

ILNAS

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

ILNAS-EN ISO 18857-1:2006

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung ausgewählter Alkylphenole - Teil 1: Verfahren für nichtfiltrierte Proben mittels Flüssig-Flüssig-Extraktion und

Water quality - Determination of selected
alkylphenols - Part 1: Method for non-
filtered samples using liquid-liquid
extraction and gas chromatography with

Qualité de l'eau - Dosage d'alkylphénols
sélectionnés - Partie 1: Méthode pour
échantillons non filtrés par extraction en
phase liquide-liquide et

08/2006



Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm EN ISO 18857-1:2006 wurde als luxemburgische Norm ILNAS-EN ISO 18857-1:2006 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>

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!

ICS 13.060.50

Deutsche Fassung

**Wasserbeschaffenheit - Bestimmung ausgewählter Alkylphenole
- Teil 1: Verfahren für nichtfiltrierte Proben mittels Flüssig-
Flüssig-Extraktion und Gaschromatographie mit
massenselektiver Detektion (ISO 18857-1:2005)**

Water quality - Determination of selected alkylphenols -
Part 1: Method for non-filtered samples using liquid-liquid
extraction and gas chromatography with mass selective
detection (ISO 18857-1:2005)

Qualité de l'eau - Dosage d'alkylphénols sélectionnés -
Partie 1: Méthode pour échantillons non filtrés par
extraction en phase liquide-liquide et chromatographie en
phase gazeuse avec détection sélective de masse (ISO
18857-1:2005)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 3. August 2006 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 letzten 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 Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Grundlage des Verfahrens	4
4 Störungen	4
5 Reagenzien	5
6 Geräte	6
7 Probenahme und Probenvorbehandlung	6
8 Durchführung	7
9 Kalibrierung	9
10 Berechnung	12
11 Angabe der Ergebnisse	13
12 Analysenbericht	14
Anhang A (informativ) Geeignete Kapillarsäulen	15
Anhang B (informativ) Chromatogrammbeispiele	16
Anhang C (informativ) Wiederfindungsversuche — 4-Nonylphenol (Isomergemisch)	18
Anhang D (informativ) Beispiel für einen Separator	19
Anhang E (informativ) Verfahrenskenndaten	20
Literaturhinweise	21

Vorwort

Der Text von ISO 18857-1:2005 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 18857-1:2006 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasserbeschaffenheit“ 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 Februar 2007, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2007 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 18857-1:2005 wurde vom CEN als EN ISO 18857-1:2006 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

WARNUNG — Anwender dieser Internationalen Norm sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese Internationale Norm gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

WICHTIG — Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach diesem Teil der ISO 18857 Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 18857 legt ein Verfahren zur Bestimmung von 4-Nonylphenol (Isomerengemisch) und 4-(1,1,3,3-Tetramethylbutyl)phenol in unfiltrierten Trinkwasser-, Grundwasser- und Oberflächenwasserproben fest. Das Verfahren ist im Konzentrationsbereich von 0,005 µg/l bis 0,2 µg/l für 4-(1,1,3,3-Tetramethylbutyl)phenol und von 0,02 µg/l bis 0,2 µg/l für 4-Nonylphenol (Isomerengemisch) anwendbar. In Abhängigkeit von der Matrix kann das Verfahren auch zur Untersuchung von Abwasser im Konzentrationsbereich von 0,1 µg/l bis 50 µg/l angewandt werden. Höhere Konzentrationen können nach entsprechender Verdünnung der Probe bestimmt werden.

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, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

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

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

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

3 Grundlage des Verfahrens

4-(1,1,3,3-Tetramethylbutyl)phenol und 4-Nonylphenol (Isomerengemisch) werden mit Toluol aus der angesäuerten Wasserprobe extrahiert. Falls notwendig, wird der Extrakt vor der gaschromatographischen Trennung mit Kapillarsäulen über Silicagel gereinigt. Die Alkylphenole werden mittels Massenspektrometrie identifiziert und unter Verwendung eines internen Standards über das Gesamtverfahren quantifiziert. Der Responsefaktor für 4-(1,1,3,3-Tetramethylbutyl)phenol und für das technische Isomerengemisch von 4-Nonylphenol wird täglich bestimmt.

4 Störungen

Ausmaß und Signifikanz der Störungen hängen von der Probe ab.

Es gibt zahlreiche Quellen für eine Kontamination der Probe, darunter die Kontamination der Reagenzien während der Lagerung, Kontamination durch Wiederverwendung der Geräte während einer aufeinander folgenden Extraktion von Proben und Standards und Kontamination aus Flaschen- oder Probenfläschchendichtung sowie aus GC-Septen. Organische Polymere können Alkylphenole abgeben und daher erhöhte Werte liefern. Direkten Kontakt mit Kunststoff vermeiden, da dieser Alkylphenole enthalten kann, die die Proben kontaminieren können.

5 Reagenzien

Reagenzien mit vernachlässigbar niedrigen Konzentrationen der Zielverbindungen verwenden und dies durch Blindwertbestimmungen kontrollieren.

5.1 Wasser der Qualität 1 nach ISO 3696.

5.2 Säure, z. B. Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 37\%$ oder Schwefelsäure, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$.

5.3 Silicagel, mittlere Porenweite 6 nm (60 Å), Korngröße 0,063 mm bis 0,2 mm (230 bis 70 mesh).

Etwa 100 g Silicagel zur Reinigung in einem Quarzglas-Becher (6.5) im Muffelofen (6.6) mindestens 10 h auf $(550 \pm 20)^\circ\text{C}$ erhitzen. Das Silicagel auf etwa 100°C abkühlen lassen, in eine Weithals-Glasflasche überführen und in einem Exsikkator auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Wasser (5.1) bis zu einer Konzentration von etwa 3 % Massenanteil hinzufügen. Auf einer Schüttelvorrichtung 2 h homogenisieren. Fest verschlossen aufbewahren.

5.4 Hexan, C_6H_{14} .

5.5 Toluol, C_7H_8 .

Andere Extraktionsmittel können eingesetzt werden, vorausgesetzt, sie liefern gleichwertige Wiederfindungsraten (siehe Anhang C).

5.6 Natriumsulfat, Na_2SO_4 , wasserfrei, pulverisiert.

5.7 Aceton, $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$.

5.8 4-*n*-Nonylphenol(Ring- $^{13}\text{C}_6$)-Lösung, $\text{C}_9\text{H}_{19}\text{[}^{13}\text{C}_6\text{]H}_4\text{-OH}$, 1 ng/μl (als interner Standard).

10 mg 4-*n*-Nonylphenol(Ring- $^{13}\text{C}_6$) in einem 100-ml-Messkolben vorlegen und mit Aceton (5.7) bis zur Marke auffüllen. Diese Lösung mit Aceton (5.7) im Verhältnis 1:100 verdünnen.

Alternativ dürfen interne Standards (z. B. 4-*n*-Nonylphenol), die die Anforderungen an einen internen Standard erfüllen, eingesetzt werden. Ein interner Standard sollte folgenden Anforderungen genügen: Er sollte stabil sein und die Untersuchung des Analyten nicht stören. Seine Molekülstruktur sollte der des Analyten weitestgehend ähneln, weil er dann dieselben Eigenschaften wie der Analyt z. B. hinsichtlich Adsorptionsverhalten auf Glasoberflächen, Verhalten bei der Extraktion und Anreicherung besitzt. Er sollte nicht in der Probenmatrix vorhanden sein.

5.9 4-Nonylphenol-Lösung, $\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{O}$, 1 ng/μl, Bezugslösung.

10 mg 4-Nonylphenol, $\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{O}$ (technisches Isomerengemisch), CAS-Nr 84852-15-3, in einem 100-ml-Messkolben vorlegen und mit Toluol (5.5) bis zur Marke auffüllen. Diese Lösung im Verhältnis 1:100 mit Toluol (5.5) oder Aceton (5.7) verdünnen, wenn über das Gesamtverfahren (9.3, 9.4) kalibriert wird.

5.10 4-(1,1,3,3-Tetramethylbutyl)phenol-Lösung, $\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{O}$, 1 ng/μl, Bezugslösung.

10 mg 4-(1,1,3,3-Tetramethylbutyl)phenol, $\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{O}$, CAS-Nr 140-66-9, in einem 100-ml-Messkolben vorlegen und mit Toluol (5.5) bis zur Marke auffüllen. Diese Lösung im Verhältnis 1:100 mit Toluol (5.5) oder Aceton (5.7) verdünnen, wenn über das Gesamtverfahren (9.3, 9.4) kalibriert wird.

Die Lösungen 5.8, 5.9 und 5.10 im Kühlschrank lichtgeschützt aufbewahren und ihre Konzentration vor Gebrauch kontrollieren.

ANMERKUNG Die Lösungen 5.8, 5.9 und 5.10 sind im Handel erhältlich.

5.11 Stickstoff, N_2 , $\geq 99,996\%$.