



BODENSCHUTZ

ALEX-INFORMATIONSBLATT 10

Vorgehensweise bei der Bestimmung des Phenolgehaltes

ALEX-Informationsblatt 10/2011
Mainz, Mai 2011

Hinweis: aktualisierte Fassung

IMPRESSUM

Herausgeber: Landesamt für Umwelt, Wasserwirtschaft
und Gewerbeaufsicht Rheinland-Pfalz
Kaiser-Friedrich-Straße 7
55116 Mainz

© 2011

Nachdruck und Wiedergabe nur mit Genehmigung des Herausgebers

INHALTSVERZEICHNIS

1	Vorgehensweise bei der Phenolbestimmung	4
2	Störungen	5
3	Literaturhinweise:	7

1 VORGEHENSWEISE BEI DER PHENOL-BESTIMMUNG

Aromatische Kohlenwasserstoffe mit Hydroxid-Gruppen am aromatischen Ring werden als Phenole bezeichnet. Je nach der Anzahl der OH-Gruppen unterteilt man sie in ein-, zwei- und mehrwertige Phenole. Einfach aufgebaute und leichter flüchtige Phenole sind meist anthropogener Herkunft, während die komplizierter strukturierten höhermolekularen meist zu den Huminstoffen zählen, die i.d.R. geogenen Ursprungs sind. Phenole sind wichtige technische Stoffe und dienen z. B. zur Herstellung von Farbstoffen, Gerbstoffen, Kunstharzen, Desinfektionsmitteln, Photochemikalien oder Pflanzenschutzmitteln.

Analytisch bedeutsam ist die Unterscheidung in wasserdampfflüchtige und nichtwasserdampfflüchtige Phenole. Die Flüchtigkeit nimmt in der Reihenfolge Kresole, Xylenole, Phenol, Naphthol, Brenzcatechin, Hydrochinon und anderer mehrwertiger Phenole ab. Phenole gehören jedoch auch zum charakteristischen Schadstoffspektrum der Gaswerke und sind u.a. deshalb in die BBodSchV aufgenommen worden.

Um natürliche Phenole weitgehend auszuschließen, wird die Wasserdampfdestillation als Trennschritt gefordert. Die Flüchtigkeit mit Wasserdampf ist stark pH-abhängig.

Das Verfahren zur Bestimmung des Phenolindex (DIN 38409-H 16) umfasst als Konventionsverfahren alle Phenole, die mehr oder weniger stark eine Farbstoff-Kupplungsreaktion (verwendete Reagenzien: p-Nitroanilin oder 4-Aminoantipyrin) eingehen. Eine exakte Trennung der einzelnen Phenolgruppen ist aufgrund der Flüchtigkeit nicht möglich.

Je nach Art des zu untersuchenden Wassers kommen folgende Verfahren zur Anwendung:

1.1 DIN 38409-H16-1 (Phenolindex ohne Destillation nach Farbstoffextraktion)

Dieses Verfahren ist geeignet für mäßig belastete Wässer, wenn wasserdampfflüchtige und nicht wasserdampfflüchtige, oxidativ kupplungsfähige Substanzen erfasst werden sollen. Oxidativ kupplungsfähige Substanzen sind außer einigen Phenolen z.B. auch aromatische Amine. Das Verfahren ist nicht geeignet für cyanidhaltige Wasserproben (Störung der Farbstoffreaktion durch Cyanid).

Anwendungsbereich: 10 - 150 µg/l, bezogen auf Phenol

1.2 DIN 38409-H16-2 (Phenolindex nach Destillation und Farbstoffreaktion)

Mit diesem Verfahren werden unter den Reaktionsbedingungen nur wasserdampf­flüchtige, oxidativ kupplungsfähige Substanzen erfasst. Die gleichzeitige Bestimmung aromatischer Amine kann, falls erforderlich, weitgehend ausgeschlossen werden, wenn die Wasserprobe aus stark schwefelsaurer Lösung (pH-Wert 0,5) destilliert wird.

Anwendungsbereich: 10 - 150 µg/l, bezogen auf Phenol

1.3 c) DIN 38409-H16-3 (Phenolindex nach Destillation ohne Farbstoffreaktion)

Dieses Verfahren wird angewandt, wenn höhere Konzentrationen an wasserdampf­flüchtigen, oxidativ kupplungsfähigen Substanzen im Wasser zu erwarten sind.

Anwendungsbereich: 0,1 - 10 mg/l, bezogen auf Phenol

Außer dem Verfahren DIN 38409-H16-1 kann analog den Verfahren DIN 38409-H16-2 und H16-3 auch die Bestimmung des Phenolindex im Boden durchgeführt werden. Hierzu wird Bodenmaterial in Wasser aufgeschlämmt und einer Wasserdampfdestillation unterworfen. Da die Bestimmung des Phenolindex im Boden nicht normiert ist, kann für das Mengenverhältnis Boden/Wasser z.Zt. keine Empfehlung gemacht werden. Das Mengenverhältnis Boden/Wasser ist in den Hausmethoden der Labors unterschiedlich. Das aufgefangene Destillat wird dann, wie für Wasser beschrieben, nach dem Verfahren DIN 38409-H16-2 oder H16-3 weiterbehandelt.

2 STÖRUNGEN

- **Oxidierende Substanzen:** Sind in der Wasserprobe oxidierende Substanzen wie z.B. Chlor oder Jod vorhanden, so sind diese sofort nach der Probenahme durch Ascorbinsäure zu reduzieren.
- **Reduzierende Substanzen:** Enthält die Wasserprobe reduzierende Substanzen wie z.B. Schwefeldioxid, Nitrit usw. (Prüfung der Wasserprobe z.B. mit Kaliumjodat-Stärke), so ist das Verfahren H16-1 nicht anwendbar. Es ist dann je nach Art des Wassers das

Verfahren H16-2 oder H16-3 anzuwenden. In diesem Fall muss die Wasserprobe nach Zusatz von Eisen (III)-Sulfat bei einem pH-Wert von 4 bzw. 0,5 destilliert werden.

- **Färbende Substanzen:** Wasserinhaltsstoffe, die farbig sind oder in Anwesenheit von 4-Aminoantipyrin farbige Stoffe bilden, können einen Phenolindex vortäuschen. Zu ihrer Feststellung ist die Wasserprobe wie in dem zur Anwendung kommenden Verfahren für die Phenolindex-Bestimmung zu behandeln, jedoch ohne Zusatz von 4-Aminoantipyrin. Die hierbei erhaltene Extinktion (Blindwert) wird von dem Wert für die Extinktion der farbigen Wasserprobe abgezogen.
- **Cyanide:** Enthält die Wasserprobe Cyanidgehalte > 1 mg/l, ist das Verfahren H16-1 nicht anwendbar. Es ist dann das Verfahren H16-2 oder H16-3 anzuwenden. Der Wasserprobe wird dann vor der Destillation 5 ml Cobaltsulfat-Lösung zugeführt.

Prüfwerte < 10 µg/l sind instrumentell nur mit Hilfe von Analyseverfahren für definierte Phenol-Einzelverbindungen überprüfbar.

Sofern kein konkreter Verdacht auf anthropogene Phenole vorliegt, sollte folgende pragmatische Vorgehensweise (gestuftes Vorgehen) angewandt werden:

- Im Grund-, Sicker- und Oberflächenwasser sowie Eluat sollte in einem Schritt der Phenolindex gesamt (DIN 38409-H16-1) bestimmt werden
- Ist der Phenolindexgesamt-Gehalt < 50 µg/l (Erfahrungswert), sind i.d.R. keine weitergehenden Untersuchungen erforderlich, vorausgesetzt, die Probe ist organoleptisch unauffällig, d.h. sie darf nicht nach Phenolen riechen.
- Ist der Phenolindexgesamt-Gehalt > 50 µg/l (Erfahrungswert), sind die Phenole wasserdampfflüchtig (DIN 38409-H16-2) zu bestimmen.
- Sofern die Phenole wasserdampfflüchtig < 10 µg/l sind, sind i.d.R. keine weitergehenden Untersuchungen erforderlich, vorausgesetzt, die Probe ist organoleptisch unauffällig, d.h. sie darf nicht nach Phenolen riechen.
- Sind die Phenole wasserdampfflüchtig > 10 µg/l, so ist eine Aufschlüsselung des Summenparameters Phenole wasserdampfflüchtig (Einzelstoff-Analytik) erforderlich. Die Analytik der Phenol-Einzelverbindungen ist nach den entsprechenden DIN Normen der BBodSchV durchzuführen.

3 LITERATURHINWEISE:

- DIN 38409 Teil 16: Bestimmung des Phenol-Index (H16), Juni 1984
- H.H. Rump, B. Scholz "Untersuchung von Abfällen, Reststoffen und Abfällen", VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1995