

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), Na_2CO_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, C_8H_{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 mg/l	12
6.5 Reagenzien für die Absorption	12
6.5.1 Allgemeines.....	12
6.5.2 Wasserstoffperoxidlösung, H_2O_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