

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlämmanalyse Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) Teil 11: Bestimmung ausgewählter organischer Pflanzenschutzmittel mittels Automated-Multiple-Development (AMD)-Technik (F 11)	Norm DIN V 38407-11
---	--

ICS 13.060.40

Deskriptoren: Wasseruntersuchung, Grundwasser, Trinkwasser, Gehaltsbestimmung, Pflanzenschutzmittel

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge — jointly determinable substances (group F) — Part 11: Determination of selected organic plant protection agents by Automated Multiple Development (AMD)-technique (F 11)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues — Substances déterminables ensemble (groupe F) — Partie 11: Dosage des substances organiques cryptogamiques avec Automated Multiple Development (AMD)-technique (F 11)

Eine Norm ist das Ergebnis einer Normungsarbeit, das wegen bestimmter Vorbehalte zum Inhalt oder wegen des gegenüber einer Norm abweichenden Aufstellungsverfahrens vom DIN noch nicht als Norm herausgegeben wird.

Vorwort

Diese Norm wurde gemeinsam mit der Fachgruppe Wasserchemie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker aufgestellt (siehe Anhang A).

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Fachrichtungen einzuschalten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

Anhang A ist informativ.

1 Allgemeine Angaben

Zur Bestimmung organischer Wirkstoffe von Pflanzenschutzmitteln, im folgenden kurz "Pflanzenschutzmittel" genannt, stehen verschiedene Verfahren zur Verfügung (siehe Abschnitt 2).

In dieser Norm wird eine dünnsschicht-chromatographische Bestimmung nach Fest-Flüssig-Anreicherung beschrieben.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung

Fortsetzung Seite 2 bis 30

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 12036
Laborgeräte aus Glas — Engels-Standflaschen mit Kegelschliff und Stopfen
DIN 12451
Laborgeräte aus Glas — Scheidetrichter mit austauschbarem Hahnkücken
DIN 12664-1
Laborgeräte aus Glas — Meßkolben mit einer Marke — Teil 1: Meßkolben mit Bördelrand, Kegelhülse und Kegelschliffverbindung
DIN 12680-2
Laborgeräte aus Glas — Teil 2: Meßzylinder mit Hauptpunkte-Ringteilung
DIN 12691
Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten mit einer Marke, schnellablaufend, Wartezeit 15 Sekunden, Klasse AS
DIN 12697
Laborgeräte aus Glas; Meßpipetten, schnellablaufend, Wartezeit 15 Sekunden, Klasse AS
DIN 33402-13
den, Klasse AS
DIN 38402-13
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlämmentnahme aus Grundwasserleitern (A 13)
DIN 38402-14
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlämmentnahme von Rohwasser und Trinkwasser (A 14)
DIN 38402-51
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlämmentnahme — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 51: Kalibrierung von Analyseverfahren, Auswertung von Analyseergebnissen und lineare Kalibrierfunktionen für die Bestimmung von Verfahrenskennwerten (A 51)
DIN 38407-2
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlämmentnahme — Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) — Teil 2: Gaschromatographische Bestimmung von schwerflüchtigen Halogenkohlenwasserstoffen (F 2)
E DIN 38407-6
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlämmentnahme — Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) — Teil 6: Bestimmung ausgewählter organischer Stickstoff- und Phosphorverbindungen mittels Gaschromatographie nach Anreicherung durch Fest-Flüssigen Extraktion (F 6)
DIN V 38407-12
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlämmentnahme — Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F) — Teil 12: Bestimmung ausgewählter Pflanzenbehandlungsmittel nach Fest-Flüssigen Extraktion und Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie (HPLC) mit UV-Detektion (F 12)

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlämmanalyse — Gemeinsam erfaßbare Stoffgruppen (Gruppe F) — Teil 14: Bestimmung von Phenoxalkancarbonsäuren mittels Gaschromatographie und massenspektrometrischer Detektion nach Fest-Flüssig-Extraktion und Derivatisierung (F 14)

- [1] Verordnung über Trinkwasser und über Wasser für Lebensmittelbetriebe (Trinkwasserverordnung-TrinkwV) vom 05.12.1990, BGBl. I, Nr. 66, S. 2613–2629
- [2] Empfehlungen des Bundesgesundheitsamtes zum Vollzug der Trinkwasserverordnung (TrinkwV) vom 22.05.1986 (BGBl. I, S. 760), Bundesgesundheitsblatt 7, S. 290–295 (1989)
- [3] Verordnung über natürliches Mineralwasser, Quellwasser und Tafelwasser (Mineral- und Tafelwasserverordnung) vom 01.08.1984, BGBl. I, Nr. 34, S. 1036–1044 (1984); geändert durch Art. 2 V zur Änderung der TrinkwV und der Mineral- und TafelwV vom 05.12.1990, BGBl. I, S. 2600
- [4] Burger, K., Köhler, J. and Jork, H.: Application of AMD to the Determination of Crop Protection Agents in Drinking Water; Part 1: Fundamentals and Method J. Planar Chromatography 3 (1990) 504–510
- [5] Jork, H., Köhler, J. and Kocher, U.: Application of AMD to the Determination of Crop Protection Agents in Drinking Water; Part 2: Limitations; J. Planar Chromatography 5 (1992) 246–250
- [6] Burger, K., Köhler, J. and Jork, H.: Application of AMD to the Determination of Crop Protection Agents in Drinking Water; Part 4: Fundamentals of a Confirmatory Test, J. Planar Chromatography 7 (1994)
- [7] Donnervert, G., Hagenbuth, H. and Jork, H.: Application of AMD to the Determination of Crop Protection Agents in Drinking Water; Part 5: Interlaboratory Trial on Quantitative Determination, J. Planar Chromatography 7 (1994)
- [8] Burger, K.: Multimethode zur Ultraschallbestimmung: Pflanzenschutzmittelwirkstoffe in Grund- und Trinkwasser, analysiert durch DC/AMD (Automated Multiple Development); Pflanzenschutzmittel-Nachrichten Bayer AG 41 (1988) 173–224
- [9] Burger, K.: DC-PMD, Dünnschicht-Chromatographie mit Gradienten-Elution im Vergleich zur Säulenflüssigkeits-Chromatographie; Fresenius Z. Anal. Chem. 318 (1984) 228–233
- [10] De la Vigne, U. and D. Jänchen: Determination of Pesticides in Water by HPTLC using Automated Multiple Development (AMD) J. Planar Chromatography 3 (1990) 6–9
- [11] Pfaab, G. and Jork, H.: Application of AMD to the Determination of Crop Protection Agents in Drinking Water; Part 3: Solid Phase Extraction and Affecting Factors. Acta hydrochmica et hydrobiologica 22 (1994) in press
- [12] Jork, H., Funk, W., Fischer, W., Wimmer, H.: Dünnschicht-Chromatographie: Reagenzien und Nachweismethoden. Bd. 1a und Bd. 1b, VCH-Verlagsgesellschaft, Weinheim (1989 und 1993)

- [13] Frey, H.-P., Zieloff, K.: Qualitative und quantitative Dünnschicht-Chromatographie. VCH-Verlagsgesellschaft, Weinheim — New York — Basel — Cambridge (1993)
- [14] Jork, H. und Wimmer, H.: Quantitative Auswertung von Dünnschicht-Chromatogrammen. Loseblattsammlung, GfT Verlag, Darmstadt (1982)

3 Anwendungsbereich

Das in dieser Vornorm beschriebene Verfahren ist geeignet zur Bestimmung ausgewählter Pflanzenbehandlungsmittel in Grund- und Trinkwasser in Massenkonzentrationen $\geq 50 \text{ ng/l}$ [1], [2], [3] (Beispiele siehe Tabelle 1). Die Anwendbarkeit des Verfahrens auf weitere, in der Tabelle 1 nicht genannte Verbindungen ist nicht ausgeschlossen, sie muß jedoch im Einzelfall geprüft werden. Bei der Untersuchung von Oberflächenwasser und organisch belastetem Grundwasser (z. B. durch Huminstoffe) können Störungen auftreten.

Tabelle 1: Pflanzenbehandlungsmittel, deren Bestimmung nach diesem Verfahren erprobt wurde (siehe auch [4], [5], [6], [7])

Name	Summenformel	CAS-Nr. ¹⁾	Molare Masse	Peak in Bild
Alachlor	$\text{C}_{14}\text{H}_{20}\text{ClNO}_2$	015972-60-8	269,8	6
Atrazin	$\text{C}_8\text{H}_{14}\text{ClN}_5$	001912-24-9	215,7	2
Chlortenvinphos	$\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{Cl}_3\text{O}_4\text{P}$	000470-90-6	359,6	5
Chlortoluron	$\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{ClN}_2\text{O}$	015545-48-9	212,7	1
Cyanazin	$\text{C}_9\text{H}_{13}\text{ClN}_6$	021725-46-2	240,7	4
2,4-D	$\text{C}_8\text{H}_6\text{Cl}_2\text{O}_3$	000094-75-7	221,0	4
MCPA	$\text{C}_9\text{H}_9\text{ClO}_3$	000094-74-6	200,6	2
Metazachlor	$\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{ClN}_3\text{O}$	067129-08-2	277,8	3
Metobromuron	$\text{C}_9\text{H}_{11}\text{BrN}_2\text{O}_2$	003060-89-7	259,1	5
Metolachlor	$\text{C}_{15}\text{H}_{22}\text{ClNO}_2$	051218-45-2	283,8	4
Metoxuron	$\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{ClN}_2\text{O}_2$	019937-59-8	228,7	1
Monuron	$\text{C}_9\text{H}_{11}\text{ClN}_2\text{O}$	000150-68-5	198,7	2
Parathion	$\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{NO}_5\text{PS}$	000056-38-2	291,3	7
Pendimethalin	$\text{C}_{13}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_4$	040487-42-1	281,3	6
Propazin	$\text{C}_9\text{H}_{16}\text{ClN}_5$	000139-40-2	229,7	3
Sebuthylazin	$\text{C}_9\text{H}_{16}\text{ClN}_5$	007286-69-3	229,7	2
Simazin	$\text{C}_7\text{H}_{12}\text{ClN}_5$	000122-34-9	201,7	1
2,4,5-T	$\text{C}_8\text{H}_5\text{Cl}_3\text{O}_3$	000093-76-5	255,5	4
Terbutylazin	$\text{C}_9\text{H}_{16}\text{ClN}_5$	005915-41-3	229,7	3
Trifluralin	$\text{C}_{13}\text{H}_{16}\text{F}_3\text{N}_3\text{O}_4$	001582-09-8	335,3	8
Vinclozolin	$\text{C}_{12}\text{H}_9\text{Cl}_2\text{NO}_3$	050471-44-8	286,1	5

¹⁾ CAS: Chemical Abstracts System

4 Grundlage des Verfahrens

Die Wasserprobe wird, sofern auf Phenoxyalkanoncarbonsäure-Derivate geprüft werden soll, angesäuert, im anderen Fall werden die Pflanzenbehandlungsmit-
tel ohne pH-Wert-Einstellung auf RP-C18-Material angereichert, mit einem
Lösungsmittel eluiert, gegebenenfalls konzentriert und anschließend mittels Auto-
mated Multiple Development (AMD)-Technik auf Hochleistungs-Dünnschicht-
chromatographie (HPTLC)-Platten aufgetrennt. Die Detektion und Bestimmung
wird durch diffuse in-situ-Reflexionsmessung bei unterschiedlichen Wellen-
längen [8], [9], [10], [5], [6] durchgeführt.

5 Störungen

5.1 Störungen bei der Probenahme

Um Störungen zu vermeiden, wird die Probe wie in Abschnitt 8 angegeben
genommen (siehe auch DIN 38402-13 und DIN 38402-14).

5.2 Störungen bei der Anreicherung

Schwebstoffe in der Wasserprobe können die Packung der Fest-Flüssig-Anrei-
cherungskartuschen verstopfen; in diesem Fall wird die Wasserprobe vor der
Aufgabe über ein Glasfaserfilter filtriert. Dieser Schritt ist im Analyseergebnis
anzugeben.
Die im Handel erhältlichen RP-C18-Materialien sind oft von unterschiedlicher
Beschaffenheit. Auch können von Charge zu Charge beträchtliche Schwankun-
gen in der Qualität und Selektivität der Materialien **eines** Herstellers auftreten.
Die Wiederfindungsraten einzelner Verbindungen können in Abhängigkeit von
der Konzentration schwanken; sie sind daher regelmäßig bei verschiedenen
Konzentrationen zu prüfen. Kalibrierung und Analyse sollten nur mit Material
aus **einer** Charge durchgeführt werden.
Wenn die Wasserprobe auf pH = 2 angesäuert wird, werden Huminstoffe mit
angereichert. Diese können die Bestimmung stören.
Eine belastete Laboratmosphäre kann stören (siehe 5.3).

5.3 Störungen bei der Chromatographie und photometrischen Auswertung

Im allgemeinen können Störungen durch spezielle Laboreinführung und Befol-
gung der zum eingesetzten Gerät gehörenden Betriebsanleitung vermieden
werden. Darüber hinaus ist in diesem Analysegang folgendes zu beachten:
Probenauftragung
Eine belastete Laboratmosphäre führt durch unkontrollierte Verunreinigung der
HPTLC-Schicht zu Störungen. Daher sollte die Auftraggeapparat gegebenen-
falls in einer Reinraumumgebung (clean bench) betrieben werden oder mit
einer mit Inertgas zu spülenden Abdeckung versehen sein.

Partikel (Feststoffe aller Art) können zu Schwierigkeiten bei der Auftragung führen und unter Umständen die Spritzennadel verstopfen.
Zu konzentrierte Lösungen können durch Auskristallisieren während des Probenaufragens zu Mengenverfälschungen und zu inhomogenen Banden führen.

AMD-Chromatographie
Die HPTLC-Platte darf keine Reste von Lösemitteln — auch vom Auftragvorgang mehr enthalten.
Bei Gradientenwechsel muß das System sorgfältig gespült werden.

Die Trennkammer darf keine Reste an Sorbens oder Fließmittel enthalten.
Das AMD-System muß vakuumdicht sein.
Durch Lösemitteleinwirkung porös gewordene Vakuumschläuche sind auszu-

tauschen.
Das Magnetventil zur Vakuumleitung muß dicht schließen, und die Lösemittel-Vorratsflaschen müssen dicht verschraubt sein.

An der Vakuumpumpe muß ein Ölwechsel rechtzeitig vorgenommen werden.
Bei tiefem Ölstand ist rechtzeitig Öl nachzufüllen.
In die Vorratsflaschen muß genügend Lösemittel gefüllt werden, damit sich im Mischer keine Luftblasen bilden können.

Werden bei den letzten Läufen bestimmte Fließmittel verwendet (z. B. tert-Butylmethylether), so muß die HPTLC-Platte sofort nach Abschluß der Entwicklung aus der Kammer genommen und getrocknet werden; andernfalls können sich die Trennzonen durch Diffusion verbreitern.
Der Betrieb bei unterschiedlichen Raumtemperaturen kann zu unterschiedlichen Wanderungsstrecken führen.

Photometrische Auswertung

Es dürfen keine Lichtquellen verwendet werden, die die in der Betriebsanleitung angegebene Lebensdauer überschritten haben; sonst tritt verstärktes Rauschen auf.
Gitter und Spiegel des Monochromators dürfen nicht verschmutzt sein. Dies kann z. B. durch Betrieb des Scanners in belasteter Atmosphäre verursacht werden. Der Scanner darf nicht an einem Ort mit starken Erschütterungen aufgestellt werden, weil dann optische Bauteile (Lampen, Spiegel, Meßspalt) dejustiert werden können.

6 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur dünnsschicht-chromatographischen Bestimmung ausgewählter Pflanzenbehandlungsmittel mittels AMD-Technik (F 11):

Verfahren DIN 38407 — F 11

7 Geräte

Geräte oder Geräteteile, die mit der Probe oder dem Extrakt in Berührung kommen, müssen frei von Substanzen sein, die Blindwerte verursachen können. Vorzugsweise werden Geräte aus Glas, nichtrostendem Stahl oder Polytetrafluorethen (PTFE) verwendet. Glasgeräte, die mit PflanzenbehandlungsmitteIn höheren Konzentrationen in Berührung gekommen sind, dürfen nur nach sorgfältiger Reinigung und Blindwertmessung eingesetzt werden.

7.1 Für die Probenahme

— Standflaschen, vorzugsweise aus braunem Glas, Nennvolumen 1 000 und 2 000 ml, z. B. Standflasche DIN 12036 — G 1 000.

7.2 Für die Anreicherung

Apparatur zur Herstellung von Reinstwasser; geeignet für die AMD- und HPTLC-Analytik von Pflanzenbehandlungsmitteln

- Schlauchpumpe, Volumenstrom 1 bis 10 ml/min
- Meßzylinder, Nennvolumen 100, 500 und 1 000 ml
- Meßzylinder DIN 12680 — MH 100
- Meßkolben, Nennvolumen 10, 25, 50 und 100 ml,
- z. B. Meßkolben DIN 12664 — M SA 10
- pH-Meßgerät
- Scheidetrichter, Nennvolumen 1 000 ml, z. B. Scheidetrichter DIN 12451 — L 1000
- Vakuum- oder Druckvorrichtung
- Kartuschen, Innendurchmesser 9 mm, Länge 8 cm, vorzugsweise aus Glas
- Glasgefäße mit Verschuß zum Auffangen der Eluate, z. B. Meßkolben oder Probengefäße mit konischem Boden, Nennvolumen 5 ml, passend zur Eindampfvorrichtung
- Glasasfilter zum Abtrennen von Schwebstoffen, bindemittelfrei
- Apparatur zum Einengen, z. B. im Stickstoffstrom oder Rotationsverdampfer.

7.3 Für die Dünnschicht-Chromatographie

- Geeignete Kammern zum Waschen der HPTLC-Platten
- Exsikkator zum Aufbewahren der vorgewaschenen und getrockneten HPTLC-Platten
- Gerät zur bandförmigen Applikation der Lösungen auf die HPTLC-Platten
- AMD-System mit Vakuumpumpe
- Heizgerät zum Trocknen der HPTLC-Platten; z. B. geregelte Heizplatte

ANMERKUNG: Ein Trockenschrank mit Umluftvorrichtung ist ungeeignet.

— HPTLC-Fertigplatten mit Kieselgel 60, 20 cm × 10 cm, vorzugsweise 100 µm Schichtdicke und mit Fluoreszenzindikator, die folgendermaßen vorbehandelt werden:

— Die HPTLC-Fertigplatten vor der Verwendung gründlich waschen, z. B. durch mindestens einständiges vollständiges Eintauchen in 2-Propanol.

— Anschließend bei etwa 120 °C mindestens 30 min trocknen und bis zur Verwendung mit einer sauberen Glasplatte abgedeckt in einer geschlossenen Kammer aufbewahren.

— Mechanisiertes Tauchgerät.

7.4 Für die photometrische Auswertung

— UV-Scanner als rechnergesteuertes Meß- und Auswertesystem für Dünnschicht-Chromatogramme, vorzugsweise gekoppelt mit einem Mehrfarben-Plotter. Wenn Messungen unterhalb von $\lambda = 200$ nm durchgeführt werden sollen, muß das Gerät mit einem für die Messung bei $\lambda = 190$ nm spezifizierten Photomultiplier ausgestattet sein, und das Monochromatorgehäuse sollte mit Stickstoff gespült werden.

— Geeignete Monochromat- und Flankenfilter.

7.5 Weitere Geräte

Vollpipetten, Nennvolumen 1 ml, z. B. Vollpipetten DIN 12691 — VPAS 1

— Meßpipette, Nennvolumen 10 ml, z. B. Pipette DIN 12697 — MPAS 10-01

— Mikroliterspritzen, z. B. Nennvolumen 100 µl.

8 Chemikalien

Die Chemikalien dürfen keine Blindwerte verursachen; dies ist durch regelmäßige Blindwertmessungen zu prüfen (siehe 11.5).

Als Wasser wird bei der Konditionierung des RP-C18-Materials Reinstwasser, z. B. über Aktivkohle gereinigt, verwendet. Zur Ermittlung der Wiederfindungsraten wird blindwertfreies Trinkwasser eingesetzt.

8.1 Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$

8.2 Ammoniak-Lösung, $w(\text{NH}_3) = 25 \%$

8.3 Natriumthiosulfat, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

8.4 Gase zum Trocknen, Belüften des AMD-Systems und zum Einengen, z. B. Stickstoff, über Aktivkohle gereinigt

8.5 Ameisensäure, $w(\text{HCOOH}) = 98 \text{ bis } 100 \%$

8.13 Multikomponentenlösung

— Zum Beispiel je 1 ml einer der Lösungen der Einzelsubstanzen (nach 8.12) in einem Meßkolben, Nennvolumen 100 ml, vorlegen, mit geeigneten organischen Lösemitteln (z. B. Methanol oder Acetonitril) bis zur Marke auffüllen.

— Die Lösungen lichtgeschützt bei -18°C aufbewahren; ihre Konzentrationen regelmäßig prüfen. Eine nach 8.12 festgestellte Stabilität ist nicht ohne weiteres auf die Multikomponentenlösung übertragbar.

8.12 Stammlösungen der Einzelsubstanzen

— Zum Beispiel 50 mg der Bezugssubstanzen jeweils in einem Meßkolben, Nennvolumen 100 ml, vorlegen, mit Lösemittel (nach 8.7) lösen und mit dem Lösemittel bis zur Marke auffüllen.

— Die Lösungen bei -18°C lichtgeschützt aufbewahren; ihre Konzentrationen regelmäßig prüfen.

ANMERKUNG: Mit Ausnahme von Vinclozolin sind alle in Tabelle 1 aufgeführten Pflanzenschutzmittel in methanolischer Lösung, bei -18°C lichtgeschützt aufbewahrt, mindestens 90 Tage stabil. Vinclozolin ist nach 2 Tagen frisch anzusetzen.

— Vor ihrer Verwendung die Lösungen auf Raumtemperatur bringen, durch Schütteln ausreichend homogenisieren.

8.11 Bezugssubstanzen (Substanzen für Aufstockungen bzw. für externe Standards (siehe Tabelle 1); Pflanzenschutzmittel hoher Reinheit (mindestens 98 %), möglichst zertifiziert.

— Die Bezugssubstanzen unter den Bedingungen des Analyseverfahrens dünnschicht-chromatographisch auf das Vorhandensein von Nebenbestandteilen prüfen.

ANMERKUNG 1: Zur Verwendung geeigneter Glassäulen siehe z. B. [8].

ANMERKUNG 2: Die Lösemittel nicht unnötig lange in den Kartuschen stehenlassen, da sich anderenfalls Substanzen aus dem Kunststoff herauslösen können.

8.10 RP-C18-Material (siehe auch 5.2), mittlere Korngröße etwa $40\text{ }\mu\text{m}$, z. B. in Form handelsüblicher Kartuschen oder Glassäulen mit mindestens $1,0\text{ g}$ Füllung je l Probe.

8.9 Aktivkohle, granuliert, mittlere Korngröße 5 mm

8.8 Lösemittel zum Reinigen der HPTLC-Platten; z. B. 2-Propanol, $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$

8.7 Lösemittel zur Fest-Flüssig-Extraktion und zur Herstellung der Stammlösungen, z. B. Hexan, C_6H_{14} ; Methanol, CH_3OH ; Aceton, $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$; Acetonitril, CH_3CN ; Dichlormethan, CH_2Cl_2 oder Essigsäureethylester, $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$

8.6 Fließmittel für die Chromatographie, z. B. tert.-Butylmethylether, $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$; Dichlormethan, CH_2Cl_2 ; Hexan, C_6H_{14} ; und/oder Acetonitril, CH_3CN