

Bodenbeschaffenheit
Bestimmung von ausgewählten Chlorphenolen in Böden
Gaschromatographisches Verfahren
(ISO/CD 14154 : 1998)

DIN
ISO 14154

Einsprüche bis 31. Jul 1998

ICS 13.080

Soil quality – Determination of some selected chlorophenols in
soils – Gaschromatographic method (ISO/CD 14154 : 1998)

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten an den Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V., 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin).

Das internationale Schriftstück ISO/CD 14154 : 1998-02 "Soil quality – Determination of some selected chlorophenols in soils – Gaschromatographic method", ist unverändert in diesen deutschen Norm-Entwurf übernommen worden.

Nationales Vorwort

Dieses internationale Schriftstück wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 "Bodenbeschaffenheit" aufgestellt. Für Deutschland war der NAW I B 3 "Boden – Chemische Bodenuntersuchungsverfahren" im Normenausschuß Wasserwesen, an der Bearbeitung beteiligt.

Es ist erforderlich, bei den Arbeiten nach diesem Norm-Entwurf Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

Die Anhänge A, B, C und D sind informativ.

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

ISO 3696 siehe DIN ISO 3696
ISO 10381-1 siehe E DIN ISO 10381-1
ISO 10381-2 siehe E DIN ISO 10381-2
ISO 10381-3 siehe E DIN ISO 10381-3
ISO 10381-4 siehe E DIN ISO 10381-4
ISO 11465 siehe DIN ISO 11465
ISO 14507 siehe E DIN ISO 14507

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696

Wasser für analytische Laborzwecke – Spezifikation und Prüfverfahren; Identisch mit ISO 3696 : 1987

Fortsetzung Seite 2 bis 14

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

E DIN ISO 5725-2 : 1994

Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen – Teil 2: Ein Grundlegendes Verfahren für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichspräzision von festgelegten Messverfahren

E DIN ISO 10381-1 : 1996

Bodenbeschaffenheit – Probenahme – Teil 1: Anleitung zur Aufstellung von Probenahmeprogrammen; (ISO/DIS 10381-1 : 1995)

E DIN ISO 10381-2 : 1996

Bodenbeschaffenheit – Probenahme – Teil 2: Anleitung für Probenahmetechniken; (ISO/DIS 10381-2 : 1995)

E DIN ISO 10381-3 : 1996

Bodenbeschaffenheit – Probenahme – Teil 3: Anleitung zur Sicherheit; (ISO/DIS 10381-3 : 1995)

E DIN ISO 10381-4 : 1996

Bodenbeschaffenheit – Probenahme – Teil 4: Anleitung zur Vorgehensweise bei der Untersuchung von Bodenverunreinigungen auf städtischen Industriestandorten; (ISO/DIS 10381-4 : 1995)

DIN ISO 11465 : 1997

Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des Trockenrückstandes und des Wassergehalts auf der Grundlage der Masse – Gravimetrisches Verfahren; (ISO 11465 : 1993)

E DIN ISO 14507 : 1996

Bodenbeschaffenheit – Probenvorbehandlung für die Bestimmung von organischen Verunreinigungen in Böden; (ISO/DIS 14507)

Nationaler Anhang NB (informativ)

Tabelle zur Laboratoriumsvergleichsuntersuchung nach Anhang C

Die folgende Tabelle (Erläuterungen siehe Anhang C), die im Vorläuferdokument zu ISO/CD 14154 enthalten war, wurde - wahrscheinlich versehentlich - nicht im ISO/CD 14154 abgedruckt. Zur Vervollständigung der Information wird sie an dieser Stelle ergänzt, mit dem Ziel, sie in der späteren Norm wieder im entsprechenden Anhang einzuführen.

Chlorphenol	Probe	<i>N</i>	<i>P</i>	Sollwert (mg/l)	Mittelwert	Wiederfindungsrate (%)	<i>s_f</i>	<i>V_f</i> (%)	<i>s_R</i>	<i>V_R</i> (%)
2,3-DCP	Probe A	6	1							
	Probe B	6	1							
	Probe C	6	1							
	Probe D	6	6	40	31,4	78,5				
2,4-DCP	Probe A	8	7		0,029		0,007	25,6	0,009	31,6
	Probe B	8	7		0,025		0,004	14,9	0,008	31,4
	Probe C	8	6		0,362		0,030	8,2	0,250	69,2
	Probe D	12	10	40	47,2	118,0	3,10	6,6	14,4	30,5
2,4/2,5-DCP	Probe A	5	5		0,040					
	Probe B	5	5		0,043					
	Probe C	5	3		0,340					
	Probe D	3	3	80	67,9	84,9				
2,5-DCP	Probe A	1	0							
	Probe B	1	0							
	Probe C	1	0							
	Probe D	2	2	40						
2,6-DCP	Probe A	6	2		0,012					
	Probe B	6	2		0,010					
	Probe C	6	1							
	Probe D	10	10	40	35,9	89,7	1,99	5,6	7,42	20,7
3,4-DCP	Probe A	8	7		0,039		0,008	19,5	0,023	58,3
	Probe B	9	6		0,037		0,027	72,0	0,028	76,1
	Probe C	10	9		0,327		0,037	11,4	0,183	55,8
	Probe D	10	9	40	31,8	79,4	2,74	8,6	5,96	18,8
3,5-DCP	Probe A	7	5		0,011					
	Probe B	7	5		0,023					
	Probe C	7	5		0,118					
	Probe D	7	7	40	35,1	87,8	1,97	5,6	2,79	7,9
2,3,4-TCP	Probe A	5	2							
	Probe B	5	3		0,011					
	Probe C	7	7		0,066					
	Probe D	9	9	40	32,5	81,2	1,64	5,1	5,44	16,8
2,3,5-TCP	Probe A	6	1							
	Probe B	6	2		0,005					
	Probe C	6	3		0,075					
	Probe D	6	6	40	31,0	77,6	1,16	3,7	5,17	16,7

(fortgesetzt)

Tabelle C.1 (abgeschlossen)

Chlorphenol	Probe	N	P	Sollwert (mg/l)	Mittelwert	Wiederfindungs- rate (%)	s_r	V_r (%)	s_R	V_R (%)
2,3,6-TCP	Probe A	5	2	40	0,019	116,9	2,56	5,5	22,5	48,0
	Probe B	5	2		0,027					
	Probe C	7	4		0,264					
	Probe D	8	8		46,8					
2,4,5-TCP	Probe A	12	9	40	0,029	110,4	0,005	15,6	0,013	45,6
	Probe B	12	9		0,023		0,005	23,2	0,008	34,6
	Probe C	11	10		0,281		0,029	10,4	0,149	53,0
	Probe D	13	11		44,2		2,02	4,6	7,95	18,0
2,4,6-TCP	Probe A	18	16	60	0,253	89,0	0,027	10,6	0,081	31,8
	Probe B	17	15		0,083		0,014	17,0	0,034	40,8
	Probe C	16	13		1,98		0,244	12,4	1,40	71,1
	Probe D	17	14		53,4		2,80	5,2	9,26	17,3
3,4,5-TCP	Probe A	7	7	20	0,043	90,7	0,024	55,5	0,040	95,1
	Probe B	7	6		0,030		0,011	37,9	0,016	51,9
	Probe C	7	6		1,64		0,136	8,3	0,851	51,9
	Probe D	8	8		18,1		1,54	8,5	6,05	33,3
2,3,4,5-TeCP	Probe A	10	8	20	0,015	97,6	0,002	13,1	0,006	41,8
	Probe B	10	7		0,021		0,020	94,4	0,019	90,2
	Probe C	9	9		0,658		0,076	11,5	0,356	55,5
	Probe D	11	10		19,5		0,855	4,4	3,92	20,1
2,3,4,6-TeCP	Probe A	19	17	60	2,33	88,1	0,266	11,4	1,12	47,9
	Probe B	19	16		2,23		0,271	12,2	1,06	47,7
	Probe C	19	17		193		38,4	19,8	110	56,9
	Probe D	16	13		52,8		2,32	4,4	18,0	34,1
2,3,5,6-TeCP	Probe A	3	0	0						
	Probe B	3	0							
	Probe C	3	1							
	Probe D	4	3							
PCP	Probe A	20	19	200	5,85	78,9	0,548	9,4	2,34	40,0
	Probe B	20	17		1,36		0,212	15,5	0,443	32,4
	Probe C	18	15		1418		183	12,9	646	12,9
	Probe D	17	14		158		12,7	8,1	51,9	32,9

Die Probe, B und C wurden von chlorphenolkontaminierten Böden eines Sägewerks in Finnland hergestellt.
Probe D wurde durch vermischen bekannter Mengen von Chlorphenolen in Wasser hergestellt.

N Anzahl der Laboratorien in der Laboratoriumsvergleichsuntersuchung;
 P Anzahl der Laboratorien, die in die Berechnung einbezogen wurden;
 s_r Wiederholabweichung;
 V_r Wiederholvariationskoeffizient;
 s_R Vergleichsstandardabweichung;
 V_R Vergleichsvariantionskoeffizient.

Deutsche Übersetzung

Bodenbeschaffenheit – Bestimmung von ausgewählten Chlorphenolen in Böden Gaschromatographisches Verfahren

Warnhinweise und Sicherheitsmaßnahmen

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

Extreme Vorsicht muß bei allen Extraktionsschritten, die unter einem Abzug ausgeführt werden sollten, eingehalten werden. Alle Lösungsreste sind zu sammeln und als gefährliche Abfälle zu behandeln.

Mit handelsüblichen Mischungen von Chlorphenolen verunreinigte Böden enthalten oft Verunreinigungen durch polychlorierte Phenoxyphenole (PCPPs), polychlorierte Dibenzo-p-Dioxine und Dibenzofurane, sowie polychlorierten Biphenylen (PCBs) in geringen Konzentrationen. Hieraus ergibt sich ein Kontaminationsrisiko für das Laboratorium.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt die gaschromatographische Bestimmung von 15 Chlorphenolen (2,3-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. Das Verfahren kann auch für andere Feststoffproben, z. B. Sedimente und Abfälle, angewendet werden.

Diese Internationale Norm beschreibt eine Säure/Base-Flüssigextraktion auf Säurebasis, gefolgt von Acetylierung und Flüssig-/Flüssig-Extraktion. Die Bestimmung erfolgt mittels Gaschromatographie und Elektroneneinfangdetektor.

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 Sensitivität für Verbindungen und der Probeneinwaage bestimmt werden. In einigen Fällen kann die vollständige Trennung der Isomere nicht erreicht werden. Dann wird die Summe angegeben (z. B. 2,4- und 2,5-Dichlorphenol).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil der vorliegenden Internationalen Norm sind. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Internationalen Norm waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle normativen Dokumente unterliegen der Überarbeitung. Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf dieser Internationalen Norm basieren, werden gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, ob die jeweils neuesten Ausgaben der im folgenden genannten Normen angewendet werden können. Die Mitglieder von IEC und ISO führen Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

ISO 3696 : 1987

Water for analytical laboratory use – Specification and test methods

ISO 5725-2 : 1994

Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of standard measurement method

ISO 10381-1 : 1994

Soil quality – Sampling – Part 1: Guidance on the design of sampling programmes

ISO 10381-2 : 1994

Soil quality – Sampling – Part 2: Guidance on the design of sampling techniques

ISO 10381-3 : 1994

Soil quality – Sampling – Part 3: Guidance on safety of sampling

ISO 10381-4 : 1994

Soil quality – Sampling – Part 4: Guidance on the procedure for investigation of natural, near natural and cultivated site

ISO 10381-5 : 1994

Soil quality – Sampling – Part 5: Guidance on the investigation of soil contamination of urban and industrial sites