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 ≥ 18 MΩ cm (25 °C) 10
6.2.3 Natriumcarbonat (wasserfrei), Na_2CO_3 10
6.2.4 Bromid-, Chlorid-, Fluorid- und Sulfat-Stammlösungen, jeweils $c = 1\,000$ 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 ≥ 99,9 % (v/v) 12
6.3.2 Sauerstoff, Reinheit ≥ 99,9 % (v/v) 12
6.4 Kontrollstandards 12
6.4.1 Allgemeines 12
6.4.2 4-Brombenzoesäure, $C_7H_5BrO_2$, Reinheit ≥ 99 % (m/m), CAS-Nr. 586-76-5 12
6.4.3 4-Chlorbenzoesäure, $C_7H_5ClO_2$, Reinheit ≥ 99 % (m/m), CAS-Nr. 74-11-3 12
6.4.4 Dibenzothiophen, $C_{12}H_8S$, Reinheit ≥ 99 % (m/m), CAS-Nr. 132-65-0 12
6.4.5 4-Fluorbenzoesäure, $C_7H_5FO_2$, Reinheit ≥ 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 $c = 1\,000$ mg/l 12
6.4.8 Beispiel für eine Brom-, Chlor-, Fluor- und Schwefel-Kontrollstandardlösung, jeweils $c = 10$ 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, CH_3SO_3Na 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