

# DIN EN 17813:2024-03 (D)

Feststoffe in der Umwelt - Bestimmung von Halogenen und Schwefel durch oxidative pyrohydrolytische Verbrennung, gefolgt von Ionenchromatographie; Deutsche Fassung EN 17813:2023

---

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	7
1 Anwendungsbereich.....	8
2 Normative Verweisungen .....	8
3 Begriffe .....	8
4 Kurzbeschreibung.....	8
5 Störungen.....	9
5.1 Störungen während der Verbrennung .....	9
5.2 Störungen während der Absorption .....	9
5.3 Störungen während der Ionenchromatographie .....	9
6 Reagenzien und Gase.....	9
6.1 Allgemeines.....	9
6.2 Reagenzien für die Ionenchromatographie .....	10
6.2.1 Eluenten .....	10
6.2.2 Wasser, mit einem spezifischen Widerstand $\geq 18 \text{ M}\Omega \text{ cm}$ (25 °C) .....	10
6.2.3 Natriumcarbonat (wasserfrei), $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .....	10
6.2.4 Bromid-, Chlorid-, Fluorid- und Sulfat-Stammlösungen, jeweils $c = 1\,000 \text{ mg/l}$ .....	10
6.2.5 Bromid-, Chlorid-, Fluorid- und Sulfat-Standardlösungen.....	11
6.3 Reagenzien und Gase für die Verbrennung .....	12
6.3.1 Inertgas, z. B. Argon, Reinheit $\geq 99,9 \%$ (v/v).....	12
6.3.2 Sauerstoff, Reinheit $\geq 99,9 \%$ (v/v).....	12
6.4 Kontrollstandards.....	12
6.4.1 Allgemeines.....	12
6.4.2 4-Brombenzoesäure, $\text{C}_7\text{H}_5\text{BrO}_2$ , Reinheit $\geq 99 \%$ (m/m), CAS-Nr. 586-76-5.....	12
6.4.3 4-Chlorbenzoesäure, $\text{C}_7\text{H}_5\text{ClO}_2$ , Reinheit $\geq 99 \%$ (m/m), CAS-Nr. 74-11-3.....	12
6.4.4 Dibenzothiophen, $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{S}$ , Reinheit $\geq 99 \%$ (m/m), CAS-Nr. 132-65-0.....	12
6.4.5 4-Fluorbenzoesäure, $\text{C}_7\text{H}_5\text{FO}_2$ , Reinheit $\geq 99 \%$ (m/m), CAS-Nr. 456-22-4.....	12
6.4.6 Xylen, $\text{C}_8\text{H}_{10}$ in Analysequalität, CAS-Nr. 1330-20-7.....	12
6.4.7 Beispiel für eine Brom-, Chlor-, Fluor- und Schwefel-Kontrollstandardlösung, jeweils $c = 1\,000 \text{ mg/l}$ .....	12
6.4.8 Beispiel für eine Brom-, Chlor-, Fluor- und Schwefel-Kontrollstandardlösung, jeweils $c = 10 \text{ mg/l}$ und $100 \text{ mg/l}$ .....	12
6.5 Reagenzien für die Absorption .....	12
6.5.1 Allgemeines.....	12
6.5.2 Wasserstoffperoxidlösung, $\text{H}_2\text{O}_2$ , etwa $30 \%$ (m/m), in Elektronikqualität .....	13
6.5.3 Natriummethansulfonat, $\text{CH}_3\text{SO}_3\text{Na}$ .....	13
7 Geräte.....	13
7.1 Verbrennungsgerät.....	13
7.1.1 Verbrennungsapparatur.....	13
7.1.2 Verbrennungsgefäß.....	14
7.1.3 Absorptionsgefäß.....	14
7.2 Ionenchromatographie (IC)-System.....	14
7.2.1 Allgemeines.....	14
7.2.2 Eluenten-Vorratsbehälter .....	15

7.2.3	Hochdruck-Pumpe.....	15
7.2.4	Probeninjiziersystem.....	15
7.2.5	Schutzsäule.....	15
7.2.6	Trennsäule .....	15
7.2.7	Leitfähigkeitsdetektor und Suppressor .....	15
7.2.8	Datenverarbeitungsgerät .....	15
7.2.9	Qualität des Trennsystems.....	15
8	Probenahme und Probenvorbereitung.....	16
9	Durchführung.....	17
9.1	Verbrennung.....	17
9.1.1	Allgemeines.....	17
9.1.2	Blindwertbestimmung.....	17
9.2	Absorption.....	17
9.3	Ionenchromatographie .....	18
9.3.1	Allgemeines.....	18
9.3.2	Kalibrierung.....	18
9.3.3	Messung.....	18
9.4	Erstprüfung und arbeitstägliche Kontrollen.....	18
9.4.1	Erstprüfung der Eignung von Laboratorien .....	18
9.4.2	Arbeitstägliche Kontrolle .....	19
10	Berechnung .....	19
11	Angabe der Ergebnisse .....	20
12	Prüfbericht .....	20
Anhang A (informativ) Verfahrenskenndaten .....		21
Literaturhinweise.....		26

**Bilder**

Bild 1	— Schematische Darstellung eines Verbrennungs-Ionenchromatographen mit Hydropyrolyse, direkt gekoppelt an ein Ionenchromatographiesystem.....	14
Bild 2	— Schematische Darstellung eines Ionenchromatographie-Systems.....	15
Bild 3	— Schematische Darstellung der Parameter zur Bestimmung der Auflösung.....	16

**Tabellen**

Tabelle 1	— Einwaage und Vorbehandlung der Salze für Stammlösungen .....	10
Tabelle A.1	— Verfahrenskenndaten der Methode für den Parameter Fluor.....	22
Tabelle A.2	— Verfahrenskenndaten der Methode für den Parameter Chlor.....	23
Tabelle A.3	— Verfahrenskenndaten der Methode für den Parameter Brom .....	24
Tabelle A.4	— Verfahrenskenndaten der Methode für den Parameter Schwefel .....	25