

1.1.45 Benzol

Prinzip

Die unfiltrierte Wasserprobe wird mit einem unpolaren Lösemittel (z. B. Pentan) extrahiert und der Extrakt gaschromatographisch und mit einem Flammenionisationsdetektor untersucht.

Geräte

Standflaschen, Nennvolumen 250 ml und 2 l, aus braunem Glas mit flüssigkeitsdicht schließendem Stopfen
 Magnetrührer
 Heizvorrichtung
 PTFE-ummantelte Magnetrührstäbe
 Mikroseparator
 Vollpipetten
 Dispensor, 100 ml
 Messkolben, 100, 250 und 1000 ml
 Probenflaschen mit PTFE-beschichtetem Septum und Verschlusskappe
 Kapillar-Gaschromatograph mit Flammenionisationsdetektor
 Kapillarsäulen
 Injektionspritzen
 Kieselglaswolle

Reagenzien

Betriebsgase für die Gaschromatographie
 Pentan
 Benzol als Bezugssubstanz
 Dimethylformamid
 Deuterotoluol (Toluol-d₈)

Probenahme

Die Wasserprobe am günstigsten in gewogenen, braunen Standflaschen, Nennvolumen 250 ml, mit Schliffstopfen, entnehmen und aufbewahren; für verschieden beladene Wässer getrennte Flaschensätze verwenden. Die gereinigten Gefäße vor ihrer Verwendung mit der Öffnung nach unten mindestens eine Stunde bei 150 °C im belüfteten Trockenschrank ausheizen. Beim Transport dafür sorgen, dass die Proben nicht erwärmt werden. Lässt sich eine Lagerung der Proben nicht vermeiden, die Proben auf ca. 4 °C kühlen. Die Extraktion möglichst innerhalb von 48 Stunden durchführen, da die Extrakte bezüglich des Gehaltes an Aromaten wesentlich haltbarer sind als die

Wasserproben. Bei der Herstellung von Mischproben ist es zweckmäßig, die einzelnen Proben gesondert zu extrahieren und dann die Extrakte zu mischen, da sonst Verluste an flüchtigen Stoffen auftreten können.

Ausführung

Die auf ca. 4 °C gekühlte Wasserprobe in einen Messkolben mit tief ange-setzter Messmarke geben, den internen Standard zufügen und mit gekühltem Pentan überschichten. Durch Rühren mit dem Magnetrührer oder Schütteln (5 min von Hand oder auf der Schüttelmaschine) extrahieren. Zur Vermeidung von Verlusten durch Verdampfen ist es zweckmäßig, unter Eiskühlung zu arbeiten. Bei unvollständiger Phasentrennung kann die Extraktionsmittel-ausbeute unter Verwendung eines Mikroseparators, der mit Kieselglaswolle-bausch versehen ist, verbessert werden. Bei guter Phasentrennung und aus-reichendem Volumen der organischen Phase ein Aliquot des Extraktes mög-lichst sofort gaschromatographisch untersuchen. Kann der Extrakt nicht sofort analysiert werden, diesen kühl aufbewahren.

Kalibrierung

Es wird eine Bezugsfunktion aus mehreren Messpunkten aufgestellt (min-destens 3). Ausgehend von einer Stammlösung durch Verdünnen mit dem selben Extraktionsmittel geeignete Bezugslösungen herstellen. Die einzelnen Verdünnungsschritte sollen das Verhältnis 1 : 100 nicht überschreiten. Der Bezugslösung ebenfalls eine bestimmte Masse des in Aceton gelösten internen Standards zusetzen. Als interner Standard kann Toluol-d₈ oder Deuterotoluol herangezogen werden. Die Zugabe des internen Standards sollte eine Konzentration von 1 mg/l nicht überschreiten. Aus den relativen Peakhöhen wird der Kalibrierfaktor aus bekannter Konzentration ermittelt.

Berechnung

Die Berechnung der Konzentrationen erfolgt über die Erfassung der Peak-höhen. Die Konzentration der zu bestimmenden Substanz in der Probe er-rechnet sich wie folgt:

$$C = \frac{H_{pr}}{H_{st}} \times f$$

C = Konzentration der Substanz in der Probe, in mg/l
 H_{pr} = Peakhöhe der Substanz in der Probe
 H_{st} = Peakhöhe des internen Standards der Probe
 f = Kalibrierfaktor

Angabe der Ergebnisse

In µg/l ohne Dezimalen

Grenzwert

Nach der TrinkwV 2001 (D): 0,001 mg/l

Literatur

1. DEV DIN 38407 - F 9 1991 - 5