

	Wasserbeschaffenheit Bestimmung des Kohlenwasserstoff-Index Teil 2: Verfahren nach Lösemittelextraktion und Gaschromatographie (ISO 9377-2:2000) Deutsche Fassung EN ISO 9377-2:2000	DIN EN ISO 9377-2
--	--	---

ICS 13.060.50

Water quality — Determination of hydrocarbon oil index — Part 2: Method using solvent extraction and gas chromatography (ISO 9377-2:2000); German version EN ISO 9377-2:2000

Qualité de l'eau — Détermination de l'indice hydrocarbure — Partie 2: Méthode par extraction au solvant et chromatographie en phase gazeuse (ISO 9377-2:2000); Version allemande EN ISO 9377-2:2000

Die Europäische Norm EN ISO 9377-2:2000 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Diese Norm ist Bestandteil der Reihe

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)

und beschreibt das Verfahren

Bestimmung des Kohlenwasserstoff-Index — Teil 2: Verfahren nach Lösemittelextraktion und Gaschromatographie (H 53)

Die Internationale Norm ISO 9377-2, die vom ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ (Sekretariat: DIN) erarbeitet wurde, wurde vom CEN auf Grund der Ergebnisse der auf der Basis der Wiener Vereinbarung durchgeführten Parallelumfrage und der formellen Abstimmung ohne Änderungen als Europäische Norm EN ISO 9377-2 übernommen.

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

Fortsetzung Seite 2
und 22 Seiten EN

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im
DIN Deutsches Institut für Normung e. V.
Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

ren sind zusammen mit der AbwV und WHG und allen noch fortgeltenden Abwasserverwaltungsvorschriften als Loseblattsammlung 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 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 01–25 49, oder der Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin; Postanschrift 10772 Berlin, Auskunft.

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

ISO 5667-3 siehe DIN EN ISO 5667-3

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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.*

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit

Bestimmung des Kohlenwasserstoff-Index

Teil 2: Verfahren nach Lösemittelextraktion und Gaschromatographie

(ISO 9377-2:2000)

Water quality — Determination of hydrocarbon oil index — Part 2: Method using solvent extraction and gas chromatography (ISO 9377-2:2000)

Qualité de l'eau — Détermination de l'indice hydrocarbure — Partie 2: Méthode par extraction au solvant et chromatographie en phase gazeuse (ISO 9377-2:2000)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 2000-10-04 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, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik 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	2
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Begriffe	4
4 Störungen	4
5 Grundlage des Verfahrens	4
6 Reagenzien	4
7 Geräte	7
8 Probenahme und Probenkonservierung	8
9 Durchführung	9
10 Analysenbericht	14
11 Präzision	14
Anhang A (informativ) Beispiel für eine Säule und einen Mikro- separator	16
Anhang B (informativ) Beispiele für Gaschromatogramme von Mineralölen und Wasserproben	18
Anhang C (informativ) Bestimmung des Siedebereichs eines Mineralöls aus dem Gaschromatogramm	21
Literaturhinweise	22
Anhang ZA (normativ) Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden euro- päischen Publikationen	22

Vorwort

Der Text der Internationalen Norm ISO 9377-2:2000 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem 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 April 2001 und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 2001 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.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm ISO 9377-2:2000 wurde von CEN ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

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

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der ISO 9377 legt ein Verfahren zur Bestimmung des Kohlenwasserstoff-Index in Wasser mittels Gaschromatographie fest. Das Verfahren ist für Trink- und Oberflächenwasser, Kläranlagenabläufe sowie Abwässer geeignet und erlaubt die Bestimmung des Kohlenwasserstoff-Index in Konzentrationen oberhalb 0,1 mg/l.

Das Verfahren ist nicht geeignet für die quantitative Bestimmung von flüchtigen Mineralölbestandteilen. Auf der Basis einer Peakmustererkennung kann eine qualitative Information zur Zusammensetzung der Mineralölbelastung erhalten werden.

ANMERKUNG 1 Zur Bestimmung von Mineralöl in Böden und Sediment siehe ISO/TR 11046.

ANMERKUNG 2 Die Massenkonzentration an tierischen und pflanzlichen Fetten in der Wasserprobe sollte 150 mg/l nicht überschreiten, da bei höheren Werten die Adsorptionskapazität des Florisils überschritten wird.

ANMERKUNG 3 Bei stark belasteten Abwässern, insbesondere bei hohen Tensidgehalten ist mit Minderbefunden zu rechnen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch die Verweisung in diesem Text Bestandteil dieses Teils von ISO 9377 sind. Bei datierten Verweisungen gelten spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nicht. Anwender dieses Teils von ISO 9377 werden jedoch gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, die jeweils neuesten Ausgaben der nachstehend angegebenen normativen Dokumente anzuwenden. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen normativen Dokuments. Mitglieder von IEC und ISO führen Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

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 Begriffe

Für die Anwendung dieses Teils von ISO 9377 gilt die folgende Definition:

3.1

Kohlenwasserstoff-Index nach GC-FID

die Summe der Konzentrationen der mit einem Kohlenwasserstoff-Lösemittel, Siedepunkt zwischen 36 °C und 69 °C, extrahierbaren Stoffe, die an Florisil¹⁾ nicht adsorbieren und die mit Retentionszeiten zwischen denen von *n*-Decan ($C_{10}H_{24}$) und *n*-Tetracontan ($C_{40}H_{82}$) chromatographisch bestimmt werden können

ANMERKUNG Verbindungen, für die diese Definition zutrifft, sind langkettige oder verzweigte alicyclische oder aromatische Kohlenwasserstoffe.

4 Störungen

Verbindungen geringer Polarität (z. B. halogenierte Kohlenwasserstoffe) und hohe Konzentrationen polarer Stoffe können die Bestimmung stören.

Oberflächenaktive Stoffe können den Extraktionsschritt stören.

5 Grundlage des Verfahrens

Die Wasserprobe wird mit einem Extraktionsmittel extrahiert, und die polaren Substanzen werden in einem clean-up-Schritt über Florisil entfernt. Ein Aliquot der gereinigten Teilprobe wird durch Kapillargaschromatographie über eine unpolare Säule und Detektion mit Flammenionisation (FID) analysiert. Die Gesamtpeakfläche zwischen den Standards *n*-Decan und *n*-Tetracontan wird gemessen. Die Konzentration an Mineralöl wird mit Hilfe eines externen Standards, bestehend aus zwei spezifizierten Mineralölen bestimmt und als Kohlenwasserstoff-Index berechnet.

Es ist unbedingt erforderlich, bei den Untersuchungen nach diesem Teil der ISO 9377 Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

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

6 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen vom Reinheitsgrad „zur Analyse“ und für diese Untersuchung geeignet sein. Die Eignung der Reagenzien und der Lösungen muss mit Blindwertuntersuchungen geprüft werden.

¹⁾ Florisil ist der Handelsname für eine künstliche, überwiegend aus wasserfreiem Magnesiumsilicat bestehende Kieselerde. Diese Angabe dient den Anwendern dieses Teils der ISO 9377 als Information, bedeutet aber nicht eine Anerkennung dieses Produkts durch die ISO.

6.1 Wasser, zur Herstellung von Lösungen

Destilliertes Wasser, oder Wasser aus einer Aufbereitungsanlage zur Entfernung organischer Spurenstoffe, z. B. Aktivkohlebehandlung.

6.2 Extraktionsmittel

Kohlenwasserstoff oder Kohlenwasserstoff-Mischung, Siedebereich 36 °C bis 69 °C.

Wird das Extraktionsmittel gewechselt, sind Untersuchungen zur Wiederholpräzision notwendig.

6.3 Natriumsulfat, wasserfrei, Na_2SO_4

6.4 Magnesiumsulfat-Heptahydrat, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

6.5 Mineralsäure, z. B. Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$ ($\rho = 1,19 \text{ g/ml}$)

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

6.7 Florisil¹⁾, Korngröße 150 µm bis 250 µm (60 mesh bis 100 mesh), 16 h auf 140 °C erhitzt und im Exsikkator aufbewahrt.

6.8 Mineralölmischung

6.8.1 Standardmischung²⁾

Gleiche Massen zweier verschiedener Mineralöle (Typ A und Typ B, beide ohne Additive) einwiegen und Extraktionsmittel-Standardlösung (6.11.2) zufügen, um eine Kohlenwasserstoff-Massenkonzentration von etwa 10 mg/ml zu erhalten.

Typ A sollte im Gaschromatogramm erkennbare Einzelpeaks haben; ein Beispiel ist Dieselöl ohne Additive; siehe auch EN 590 zur weiteren Information. Typ B sollte einen höheren Siedebereich als Typ A haben und nicht aufgelöste Signale im Gaschromatogramm aufweisen; z. B. ein Schmieröl ohne Additive, Siedebereich 325 °C bis 460 °C.

¹⁾ Siehe Seite 4

²⁾ Standards sind erhältlich bei: Fachgruppe 1.2, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Richard-Willstätter-Straße 11, 12489 Berlin

6.8.2 Kalibriermischung

Mindestens fünf verschiedene Bezugslösungen durch Verdünnen dieser Standardlösungen (6.8.1) mit Extraktionsmittel-Standardlösung (6.11.2) herstellen; z. B. folgende Konzentrationen sind geeignet:

0 (Blindprobe), 0,2 mg/ml, 0,4 mg/ml, 0,6 mg/ml, 0,8 mg/ml und 1,0 mg/ml. Für andere Anwendungsbereiche können höhere Konzentrationen zweckmäßig sein.

Die Bezugslösungen fest verschlossen im Kühlschrank (4 °C bis 8 °C) aufbewahren; sie sind bis etwa sechs Monate haltbar.

6.8.3 Qualitätskontroll (QC)-Standard

Analog 6.8.1 eine Qualitätskontroll-Standardlösung in Aceton (siehe 6.6) mit einer Massenkonzentration von z. B. 1 mg/ml herstellen; die genaue Konzentration sollte etwa dem 1 000fachen des Anwendungsbereichs entsprechen.

ANMERKUNG Bei Verwendung eines Schmieröls für QC-Maßnahmen kann die Stammlösung in Extraktionsmittel (6.2) hergestellt werden; dann wird das Extraktionsmittel noch einmal um das 10fache mit Aceton verdünnt, bevor die Lösung der Wasserprobe zugegeben wird.

Die Lösung fest verschlossen im Kühlschrank aufbewahren; sie ist bis etwa sechs Monate haltbar.

6.9 Standardmischung von *n*-Alkanen, zur Systemprüfung

n-Alkane mit gerader Anzahl C-Atome (C_{20} , C_{40} und mindestens drei weitere *n*-Alkane) im Extraktionsmittel (6.2) lösen, um Konzentrationen der Einzelverbindungen von etwa 50 µg/ml herzustellen. Es kann notwendig sein, für die erste Lösung ein anderes Lösemittel, z. B. Heptan einzusetzen; diese erste Lösung wird dann mit dem Extraktionsmittel (6.2) verdünnt.

Die Standardlösung fest verschlossen und kühl aufbewahren; sie ist bis zu sechs Monate haltbar.

ANMERKUNG 1 Diese Lösung wird verwendet, um die Eignung des gaschromatographischen Systems für die Auflösung der *n*-Alkane und die Ansprechigenschaften des Detektors zu prüfen.

ANMERKUNG 2 Diese Lösung wird verwendet, um eine Information über die Retentionszeiten der *n*-Alkane zu erhalten, mit deren Hilfe die Kohlenwasserstoffe in der Probe charakterisiert werden.

6.10 Bezugsverbindungen

6.10.1 *n*-Decan, $C_{10}H_{22}$

6.10.2 *n*-Tetracontan, $C_{40}H_{82}$

6.10.3 *n*-Eicosan, $C_{20}H_{42}$