ILNAS-EN ISO 15913:2003 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

ILNAS

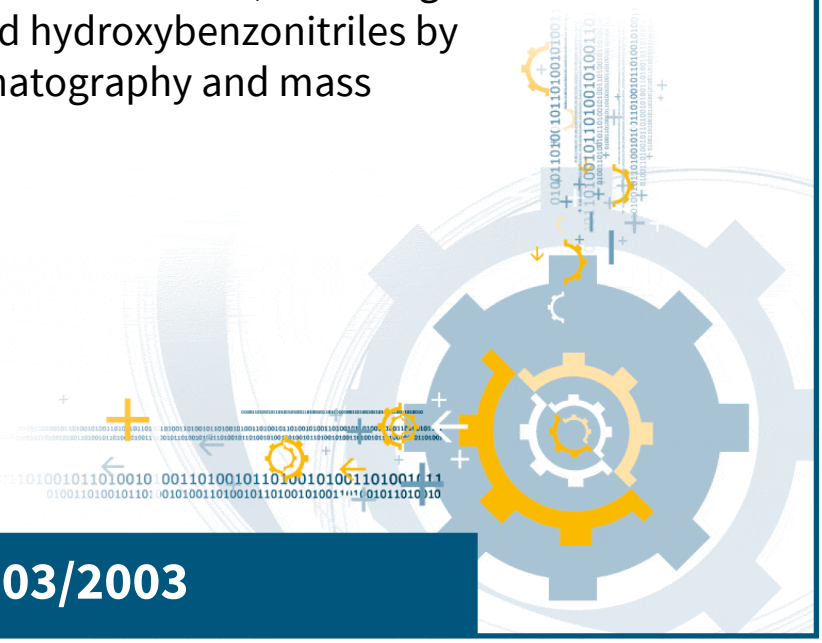
Institut luxembourgeois de la normalisation
de l'accréditation, de la sécurité et qualité
des produits et services

ILNAS-EN ISO 15913:2003

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung ausgewählten Phenoxyalkancarbonsäure-Herbiziden, einschließlich Bentazon und

Qualité de l'eau - Dosage de certains herbicides phénoxyalcanoïques, y compris bentazones et hydroxybenzonitriles, par

Water quality - Determination of selected phenoxyalkanoic herbicides, including bentazones and hydroxybenzonitriles by gas chromatography and mass



03/2003

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm EN ISO 15913:2003 wurde als luxemburgische Norm ILNAS-EN ISO 15913:2003 übernommen.

Alle interessierten Personen, welche Mitglied einer luxemburgischen Organisation sind, können sich kostenlos an der Entwicklung von luxemburgischen (ILNAS), europäischen (CEN, CENELEC) und internationalen (ISO, IEC) Normen beteiligen:

- Inhalt der Normen beeinflussen und mitgestalten
- Künftige Entwicklungen vorhersehen
- An Sitzungen der technischen Komitees teilnehmen

https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html

ILNAS-EN ISO 15913:2003 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

DIESES WERK IST URHEBERRECHTLICH GESCHÜTZT
Kein Teil dieser Veröffentlichung darf ohne schriftliche Einwilligung weder vervielfältigt noch in sonstiger Weise genutzt werden - sei es elektronisch, mechanisch, durch Fotokopien oder auf andere Art!

EUROPÄISCHE NORM
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE

EN ISO 15913

März 2003

ICS 13.060.50

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung ausgewählten Phenoxyalkancarbonsäure-Herbiziden, einschließlich Bentazon und Hydroxybenzonitrilen mittels Gaschromatographie und massenspektrometrischer Detektion nach Fest-Flüssig-Extraktion und Derivatisierung (ISO 15913:2000)

Water quality - Determination of selected phenoxyalkanoic herbicides, including bentazones and hydroxybenzonitriles by gas chromatography and mass spectrometry after solid phase extraction and derivatization (ISO 15913:2000)

Qualité de l'eau - Dosage de certains herbicides phénoxyalcanoïques, y compris bentazones et hydroxybenzonitriles, par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse après extraction en phase solide et dérivatisation (ISO 15913:2000)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 9.Januar 2003 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 letzen 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, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, der Slowakischen Republik, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn 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

© 2003 CEN Alle Rechte der Verwertung, gleich in welcher Form und in welchem Verfahren, sind weltweit den nationalen Mitgliedern von CEN vorbehalten.

Ref. Nr. EN ISO 15913:2003 D

ILNAS-EN ISO 15913:2003 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

Inhalt

Seite

Vorwort **3**

1 Anwendungsbereich **3**

2 Normative Verweisungen **4**

3 Begriffe, Abkürzungen und Indices **4**

4 Grundlage des Verfahrens **5**

5 Störungen **5**

6 Reagenzien **6**

7 Geräte **9**

8 Probenahme **10**

9 Durchführung **10**

10 Auswertung **16**

11 Präzision **18**

12 Analysenbericht **18**

Anhang A (informativ) **Ergebnisse eines Ringversuchs** **19**

Anhang B (informativ) **Weitere Substanzen, die nach diesem Verfahren analysiert werden können** **20**

Anhang C (informativ) **Beispiel für die Hydrolyse von Phenoxyalkancarbonsäureestern** **21**

Anhang D (informativ) **Massenspektren einiger Phenoxyalkancarbonsäure-Herbizide** **22**

Anhang ZA (normativ) **Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen** **26**

ILNAS-EN ISO 15913:2003 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

ILNAS-EN ISO 15913:2003 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

Vorwort

Der Text von ISO 15913:2000 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ der International Organization for Standardization (ISO) erarbeitet und als EN ISO 15913:2000 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, 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 September 2003 (DOP), und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 2003 (DOW) 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, Malta, die Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, die Schweiz, die Slowakische Republik, Spanien, die Tschechische Republik, Ungarn und das Vereinigte Königreich.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 15913:2000 wurde vom CEN als EN ISO 15913:2003 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

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

Die Anhänge A, B, C und D dieser Internationalen Norm sind nur zur Information.

WARNUNG — Diazomethan ist explosiv, extrem giftig und stark reizend. Wenn es in hohen Konzentrationen eingeatmet wird, verursacht es Lungenödeme. Ein Langzeit-Kontakt mit niedrigen Konzentrationen kann zu einer Sensibilisierung mit Asthma-ähnlichen Symptomen führen. Ferner werden Diazomethan und einige seiner Ausgangsprodukte als möglicherweise carcinogen genannt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Phenoxyalkancarbonsäuren in Grund- und Trinkwasser in Massenkonzentrationen ≥ 50 ng/l fest (genauere Information siehe Tabelle A.1 in Anhang A). Beispiele für Phenoxyalkancarbonsäuren, die nach diesem Verfahren bestimmt werden können, siehe Tabelle 1.

Die Anwendbarkeit des Verfahrens auf weitere, in Tabelle 1 nicht genannte Verbindungen oder andere Wasserarten ist nicht ausgeschlossen; sie muss jedoch im Einzelfall geprüft werden (siehe Anhang B).

Tabelle 1 — Pflanzenbehandlungsmittel, deren Bestimmung nach diesem Verfahren erprobt wurde

Name	Summenformel	Relative molare Masse	CAS-Nr
(2,4-Dichlorphenoxy)essigsäure	$C_8H_6Cl_2O_3$	221,0	94-75-7
Mecoprop	$C_{10}H_{11}ClO_3$	214,65	93-65-2
Dichlorprop	$C_9H_8Cl_2O_3$	235,06	120-36-5
MCPA	$C_9H_9ClO_3$	200,6	94-74-6
MCPB	$C_{11}H_{13}ClO_3$	228,67	94-81-5
(2,4,5-Trichlorphenoxy)essigsäure	$C_8H_5Cl_3O_3$	255,5	93-76-5
Bentazon	$C_{10}H_{12}N_2O_3S$	240,3	25057-89-0
Bromoxynil	$C_7H_3Br_2NO$	276,9	1689-84-5
4-(2,4-Dichlorphenoxy)buttersäure	$C_{10}H_{10}Cl_2O_3$	249,1	94-82-6
Fenoprop	$C_9H_7Cl_3O_3$	269,51	93-72-1

ILNAS-EN ISO 15913:2003 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

2 Normative Verweisungen

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

ISO 5667-1:1980, *Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes*.

ISO 5667-2:1991, *Water quality — Sampling — Part 2: Guidance on sampling techniques*.

ISO 5667-3:1994, *Water quality — Sampling — Part 3: Guidance on the preservation and handling of samples.*

3 Begriffe, Abkürzungen und Indices

3.1 Begriff

Für die Anwendung dieser Internationalen Norm gilt folgender Begriff.

3.1.1
Phenoxyalkancarbonsäure-Herbizide
Herbizide, die mit Diazomethan verestert sind und anschließend gaschromatographisch bestimmt werden können

BEISPIEL Zu den typischen Phenoxyalkancarbonsäure-Herbiziden gehören alkylhalogenierte Phenoxysäuren, Hydroxybenzonitrile und Bentazon.

3.2 Abkürzungen

2,4-D (2,4-Dichlorphenoxy)essigsäure

2,4-DB 4-(2,4-Dichlorphenoxy)buttersäure

2,4-DP Dichlorprop

MCCP	Mecoprop
2,4,5-T	(2,4,5,-Trichlorphenoxy)essigsäure
2,4-TP	Fenoprop

3.3 Indices

c	Kalibrierung mit externem Standard
g	Gesamtverfahren
i	Identität der Substanz i
is	interner Standard
j	fortlaufende Nummerierung j für Paarwerte
sam	Probe
sol	Lösemittel

4 Grundlage des Verfahrens

Nach dem Ansäuern werden die Substanzen an einer festen Phase adsorbiert (z. B. RP[1)]-C18-Material); angereichert, mit Lösemittel eluiert, mit Diazomethan methyliert und nach gaschromatographischer Auftrennung mit einem massenspektrometrischen Detektor quantitativ bestimmt. In einigen Fällen können die Substanzen als ihre Ester vorliegen, z. B. Octansäureester. Die Hydrolyse der Wasserprobe (siehe Anhang C) kann zu höheren Konzentrationen an freien Säuren führen.

5 Störungen

5.1 Vorkommen

Störungen können vor allem dann auftreten, wenn andere Wasserarten, z. B. Oberflächenwasser, untersucht werden.

5.2 Probenahme

Um Störungen zu vermeiden, die Probe, wie in Abschnitt 8 angegeben, nehmen.

5.3 Anreicherung

Die im Handel erhältlichen RP-C18-Materialien sind oft von unterschiedlicher Beschaffenheit. Auch können von Charge zu Charge beträchtliche Schwankungen in der Qualität und Selektivität der Materialien eines Herstellers auftreten. Die Wiederfindung einzelner Verbindungen kann in Abhängigkeit von der Konzentration schwanken. Diese daher regelmäßig bei verschiedenen Konzentrationen bestimmen. Kalibrierung und Analyse mit Material aus einer Charge durchführen. Fein disperse Stoffe in der Wasserprobe (z. B. Eisenhydroxid, Calciumcarbonat), die während der Probenahme, Lagerung und Vorbereitung auftreten, sowie eine erhöhte Anzahl an Mikroorganismen können die Packung verstopfen; in diesem Fall die Wasserprobe vor der Anreicherung über ein Glasfaserfilter filtrieren.

5.4 Gaschromatographie und Massenspektrometrie

Die Betriebsbedingungen des verwendeten Gerätes nach den Angaben des Herstellers einstellen und regelmäßig kontrollieren.

---

1) RP = Reversed Phase

ILNAS-EN ISO 15913:2003 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop

Allgemeine Störungen, die durch das Injektionssystem oder durch unzureichende Trennung begründet sind, können durch spezielle Laborerfahrung und unter Zuhilfenahme der zum Gerät gehörenden Betriebsanleitung umgangen werden.

6 Reagenzien

6.1 Allgemeines

Als Reagenzien werden, soweit erhältlich, solche des Reinheitsgrades „zur Rückstandsanalyse“ verwendet. Der Gehalt der Reagenzien und des Wassers an Verunreinigungen, die zum Blindwert beitragen, muss vernachlässigbar klein sein.

6.2 Betriebsgase für die Gaschromatographie und Massenspektrometrie, von hoher Reinheit und nach den Angaben des Geräteherstellers.

6.3 Stickstoff, hochrein, Volumenkonzentration ≥ 99,996 %, zum Trocknen und gegebenenfalls zum Einengen der Eluate.

6.4 Salzsäure, c(HCl) = 2 mol/l.

6.5 Diethylether, $C_4H_{10}O$, stabilisiert.

6.6 Ethanol, C_2H_5OH.

6.7 Essigsäure, CH_3COOH, 10 %ig, wässrige Lösung (zum Abbau von Diazomethan).

6.8 Natriumhydroxid-Lösung, c(NaOH) = 6 mol/l.

6.9 Lösemittel für die Elution, z. B. Aceton, C_3H_6O, oder Methanol, CH_3OH.

6.10 Methanol, CH_3OH, zur Konditionierung.

6.11 Kaliumhydroxid-Lösung, KOH, 60 %.

6.12 Diazald, (*N*-Methyl-*N*-nitroso-4-toluolsulfonamid), $C_8H_{10}N_2O_3S$.

6.13 Festphasenadsorbens, am gebräuchlichsten ist RP-C18-Material, in handelsüblichen Kartuschen oder entsprechenden Glassäulen, nach 7.4 gefüllt mit mindestens 1,0 g.

Zur Selektivität des Materials siehe 5.3.

6.14 Interne Standards, vorzugsweise deuteriert oder ^{13}C-markierte Verbindungen.

Die Standards sind häufig in einer Konzentration von 100 µg/ml im Handel erhältlich. Diese Lösungen mit Aceton verdünnen. Die Endkonzentration in der Wasserprobe muss z. B. 100 ng/l betragen.

6.15 Diazomethan-Lösung

WARNUNG — Diazald ist hautreizend. Jeder Kontakt mit der Haut sollte vermieden werden.

Diazomethan in einer Destillationsapparatur, z. B. nach Bild 1 herstellen.

Aus Sicherheitsgründen der Apparatur zwei Waschflaschen nachschalten. Die erste Waschflasche leer lassen; sie dient als Sicherung gegen zurückschlagende Flüssigkeit, die zweite Waschflasche mit 10%iger Essigsäure (6.7) beschicken.

ILNAS-EN ISO 15913:2003 - Preview only Copy via ILNAS e-Shop