprüft werden.

Tabelle 1 — Halogencarbonsäuren, deren Bestimmung nach diesem Verfahren erprobt wurde

Name	Summenformel	Molare Masse g/mol	CAS-Nr
Bromchloressigsäure	$C_2H_2BrClO_2$	173,4	5589-96-8
Dalapon ^a	$C_3H_4Cl_2O_2$	143,0	75-99-0
Dibromessigsäure	$C_2H_2Br_2O_2$	217,8	631-64-1
Dichloressigsäure	$C_2H_2Cl_2O_2$	128,9	79-43-6
Monobromessigsäure	$C_2H_3BrO_2$	138,9	79-08-3
Monochloressigsäure	$C_2H_3ClO_2$	94,5	79-11-8
Trichloressigsäure (TCA)	$C_2HCl_3O_2$	163,4	76-03-9
^a 2,2-Dichlorpropionsäure			

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 3696:1987, *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

Nach dem Ansäuern der Wasserprobe werden Dalapon, Trichloressigsäure (TCA) und andere Halogenessigsäuren mittels Flüssig-Flüssig-Extraktion mit Methyl-tert.-butylether (MTBE) aus der Wasserprobe extrahiert. Die extrahierten Stoffe werden durch Einengen des Probenextrakts konzentriert.

Die Analyten werden mit Diazomethan methyliert. Nach gaschromatographischer Trennung werden die methylierten Analyten mit einem Elektroneneinfangdetektor (GC-ECD) und/oder einem massenspektrometrischen Detektor (GC-MS) identifiziert und quantitativ bestimmt.

4 Störungen

4.1 Störungen bei der Extraktion

Die Phasentrennung kann durch Schwebstoffe gestört werden. Daher Schwebstoffe in der Wasserprobe vor der Anreicherung über einen Glasfaserfilter abfiltrieren (6.15).

4.2 Störungen bei der Gaschromatographie und Massenspektrometrie

Zur Beseitigung von Störungen, die zum Beispiel durch das Injektionssystem oder durch unzureichende Trennung hervorgerufen werden, Fachleute einschalten und die Herstellerinformationen in den Gerätehandbüchern beachten. Die Leistungsfähigkeit und Stabilität des chromatographischen und spektrometrischen Analysensystems regelmäßig durch Verwendung eines Messstandards prüfen.

Erhebliche Störungen können durch den Einsatz unzureichend gereinigter Lösemittel (5.6) und unzureichend gereinigtem Natriumchlorid (5.10)

verursacht werden. Störungen des ECD-Chromatogramms können auch durch Derivatisierungsreagenzien hervorgerufen werden. Auf die Einhaltung der Temperatur bei der Herstellung von Diazomethan (5.19) muss sorgfältig geachtet werden.

5 Reagenzien

Lösemittel und Reagenzien ausreichender Reinheit verwenden, die im Vergleich zur Konzentration der zu bestimmenden Stoffe vernachlässigbar geringe Verunreinigungen enthalten. Als Reagenzien, soweit erhältlich, solche des Reinheitsgrades „zur Rückstandsanalyse“ oder besser verwenden, um geringe Blindwerte zu erhalten. Der Blindwert muss regelmäßig und vor allem bei Verwendung einer neuen Charge geprüft werden.

5.1 Wasser, Qualität 1 nach ISO 3696:1987 oder äquivalent.

5.2 Betriebsgase hoher Reinheit, **für die Gaschromatographie und Massenspektrometrie** nach den Angaben des Geräteherstellers.

5.3 Stickstoff, hochrein, Volumenkonzentration mindestens 99,996 %, z. B. zum Einengen der Extrakte.

5.4 Diethylether, $C_4H_{10}O$.

ANMERKUNG Ein etwaiger Zusatz zur Stabilisierung kann Störungen verursachen.

5.5 Ethanol, C_2H_5OH .

5.6 Lösemittel, z. B. Ethylacetat, $C_4H_8O_2$; Aceton, C_3H_6O .

5.7 Methyl-tert.-butylether (MTBE), $C_5H_{12}O$.

5.8 Benzoesäure, gelöst in Ethanol, $c(C_7H_6O_2) = 0,2 \text{ mol/l}$.

5.9 N-Methyl-N-nitroso-4-toluolsulfonamid, $C_8H_{10}N_2O_3S$.

5.10 Natriumchlorid, NaCl (z. B. 4 h auf 550 °C erhitzt).

5.11 Kaliumhydroxid-Lösung, $w(KOH) = 60 \%$.

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

5.13 Natriumthiosulfat-pentahydrat, $Na_2S_2O_3 \cdot 5 H_2O$.

5.14 Phenolphthalein, $C_{20}H_{14}O_4$.

5.15 Essigsäure, $w(\text{CH}_3\text{COOH}) = 10 \%$.

5.16 Mineralsäure, z. B. Salzsäure, $w(\text{HCl}) = 25 \%$.

5.17 Methylierte Referenzsubstanzen

Referenzsubstanzen (methylierte Derivate der Stoffe nach Tabelle 1) mit definierter Konzentration zur Herstellung von Bezugslösungen für den gaschromatographischen Bestimmungsschritt (9.2).

5.17.1 Stammlösungen der methylierten Referenzsubstanzen

Z. B. je 50 mg einer methylierten Referenzsubstanz in einem 100-ml-Messkolben vorlegen, in MTBE (5.7) lösen und mit MTBE (5.7) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösungen bei -18 °C lichtgeschützt aufbewahren; sie sind etwa ein Jahr haltbar; ihre Konzentrationen regelmäßig prüfen.

5.17.2 Multikomponenten-Stammlösungen der methylierten Referenzsubstanzen

Z. B. je 2 ml einer Stammlösung der methylierten Referenzsubstanzen (5.17.1) in einem 100-ml-Messkolben vorlegen und mit MTBE (5.7) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösungen bei -18 °C lichtgeschützt aufbewahren; sie sind etwa ein Jahr haltbar; ihre Konzentrationen regelmäßig prüfen.

5.17.3 Bezugslösungen der methylierten Referenzsubstanzen

Die Bezugslösungen für die Mehrpunktkalibrierung (zur Injektion in den Gaschromatographen) durch entsprechende Verdünnung der Multikomponenten-Stammlösungen (5.17.2) mit MTBE (5.7) herstellen.

Die Bezugslösungen bei höchstens $+10\text{ °C}$ oder niedriger (z. B. im Kühlschrank) lichtgeschützt aufbewahren; sie sind etwa sechs Monate haltbar; ihre Konzentrationen regelmäßig prüfen.

5.18 Nicht-methylierte Referenzsubstanzen

5.18.1 Allgemeines

Referenzsubstanzen (nach Tabelle 1) mit definiertem Gehalt zur Herstellung von Bezugslösungen, die für das Spiken von Wasserproben benötigt werden.

Dies ist für die Ermittlung der Wiederfindungen (Summe aus Extraktions- und Derivatisierungsausbeute) (9.5) sowie für die Kalibrierung über das Gesamtverfahren (9.3 und 9.4) notwendig.

5.18.2 Stammlösungen der nicht-methylierten Referenzsubstanzen

Z. B. je 50 mg einer nicht-methylierten Referenzsubstanz in einem 100-ml-Messkolben vorlegen, in MTBE (5.7) lösen und bis zur Marke auffüllen.

Die Lösungen bei $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ lichtgeschützt aufbewahren; sie sind etwa ein Jahr haltbar; ihre Konzentrationen regelmäßig prüfen.

5.18.3 Multikomponenten-Stammlösungen der nicht-methylierten Referenzsubstanzen

Z. B. je 2 ml einer Stammlösung der nicht-methylierten Referenzsubstanzen (5.18.2) in einem 100-ml-Messkolben vorlegen und mit MTBE (5.7) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösungen bei $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ lichtgeschützt aufbewahren; sie sind etwa ein Jahr haltbar; ihre Konzentrationen regelmäßig prüfen.

5.18.4 Bezugslösungen der nicht-methylierten Referenzsubstanzen

Die Lösungen für die Mehrpunktkalibrierung des Gesamtverfahrens durch entsprechende Verdünnung der Multikomponenten-Stammlösung (5.18.3) mit MTBE (5.7) herstellen. Lösungen zum Spiken von Wasserproben verwenden.

Die Bezugslösungen bei höchstens $+10\text{ }^{\circ}\text{C}$ oder niedriger (z. B. im Kühlschrank) lichtgeschützt aufbewahren; sie sind etwa sechs Monate haltbar; ihre Konzentrationen regelmäßig prüfen.

5.19 Diazomethan-Lösung (Derivatisierungsreagenz)

WARNUNG — *N*-Methyl-*N*-nitroso-4-toluolsulfonamid reizt die Haut; Hautkontakt unbedingt vermeiden.

Diazomethan z. B. in einer Destillationsapparatur nach Bild 1 herstellen. Die Warnung im Vermerk „Warnung“ in der Einleitung ist zu beachten.

Aus Sicherheitsgründen sollten der Apparatur zwei Waschflaschen nachgeschaltet werden. Die erste Waschflasche bleibt leer und dient als Sicherung gegen zurückschlagende Flüssigkeit, die zweite Waschflasche enthält Essigsäure (5.15).