

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

**Gemeinsam erfaßbare Stoffgruppen (Gruppe F)**Bestimmung von Benzol und einigen Derivaten mittels  
Gaschromatographie (F 9)**DIN**  
**38 407**  
Teil 9

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; jointly determinable substances (group F); determination of benzene and some derivatives by gas chromatography (F 9)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues; substances déterminables ensemble (groupe F); dosage du benzène et quelques dérivées avec la chromatographie gazeuse (F 9)

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

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

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

## 1 Allgemeine Angaben

In dieser Norm werden zwei Verfahren zur Probenvorbereitung angegeben, die Dampfraumanalyse (siehe Abschnitt 3) und die Extraktion (siehe Abschnitt 4). Welches Verfahren im Einzelfall anzuwenden ist, hängt von der Problemstellung und der apparativen Ausrüstung ab; die Entscheidung ist vom Analytiker zu treffen. In jedem Fall muß die Art der Probenvorbereitung mit dem Ergebnis angegeben werden.

## 2 Anwendungsbereich

Nach diesem Verfahren können Benzol, Toluol, Xylol, Ethylbenzol, Chlorbenzol und 1,4-Dichlorbenzol in Wasser und Abwasser im Konzentrationsbereich ab 5 µg/l bestimmt werden<sup>1)</sup><sup>2)</sup>). Zur Bestimmung dieser Verbindungen in höheren Konzentrationen siehe Abschnitt 4.7.1.

Weitere Derivate und andere unpolare Verbindungen im gleichen Siedebereich können nach diesem Verfahren ebenfalls untersucht werden; jedoch muß die Anwendbarkeit des Verfahrens im Einzelfall überprüft werden.

<sup>1)</sup> Siehe Tabellen 10 bis 12

<sup>2)</sup> Niedrigere Bestimmungsgrenzen lassen sich gegebenenfalls mit der dynamischen Dampfraumanalyse (Purge and Trap, Closed Loop Stripping) erzielen.

Fortsetzung Seite 2 bis 36

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

Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, gestattet.

### **3 Gaschromatographische Bestimmung von Benzol und einigen Derivaten durch Dampfraumanalyse**

#### **3.1 Grundlage des Verfahrens**

Ein definiertes Volumen der unfiltrierten Wasserprobe wird in einer mit einem Septum verschlossenen, gasdichten Flasche auf z.B. 80°C erwärmt. Dabei stellt sich nach einer bestimmten Zeit ein Verteilungsgleichgewicht der in Wasser gelösten Aromaten zwischen Gasphase und flüssiger Phase ein. Aus dem Dampfraum wird ein Aliquot entnommen, in einen Gaschromatographen überführt und analysiert. Benzol und einige Derivate werden auf 2 Kapillarsäulen unterschiedlicher Polarität (z. B. Simultanteilung [1]) und mittels Flammenionisation detektiert und bestimmt.

#### **3.2 Störungen**

Durch Verdampfen oder Ausblasen können bei der Probenahme, dem Proben-transport, der -lagerung und der -vorbereitung Verluste an Benzol und seinen Derivaten auftreten. Aromaten in der Umgebungsluft können die Wasserproben und das Wasser für Blindversuche kontaminieren. Daraus ergeben sich Mehrbefunde bzw. höhere Bestimmungsgrenzen (siehe Abschnitt 3.7.6). Um Verluste durch Sorption oder Einschleppen durch Desorption weitgehend auszuschließen, sollte die Wasserprobe nicht mit Kunststoffteilen in Berührung kommen.

Störungen durch suspendierte Partikel oder Emulgatoren sind bei der Dampfraumanalyse erfahrungsgemäß geringer als bei dem Extraktionsverfahren. Höhere Gehalte an Lösemitteln beeinträchtigen das Verteilungsgleichgewicht im Dampfraum. Eine zweite flüssige Phase in der Wasserprobe schließt die Anwendung der Dampfraumanalyse aus. In diesem Fall beschränkt sich die Untersuchung auf die wäßrige Phase; dabei kann der Anteil der nichtwäßrigen Phase nach DIN 38409 Teil 19 bestimmt werden.

Zur Beseitigung von Störungen des gaschromatographischen Systems wird auf das Handbuch des Geräteherstellers verwiesen.

Die gaschromatographische Bestimmung von Benzol und einigen Derivaten kann durch Überlagerung mit anderen Kohlenwasserstoffen gestört werden, besonders, wenn die Probe Mineralölbestandteile (z. B. Vergaserkraftstoffe) enthält<sup>3)</sup>.

Weichen die Meßergebnisse einer gesuchten Substanz aus den beiden Chromatogrammen stark voneinander ab (siehe Abschnitte 3.7.4 und 3.9), so ist die Bestimmung mit einer weiteren Trennphase (siehe Tabelle 1) oder einer selektiven Detektion (siehe Abschnitt 3.7.4) durchzuführen.

#### **3.3 Bezeichnung**

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung von Benzol und einigen Derivaten mittels Gaschromatographie (F 9) durch Dampfraumanalyse (1):

Verfahren DIN 38407 — F 9-1

<sup>3)</sup> Die Gefahr der Säulenüberladung ist zu berücksichtigen.

### 3.4 Geräte

- Standflaschen, Nennvolumen 250 ml und 2 l, aus braunem Glas mit flüssigkeitsdicht schließendem Stopfen, z. B. Standflasche DIN 12036 — E 250 G oder Standflasche mit PTFE-<sup>4)</sup> oder aluminiumkaschiertem Schraubverschluß
- Magnetrührer
- Heizvorrichtung, z. B. Wasserbad
- PTFE-ummantelte Magnetrührstäbe, Länge etwa 4 cm
- Vollpipetten, Nennvolumen 1, 2, 5, 10, 25 und 50 ml, z. B. Pipette DIN 12691 — VPAS 1
- Waschflaschenaufsatz mit Kernschliff DIN 12242 - KNS 29/32 und mit Glasfritte, Porosität 3
- Dispenser, Nennvolumen 100 ml, z. B. nach DIN 12650 Teil 3
- Meßkolben, Nennvolumen 100, 250 und 1000 ml, z. B. Meßkolben DIN 12664 - MSA 100
- Probenflaschen mit PTFE-beschichtetem Septum und Verschlusskappe, geeignet für die Dampfraumanalyse und passend für das verwendete automatische Dampfraumdosiersystem, mit gleichen Volumina
- Verschlusszange für die Probenflaschen
- Automatische Dampfraumdosiervorrichtung mit Thermostatisiereinrichtung, vorzugsweise mit Einrichtung für konstantes Temperieren, volumen- oder zeitgesteuert, für den verwendeten Gaschromatographen bzw. für die manuelle Dampfraumdosierung beheizbare, gasdichte Injektionsspritze, Nennvolumen 2,5 ml
- Rollrandglas mit PTFE-Septum und Verschlusskappe, Nennvolumen 10 ml, für die Herstellung der Standardlösung
- Kapillar-Gaschromatograph mit Flammenionisationsdetektor; Gasversorgung entsprechend der Herstelleranleitung
- Kapillarsäulen zur Gaschromatographie (siehe Abschnitt 3.7.4 und Tabelle 1)
- Injektionsspritzen, Nennvolumen z. B. 10, 50 und 100 µl
- Auswerteeinheit, z. B. Schreiber, Integrator

### 3.5 Chemikalien

Der Gehalt des Wassers und der verwendeten Reagenzien an den zu bestimmenden Substanzen soll im Vergleich zum Meßbereich vernachlässigbar klein sein.

---

<sup>4)</sup> Polytetrafluorethylen