

DIN ISO 14154



ICS 13.080.10

**Bodenbeschaffenheit –
Bestimmung von ausgewählten Chlorphenolen –
Gaschromatographisches Verfahren mit Elektronen-Einfang-Detektion
(ISO 14154:2005)**

Soil quality –
Determination of some selected chlorophenols –
Gas-chromatographic method with electron-capture detection (ISO 14154:2005)

Qualité du sol –
Dosage de certains chlorophénols –
Méthode de chromatographie en phase gazeuse avec détection par capture d'électrons
(ISO 14154:2005)

Gesamtumfang 16 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Nationales Vorwort

Diese Internationale Norm wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Bodenbeschaffenheit“ aufgestellt. Für Deutschland war der NAW I 2 „Boden- und Abfalluntersuchung“ im Normenausschuss Wasserwesen an der Bearbeitung beteiligt.

Es ist erforderlich, bei den Arbeiten nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

Es wird darauf hingewiesen, dass die Möglichkeit besteht, dass einige Teile dieser Internationalen Norm Patentrechte berühren können. Das DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

ISO 14154 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190, *Bodenbeschaffenheit*, Unterkomitee SC 3, *Chemische Verfahren und Bodenkennwerte*, erarbeitet.

Die Anhänge A, B und C sind informativ.

Für die in Abschnitt 2 und in den Literaturhinweisen zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2
ISO 10381-1	siehe DIN ISO 10381-1
ISO 11465	siehe DIN ISO 11465
ISO 14507	siehe DIN ISO 14507

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren*

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

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

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

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

Bodenbeschaffenheit
Bestimmung von ausgewählten Chlorphenolen
 Gaschromatographisches Verfahren mit Elektronen-Einfang-Detektion

Inhalt

	Seite
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen.....	4
3 Begriffe	4
4 Grundlagen	4
5 Reagenzien.....	5
6 Geräte	7
7 Probenahme	7
8 Durchführung.....	7
9 Berechnung.....	10
10 Präzision.....	10
11 Qualitätssicherung und Qualitätskontrolle.....	11
12 Prüfbericht	11
Anhang A (informativ) Typische Konzentrationen von Standardlösungen	12
Anhang B (informativ) Beispiel für gaschromatographische Bedingungen.....	13
Anhang C (informativ) Ergebnisse der Laboratoriumsvergleichsuntersuchung	14
Literaturhinweise	16

WARNUNG — Chlorphenole sind toxisch und einige haben karzinogene Wirkungen. Bei der Handhabung von chlorphenolhaltigen Proben sollte Hautkontakt vermieden werden. Schutzhandschuhe und Schutzkleidung sind zu tragen. Falls größere Mengen von Aerosolen und Staubpartikeln während der Probennahme freigesetzt werden, kann Atemschutz erforderlich sein.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt die gaschromatographische Bestimmung von 15 Chlorphenolen (2,3-Dichlorphenol, 2,4-Dichlorphenol, 2,5-Dichlorphenol, 2,6-Dichlorphenol, 3,4-Dichlorphenol, 3,5-Dichlorphenol, 2,3,4-Trichlorphenol, 2,3,5-Trichlorphenol, 2,3,6-Trichlorphenol, 2,4,5-Trichlorphenol, 2,4,6-Trichlorphenol, 3,4,5-Trichlorphenol, 2,3,4,5-Tetrachlorphenol, 2,3,4,6-Tetrachlorphenol und Pentachlorphenol) in Bodenproben fest. Das Verfahren kann auch für andere Feststoffproben, z. B. Sedimente und feste Abfälle, angewendet werden.

Diese Internationale Norm beschreibt eine Säure/Base-Flüssigextraktion, gefolgt von Acetylierung und Flüssig-/Flüssig-Extraktion. Die Bestimmung der Massenanteile erfolgt mittels Gaschromatographie und Elektroneneinfangdetektion.

Mit diesem Verfahren können Chlorphenole mit einem Massenanteil im Bereich von etwa 0,01 mg/kg bis 0,05 mg/kg, in Abhängigkeit von der Empfindlichkeit des Detektors für die Verbindungen und der Probeneinwaage bestimmt werden. In einigen Fällen kann die vollständige Trennung der Isomere nicht erreicht werden. Dann ist die Summe angegeben (z. B. 2,4- und 2,5-Dichlorphenol).

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

ISO 11465:1993, *Soil quality — Determination of dry matter and water content on a mass basis — Gravimetric method*

ISO 14507, *Soil quality — Pretreatment of samples for determination of organic contaminants*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gilt der folgende Begriff.

3.1

Chlorphenol

aromatische Hydroxyl-Verbindung (Phenol) mit ein bis fünf Chloratomen

4 Grundlagen

Das Verfahren beruht auf zwei Schritten. Schritt 1 beinhaltet die Fest-/Flüssig-Extraktion: die Chlorphenole werden aus Böden mittels einer Aceton/Hexan-Mischung bei niedrigem pH-Wert extrahiert. Schritt 2 dient der Reinigung und beruht auf aufeinander folgenden Extraktionen in alkalischen und sauren wässrigen Lösungen und Hexan. Die in wässriger carbonatischer Lösung vorhandenen Chlorphenole werden mittels

Essigsäureanhydrid in ihre entsprechenden Acetate derivatisiert. Die so gebildeten Derivate werden durch Hexan aus der Probe extrahiert. Die Hexanfraktion wird gaschromatographisch mit einem Elektroneneinfangdetektor oder massenspektrometrischem Detektor untersucht.

5 Reagenzien

Zur Analyse dürfen nur Reagenzien mit anerkanntem Reinheitsgrad „zur Analyse“ verwendet werden, sofern nichts anderes angegeben ist.

Gase für die Gaschromatographie müssen der vom Hersteller des Gaschromatographen empfohlene Reinheit entsprechen.

Es dürfen nur im Handel erhältliche Reagenzien anerkannter Reinheit verwendet werden.

5.1 Wasser, mindestens Qualität 1 nach ISO 3696:1987

5.2 Ethanol, C_2H_5OH , 99,5 % Massenanteil

5.3 Hexan, C_6H_{14}

5.4 Aceton, CH_3COOH_3

5.5 Salzsäure, HCl , konzentriert, 37 % (Massenanteil)

5.6 Natriumhydroxid, $NaOH$

5.7 Kaliumcarbonat, K_2CO_3

5.8 Essigsäureanhydrid, $(CH_3CO)_2O$

5.9 Natriumsulfat, Na_2SO_4 , wasserfrei

2 g Natriumsulfat sind in Reagenzgläser mit Stopfen mit Polytetrafluorethylen (PTFE)-Kaschierung einzuwägen. Natriumsulfat wird durch Erhitzen der unverschlossenen Reagenzgläser für $4\text{ h} \pm 30\text{ min}$ bei $500\text{ °C} \pm 20\text{ °C}$ getrocknet. Anschließend im Exsikkator abkühlen lassen. Die abgekühlten Reagenzgläser sind zu verschließen und bei Raumtemperatur aufzubewahren. Natriumsulfat kann auch in größeren Mengen getrocknet und nach dem Abkühlen im Exsikkator aufbewahrt werden. Portionen zu 2 g jeweils erst vor Gebrauch in Reagenzgläser einwägen.

5.10 2,4,6-Tribromphenol, $C_6H_2Br_3OH$, (interner Standard), CAS 118-79-6

5.11 Chlorphenole (Standards)

— 2,3-Dichlorphenol, $C_6H_3Cl_2OH$, CAS 576-24-9

— 2,4-Dichlorphenol, $C_6H_3Cl_2OH$, CAS 120-83-2

— 2,5-Dichlorphenol, $C_6H_3Cl_2OH$, CAS 583-78-8

— 2,6-Dichlorphenol, $C_6H_3Cl_2OH$, CAS 87-65-0

— 3,4-Dichlorphenol, $C_6H_3Cl_2OH$, CAS 95-77-2

— 3,5-Dichlorphenol, $C_6H_3Cl_2OH$, CAS 591-35-5

— 2,3,4-Trichlorphenol, $C_6H_2Cl_3OH$, CAS 15950-66-0