DIN EN ISO 6468:1997-02 (D)

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung ausgewählter Organochlorinsektizide, Polychlorbiphenyle und Chlorbenzole - Gaschromatographisches Verfahren nach Flüssig-Flüssig-Extraktion (ISO 6468:1996); Deutsche Fassung EN ISO 6468:1996

Inhalt

Seite

Vorwort 2

1 Anwendungsbereich 2

2 Normative Verweisungen 5

3 Grundlage des Verfahrens 5

4 Reagenzien 5

5 Geräte 8

6 Probenahme und Probenvorbereitung 9

7 Durchführung 9
7.1 Probenvorbehandlung 9
7.2 Extraktion und Abtrennung 10
7.2.1 Extraktion durch Schütteln in der Probenflasche und Abtrennung in einem Scheidetrichter 10
7.2.2 Extraktion mit Magnet- oder Hochgeschwindigkeitsrührer und Abtrennung in einem Mikroseparator 11
7.3 Konzentrieren des Extraktes 11
7.3.1 Konzentrieren im Kuderna-Danish-Verdampfer 11
7.3.2 Konzentrieren mit einem Rotationsverdampfer 11
7.4 Gaschromatographie 12
7.5 Vorreinigung (clean-up) und Abtrennung 12
7.5.1 Vorreinigung über eine Aluminiumoxid-Aluminiumoxid/Silbernitratsäule 13
7.5.2 Vorreinigung über Silicagel 13
7.6 Blindwertbestimmung 15

8 Kalibrierung 15
8.1 Kalibrierung mit externem Standard, nicht über das Gesamtverfahren 15
8.2 Kalibrierung des Gesamtverfahrens mit externem Standard 16
8.2.1 Herstellung der wäßrigen Bezugslösungen 16
8.2.2 Aufstellen der Bezugskurve 17
8.3 Bestimmung der Wiederfindungsrate 17
8.4 Rekalibrierung 18

9 Identifizierung und Auswertung 18
9.1 Identifizierung einer Einzelsubstanz 18
9.2 Auswertung 19
9.2.1 Auswertung mit Hilfe der Rekalibrierung nach 8.1 19
9.2.2 Auswertung mit Hilfe der Rekalibrierung nach 8.2 20
9.3 Zusammenfassung der Ergebnisse 20

10 Angabe der Ergebnisse 20

11 Verfahrenskenndaten 21

12 Analysenbericht 21

Anhang A (normativ) Vorreinigung des Extraktes mit pyrogenem Kupfer zur Entfernung von Schwefel 23
A.1 Herstellen des pyrogenen Kupfers 23
A.2 Anwendung 23

Anhang B (informativ) Beispiele für gaschromatographische Bedingungen und die zugehörigen Gaschromatogramme 24

Anhang C (informativ) 29

Anhang D (informativ) 30

Anhang E (informativ) 31

Anhang F (informativ) 32

Anhang G (informativ) Vorreinigung über Silicagel-Makrosäule 33

Anhang H (informativ) 34

Anhang ZA (normativ) Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen 35