

DIN ISO 11264



ICS 13.080.10

**Bodenbeschaffenheit –
Bestimmung von Herbiziden –
Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit UV-Detektion
(ISO 11264:2005)**

Soil quality –
Determination of herbicides –
Method using HPLC with UV-detection (ISO 11264:2005)
Qualité du sol –
Dosage des herbicides –
Méthode par CLHP avec détection par UV (ISO 11264:2005)

Gesamtumfang 21 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Nationales Vorwort

Diese Norm wurde vom ISO/TC 190 „Bodenbeschaffenheit“ erarbeitet. Für Deutschland war der Arbeitsausschuss I 2 „Boden- und Abfalluntersuchung“ an der Bearbeitung beteiligt.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

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

ISO 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2
ISO 10381-1	siehe DIN ISO 10381-1
ISO 10381-2	siehe DIN ISO 10381-2
ISO 11465	siehe DIN ISO 11465
ISO 14507	siehe DIN ISO 14507

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 10381-1, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Aufstellung von Probenahmeprogrammen*

DIN ISO 10381-2, *Bodenbeschaffenheit — Probenahme — Teil 2: Anleitung für Probenahmeverfahren*

DIN ISO 11465, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung der Trockensubstanz und des Wassergehalts auf Grundlage der Masse — Gravimetrisches Verfahren*

DIN ISO 14507, *Bodenbeschaffenheit — Probenvorbehandlung für die Bestimmung von organischen Verunreinigungen in Böden*

Bodenbeschaffenheit
Bestimmung von Herbiziden
Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit UV-Detektion

Inhalt

	Seite
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Reagenzien	4
5 Geräte	7
6 Durchführung	8
6.1 Probenvorbereitung	8
6.2 Probenkonservierung und -vorbehandlung	8
6.3 Zugabe von Wasser zur Probe	8
6.4 Herstellung des Bodenextraktes	9
6.5 HPLC-Bestimmung	10
7 Berechnung	13
7.1 Berechnung der Massenkonzentration ρ_{EX} des zu quantifizierenden Wirkstoffes in der Extraktlösung E2 nach Gleichung (2)	13
7.2 Berechnung des Gehaltes w an Wirkstoff im Boden nach Gleichung (3)	13
7.3 Angabe des Ergebnisses	14
8 Prüfbericht	14
9 Genauigkeit	14
Anhang A (informativ) Chromatogramme	15
Anhang B (normativ) Validierung	17
Anhang C (informativ) Weitere mit diesem Verfahren untersuchte Verbindungen (siehe 6.4 und 6.5)	20
Literaturhinweise	21

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Hochleistungsflüssigkeitschromatographie-Verfahren (HPLC) zur qualitativen und quantitativen Bestimmung von Herbiziden verschiedener Stoffklassen in Böden fest. Das Verfahren erfasst Triazine einschließlich deren Metabolite, Phenylharnstoffe und weitere Herbizide. Die Verbindungen werden mittels UV-Detektion identifiziert und quantifiziert.

Die Nachweisgrenze beträgt für die Triazine und Phenylharnstoffe etwa 0,01 mg/kg Trockenmasse. Sie ist abhängig von der Verbindung und der Bodenmatrix.

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 10381-1, *Soil quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes*

ISO 10381-2, *Soil quality — Sampling — Part 2: Guidance on sampling techniques*

ISO 11465, *Soil quality — Determination of dry matter and water content on a mass basis — Gravimetric method*

ISO 14507, *Soil quality — Pre-treatment of samples for determination of organic contaminants*

3 Kurzbeschreibung

Die Bodenprobe wird mit einem Aceton/Wasser-Gemisch extrahiert (2 : 1). Die organische Phase wird online durch Zugabe von Natriumchlorid und Dichlormethan oder Petrolether isoliert und konzentriert. Die Probenlösung wird in ein Acetonitril/Wasser-Gemisch überführt und ohne weitere Reinigung mittels Umkehrphasen-Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (RP-HPLC) mit einem Gradienten aus Acetonitril und Wasser und mit UV-Detektion analysiert. Die Ergebnisse können unter Verwendung von Diodenmatrix-UV-Spektren, GC-MS, GC-NPD oder GC-AED bestätigt werden (gegebenenfalls kann eine Derivatisierung erforderlich sein).

4 Reagenzien

Es sind nur Reagenzien anerkannter Analysenreinheit zu verwenden. Die Reinheit der Reagenzien ist mit Hilfe einer nach 6.5 durchgeführten Blindwertbestimmung zu prüfen. Wenn der Blindwert außergewöhnlich hoch ist, d. h. mehr als 10 % des geringsten in Betracht kommenden Wertes beträgt, ist die Ursache durch sukzessive Prüfung des gesamten Verfahrens zu ermitteln. Für Messungen an der Bestimmungsgrenze können selbst für Rückstandsanalysen geeignete Reagenzien dieses Kriterium möglicherweise nicht erfüllen. In diesem Fall sind ausreichende Blindwertbestimmungen in jede Probenserie einzufügen.

4.1 Wasser zur Rückstandsanalyse, Trinkwasser ist üblicherweise geeignet.

4.2 Aceton zur Rückstandsanalyse.

4.3 Natriumchlorid.

4.4 Dichlormethan zur Rückstandsanalyse.

4.5 Petrolether, Siedebereich 40 °C bis 60 °C, zur Rückstandsanalyse.

4.6 Natriumsulfat, wasserfrei, zur Rückstandsanalyse.

4.7 Acetonitril, HPLC-Qualität.

4.8 Wasser, HPLC-Qualität.

4.9 2-Propanol für die Chromatographie.

4.10 Acetonitril (4.7)/Wasser (4.8)-Gemisch, 1+1 (V + V) zum Auflösen der Proben.

4.11 Methanol, HPLC-Qualität.

4.12 Standardsubstanzen (einschließlich Chemical Abstracts Numbers).

Alachlor [015972-60-8], Atrazin [001912-24-9], Desethylatrazin [06190-65-4], Desisopropylatrazin [01007-28-9], Bromacil [000314-40-9], Chlortoluron [015545-48-9], Chloroxuron [001982-47-4], Cyanazin [021725-46-2], Dichlobenil [001194-65-6], Diuron [000330-54-1], Ethofumesat [026225-79-6], Hexazinon [051235-04-2], Isoproturon [034123-59-6], Metazachlor [061729-08-2], Metamitron [041394-05-2], Metabenzthiazuron [018691-97-9], Metobromuron [003060-89-7], Metolachlor [051218-45-2], Metoxuron [019937-59-8], Monuron [000150-68-5], Pendimethalin [040487-42-1], Propazin [000139-40-2], Propyzamid [023950-58-5], Sebutylazin [00728-69-3], Simazin [000122-34-9], Terbutryn [000886-50-0], Terbutylazin [005915-41-3].

4.13 Standardlösungen für die HPLC-Bestimmung

4.13.1 Stammlösungen, $\rho_{11} = 1 \text{ mg/ml}$

Je 10,0 mg jeder Standardsubstanz (4.12) werden in jeweils einen 10-ml-Messkolben (5.13) eingewogen und mit 2-Propanol (4.9) gelöst oder bei Sebutylazin und Simazin mit Aceton (4.2) angelöst bzw. bei Metamitron mit Methanol (4.11) angelöst. Anschließend wird mit 2-Propanol (4.9) bis zur Marke aufgefüllt.

4.13.2 Zwischenverdünnungen, $\rho_{12} = 100 \text{ µg/ml}$

Mit einer Pipette wird je 1,0 ml jeder Stammlösung (4.13.1) in jeweils einen 10-ml-Messkolben (5.13) überführt, und es wird mit 2-Propanol (4.9) zur Marke aufgefüllt.

4.13.3 Arbeitslösungen I, $\rho_{13} = 10 \text{ µg/ml}$

ANMERKUNG Arbeitslösungen werden zur Feststellung der Retentionszeit hergestellt. Es werden unterschiedliche Konzentrationen verwendet, weil die Lösungen unterschiedliche Detektorempfindlichkeiten aufweisen.

Mit einer Pipette wird je 1,0 ml jeder Zwischenverdünnung (4.13.2) in jeweils einen 10-ml-Messkolben (5.13) überführt, und es wird mit Acetonitril/Wasser-Gemisch (4.10) zur Marke aufgefüllt.

4.13.4 Arbeitslösungen II, $\rho_{14} = 1 \text{ µg/ml}$

Mit einer Mikroliterspritze (5.14) werden je 100 µl jeder Zwischenverdünnung (4.13.2) in jeweils einen 10-ml-Messkolben (5.13) überführt, und es wird mit Acetonitril/Wasser-Gemisch (4.10) zur Marke aufgefüllt.

4.13.5 Arbeitslösungen III, $\rho_{15} = 0,1 \text{ µg/ml}$

Mit einer Mikroliterspritze (5.14) werden je 100 µl der Arbeitslösung I (4.13.3) in jeweils einen 10-ml-Messkolben (5.13) überführt, und es wird mit Acetonitril/Wasser-Gemisch (4.10) zur Marke aufgefüllt.

4.13.6 Mischlösungen I, $\rho_{16} = 5 \text{ µg/ml}$ bis 100 µg/ml

Nach Tabelle 1 werden zwischen 50 µl und 1 000 µl der Stammlösungen (4.13.1) mit einer Mikroliterspritze (5.14) in einen 10-ml-Messkolben (5.13) überführt, und es wird mit 2-Propanol (4.9) zur Marke aufgefüllt.

4.13.7 Mischlösungen II, $\rho_{17} = 0,5 \mu\text{g/ml}$ bis $10 \mu\text{g/ml}$

Mit einer Pipette wird 1,0 ml der Mischlösung I (4.13.6) in einen 10-ml-Messkolben (5.13) überführt, und es wird mit Acetonitril/Wasser-Gemisch (4.10) zur Marke aufgefüllt (siehe Tabelle 1).

4.13.8 Mischlösungen III, $\rho_{18} = 0,05 \mu\text{g/ml}$ bis $1 \mu\text{g/ml}$

Mit einer Pipette wird 1,0 ml der Mischlösung II (4.13.7) in einen 10-ml-Messkolben (5.13) überführt, und es wird mit Acetonitril/Wasser-Gemisch (4.10) zur Marke aufgefüllt.

Tabelle 1 — Wirkstoffkonzentrationen der Mischlösungen I (4.13.6), II (4.13.7) und III (4.13.8)

Nr.	Wirkstoff ^a	Volumen ^b μl	Mischlösung I $\mu\text{g/ml}$	Mischlösung II $\mu\text{g/ml}$	Mischlösung III $\mu\text{g/ml}$
1	Desisopropylatrazin	200	20	2	0,2
2	Metamitron	500	50	5	0,5
3	Desethylatrazin	200	20	2	0,2
4	Hexazinon	200	20	2	0,2
5	Metoxuron	200	20	2	0,2
6	Bromacil	400	40	4	0,4
7	Simazin	100	10	1	0,1
8	Monuron	100	10	1	0,1
9	Cyanazin	100	10	1	0,1
10	Methabenzthiazuron	100	10	1	0,1
11	Chlortoluron	100	10	1	0,1
12	Atrazin	100	10	1	0,1
13	Isoproturon	100	10	1	0,1
14	Diuron	200	20	2	0,2
15	Metobromuron	100	10	1	0,1
16	Metazachlor	500	50	5	0,5
17	Sebutylazin	100	10	1	0,1
18	Propazin	100	10	1	0,1
19	Dichlobenil	200	20	2	0,2
20	Terbutylazin	100	10	1	0,1
21	Chloroxuron	100	10	1	0,1
22	Propyzamid	100	10	1	0,1
23	Terbutryn	50	5	0,5	0,05
24	Ethofumesat	500	50	5	0,5
25	Metolachlor	500	50	5	0,5
26	Alachlor	1 000	100	10	1
27	Pendimethalin	100	10	1	0,1

^a Wirkstoffe in Elutionsreihenfolge, unter den in 6.5 verwendeten Bedingungen. Weitere Wirkstoffe siehe Anhang C.
^b Aus der Stammlösung (4.13.1) zu entnehmendes Volumen zur Herstellung von 10 ml der Mischlösung I (4.13.6).

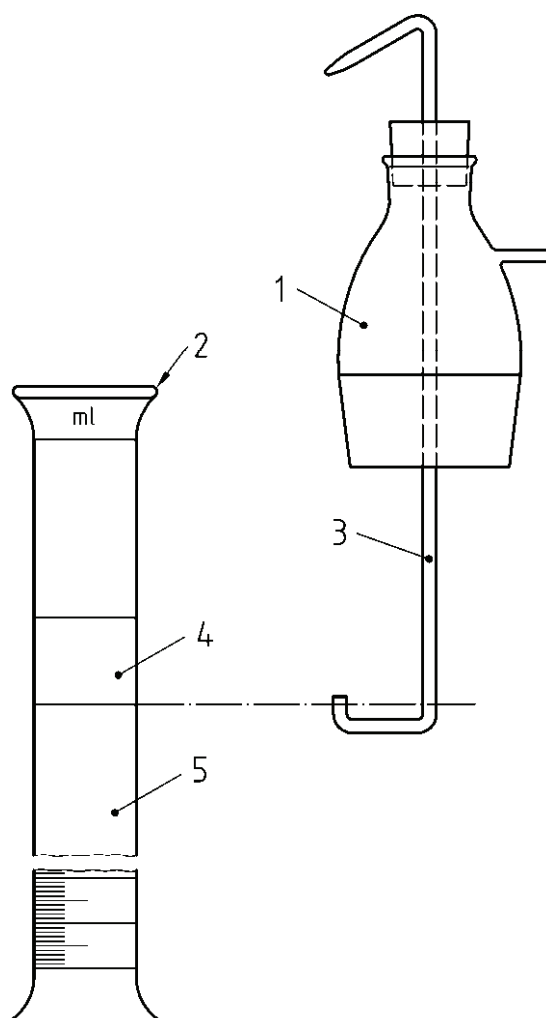
5 Geräte

5.1 Schraubdeckelgläser mit polytetrafluorethylenbeschichteter Dichtscheibe, Nennvolumen 250 ml, 1 000 ml.

5.2 Extraktionsapparat (siehe Bild 1), bestehend aus:

5.2.1 1 000-ml-Standzylinder, mit Schliff und Schliffstopfen.

5.2.2 Schliffeinsatz (Spritzenflaschenprinzip) mit einem in der Höhe verschiebbaren Rohr, dessen U-förmig gebogenes Ende in die jeweilige Höhe der Phasengrenzfläche gebracht werden kann.



Legende

- 1 Schliffeinsatz
- 2 Standzylinder
- 3 Einstellbares U-Rohr
- 4 Organische Phase
- 5 Wasserphase und Boden

Bild 1 — Extraktionsapparat