

DIN 38405-52



ICS 13.060.50

**Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und
Schlammuntersuchung –
Anionen (Gruppe D) –
Teil 52: Photometrische Bestimmung des gelösten Chrom(VI) in
Wasser (D 52)**

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge –
Anions (group D) –

Part 52: Photometric determination of dissolved chromium(VI) in water (D 52)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des
boues –

Anions (groupe D) –

Partie 52: Détermination photométrique du chrome dissous (VI) dans l'eau (D 52)

Gesamtumfang 33 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Störungen	7
4.1 Allgemeines	7
4.2 Probenahme, Konservierung, Lagerung	7
4.3 Störungen der Photometrie	8
5 Grundlage des Verfahrens	8
6 Bezeichnung	8
7 Reagenzien	8
8 Geräte	12
9 Probenahme, Probenvorbehandlung und Probenlagerung	12
9.1 Probenahme	12
9.2 Proben mit reduzierenden oder oxidierenden Substanzen	12
9.3 Berücksichtigung der Eigenabsorption gefärbter Proben	13
9.4 Probenlagerung	13
10 Durchführung	13
10.1 Allgemeines	13
10.2 Erforderliche Reagenzien-Konzentrationen im Reaktionsgefäß	13
10.3 Erforderliche Reagenzien-Konzentrationen im Reaktionsgefäß für die Messung der Eigenabsorption	14
10.4 Messung	14
10.5 Kalibrierung	14
10.6 Messung von Chrom(VI)	14
10.7 Prüfen der Gültigkeit der Kalibrierfunktion	15
10.8 Berechnung mit Berücksichtigung des Ordinatenabschnitts	15
10.9 Berechnung bei Nullpunkteinstellung des Photometers	15
11 Angabe der Ergebnisse	16
12 Analysenbericht	16
13 Verfahrenskennndaten	16
Anhang A (normativ) Manuelle statische Technik	17
A.1 Anwendungsbereich der manuellen statischen Technik	17
A.2 Grundlage der manuellen statischen Technik	17
A.3 Störungen	17
A.4 Reagenzien	17
A.5 Geräte	17
Anhang B (normativ) Automatisierte statische Techniken	18
B.1 Anwendungsbereich der automatisierten statischen Techniken	18

B.2	Grundlage der automatisierten statischen Techniken.....	18
B.3	Störungen	18
B.4	Reagenzien.....	18
B.5	Geräte.....	18
Anhang C (normativ) Automatisierte dynamische Techniken		19
C.1	Fließinjektions-Analysentechnik (FIA)	19
C.1.1	Anwendungsbereich der FIA	19
C.1.2	Grundlagen der FIA.....	19
C.1.3	Störungen	19
C.1.4	Reagenzien.....	19
C.1.5	Geräte.....	20
C.1.6	Beispiel.....	20
C.2	Kontinuierliche Durchflussanalysentechnik (CFA)	21
C.2.1	Anwendungsbereich der CFA	21
C.2.2	Grundlagen der CFA.....	21
C.2.3	Störungen	21
C.2.4	Reagenzien.....	21
C.2.5	Geräte.....	21
C.2.6	Beispiel.....	22
C.3	Ionenchromatographie mit Nachsäulenreaktionstechnik (IC-PCR).....	23
C.3.1	Anwendungsbereich der IC-PCR	23
C.3.2	Grundlage der IC-PCR.....	23
C.3.3	Störungen	23
C.3.4	Reagenzien.....	24
C.3.5	Geräte.....	24
C.3.6	Beispiel.....	24
C.3.7	Qualitätsanforderungen an das Trennsystem	25
Anhang D (normativ) Berechnungen zum Einstellen der Reagenzien-Konzentrationen, Volumina und Durchflüsse.....		26
D.1	Statische Techniken.....	26
D.2	Dynamische Techniken	27
Anhang E (informativ) Verfahrenskennndaten		29
Literaturhinweise.....		32

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitskreis NA 119-01-03-01-28 AK „Photometrische Verfahren“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

Die vorliegende Norm enthält das vom DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW) und von der Wasserchemischen Gesellschaft - Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh) - gemeinsam erarbeitete Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung:

Photometrische Bestimmung des gelösten Chrom(VI) in Wasser (D 52).

Die als DIN-Normen veröffentlichten Deutschen Einheitsverfahren sind bei der Beuth Verlag GmbH einzeln oder zusammengefasst erhältlich. Außerdem werden die genormten Deutschen Einheitsverfahren in der Loseblattsammlung „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ gemeinsam von der Beuth Verlag GmbH und der Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA publiziert.

Normen oder Norm-Entwürfe mit dem Gruppentitel „*Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung*“ sind in folgende Gebiete (Haupttitel) aufgeteilt:

Allgemeine Angaben (Gruppe A)

Sensorische Verfahren (Gruppe B)

Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)

Anionen (Gruppe D)

Kationen (Gruppe E)

Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F)

Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)

Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)

Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)

Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)

Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)

Einzelkomponenten (Gruppe P)

Schlamm und Sedimente (Gruppe S)

Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Telefon 030 2601-2448, oder die Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin, Auskunft.

Einleitung

Chrom ist ein wichtiger Rohstoff im industriellen Herstellungsprozess, der Trinkwasserquellen (z. B. Grundwasser, Oberflächenwasser) kontaminieren kann. Die häufigsten Oxidationsstufen des Chroms sind +3 und +6. Die hexavalente Form (Cr(VI)) ist weitaus toxischer und wassergefährdender als die dreiwertige Form (Cr(III)).

Der Chromgehalt hängt von mehreren Faktoren ab: der Verfügbarkeit von Chrom im Gestein, dem Verwitterungsstadium und der Umgebung. Chrom(VI) kommt hauptsächlich im aeroben Milieu vor; unter reduzierenden / anaeroben Bedingungen wird Chrom(VI) zu Chrom(III) reduziert.

In Grundwasserleitern kommt Chrom(VI) natürlich vor, meist in geringen Konzentrationen in Abhängigkeit vom Vorkommen in geologischen Formationen, z. B. vulkanischen Gesteinen.

Weitere Chrom(VI)-Kontaminationsquellen für die Umwelt bilden industrielle Aktivitäten, wie z. B. die Herstellung von Textilien, Ledergerbung oder Galvanisierung.

Eine empfindliche und spezifische photometrische Methode zur Bestimmung von hexavalentem Chrom ist die Reaktion mit 1,5-Diphenylcarbazid (DPC). Die meisten standardisierten Verfahren beruhen auf der DPC-Chemie, legen jedoch unterschiedliche Reaktionsbedingungen fest.

Dieses Verfahren beschreibt eine einheitliche Vorgehensweise, die für verschiedene photometrische Messeinrichtungen, wie statische oder dynamische Techniken, anwendbar ist. Die verfügbaren Techniken sind unterschiedlich empfindlich. Die Wahl der zur Messung verwendeten Technik richtet sich nach der in der Probe erwarteten Chrom(VI)-Konzentration.

WARNUNG — Diese Norm gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Arbeitgebers, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur photometrischen Bestimmung von gelöstem Chrom(VI) bei Anwendung manueller, z. B. Handphotometrie, oder automatisierter statischer, z. B. Einzelanalysensystem, oder automatisierter dynamischer Techniken, z. B. Fließinjektionsanalytik (FIA), kontinuierliche Durchflussanalytik (CFA), oder Ionenchromatographie mit Nachsäulenderivatisierung (IC-PCR), fest.

Die Wahl der einzusetzenden analytischen Technik und bedarfsorientierter Probenvorbereitung (z. B. Matrixentfernung) ermöglicht die Bestimmung von Chrom(VI) in Konzentrationen $\geq 0,02 \mu\text{g/l}$ in Rohwasser, Trinkwasser, Oberflächenwasser, wässrigen Eluaten, Kühlwasser und gereinigtem Abwasser, sofern die Matrix keine reduzierenden Stoffe enthält. Typische Anwendungsbereiche für die statischen Techniken sowie FIA und CFA sind Proben mit Chrom(VI)-Konzentrationen $\geq 2 \mu\text{g/l}$. Beim Einsatz von Küvetten mit großen optischen Weglängen, z. B. $> 100 \text{ mm}$, kann der Anwendungsbereich zu Konzentrationen $< 2 \mu\text{g/l}$ Chrom(VI) hin erweitert werden (Anhang A; Anhang B; Anhang C, Abschnitte C.1 und C.2). Bei der Anwendung von Kopplungstechniken (z. B. IC-PCR) lassen sich Chrom(VI)-Konzentrationen $\geq 0,02 \mu\text{g/l}$ bestimmen (Anhang C, Abschnitt C.3).

Bei einigen Wässern mit reduzierenden Inhaltsstoffen kann es bereits wenige Stunden nach der Probenahme zu Chrom(VI)-Verlusten kommen, weshalb das Verfahren z. B. für Sickerwasser aus Deponien und Rohabwässer nicht validiert wurde.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 38402-51, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 51: Kalibrierung von Analysenverfahren — Lineare Kalibrierfunktion (A 51)*

DIN 38402-60:2013-12, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 60: Analytische Qualitätssicherung für die chemische und physikalisch-chemische Wasseruntersuchung (A 60)*

DIN EN ISO 7393-2, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von freiem Chlor und Gesamtchlor — Teil 2: Kolorimetrisches Verfahren mit N,N-Dialkyl-1,4-Phenylendiamin für Routinekontrollen*

DIN ISO 8466-2, *Wasserbeschaffenheit — Kalibrierung und Auswertung analytischer Verfahren und Beurteilung von Verfahrenskennwerten — Teil 2: Kalibrierstrategie für nichtlineare Kalibrierfunktionen zweiten Grades*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- DIN-Terminologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term/>
- DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

4 Störungen

4.1 Allgemeines

Matrixstörungen werden durch in der Probe anwesende Verunreinigungen hervorgerufen. Der Einfluss der Matrixstörungen kann erheblich variieren und ist abhängig von der Art der Probe. Matrixstörungen können durch Wiederfindungs- oder Aufstockversuche erkannt werden.

4.2 Probenahme, Konservierung, Lagerung

Oxidationsmittel (z. B. Peroxyessigsäure, Permanganat) oder Chlor, Chlordioxid, Wasserstoffperoxid und Ozon, die zur Desinfektion in der Trinkwasseraufbereitung zum Einsatz kommen, können stören. Deren Vorhandensein kann erforderlichenfalls nach DIN EN ISO 7393-2 oder mit Kaliumiodid-Stärke-Testpapier (7.20) geprüft und durch Zugabe von Natriumsulfit (7.17 oder 7.18) beseitigt werden. Überschüssiges Sulfit wird mit Natriumhypochlorit-Lösung II (7.14) entfernt.

ANMERKUNG 1 Die in Tabelle 1 aufgeführten Oxidationsmittel stören nicht, wenn die angegebenen Konzentrationen nicht überschritten werden.

Tabelle 1 — Obergrenze¹ der Massenkonzentrationen einzelner Desinfektionsmittel, bis zu der unter den gegebenen Reaktionsbedingungen keine signifikanten Störungen auftreten

Desinfektionsmittel	Konzentration mg/l
Chlor	0,6
Chlordioxid	0,4
Wasserstoffperoxid	0,2
Ozon	0,1

Sulfid in Konzentrationen > 0,2 mg/l stört das Verfahren.

Wertigkeitsänderungen werden durch Zugabe von Ammoniumhydroxid/Ammoniumsulfat-Lösung (7.6) bei einem sich ergebenden pH-Wert zwischen 8 und 9,5 verhindert (Abschnitt 9).

ANMERKUNG 2 In einigen Wässern kann eine langsame Reduktion von Chrom(VI) auftreten.

Eine saure Konservierung der Proben sollte wegen des erhöhten Oxidationspotentials von Chrom(VI) im Säuren und der damit verbundenen Reduktion von Chrom(VI) vermieden werden [1], [2].

In der Probe anwesende Chrom(III)- und andere Metall-Ionen können an der Probenahmestelle mittels Kationenaustauscher-Kartusche (8.7, [3]) entfernt oder in Ammoniumhydroxid/Ammoniumsulfat-Lösung (7.6) mit Aluminiumsulfat-Lösung (7.16) als Fällungshilfe ausgefällt und durch Filtration entfernt werden.

1 QUELLE: DIN EN ISO 18412: 2007-02, DIN EN ISO 23913: 2009-09

4.3 Störungen der Photometrie

Störungen durch Eigenfärbung der Probe sind zu berücksichtigen (9.3).

Proben mit einem pH-Wert $> 9,5$ sind durch Zugabe von Schwefelsäure (7.2) vor der Analyse auf einen pH-Wert zwischen 8 und 9,5 einzustellen, um die Anforderungen nach 10.2 einzuhalten.

Vanadium-Ionen stören, wenn ihre Konzentration zehnmal höher ist als die des Chrom(VI), sowie generell in Konzentrationen > 4 mg/l.

Molybdän- und Quecksilber-Ionen reagieren mit dem Reagenz zu einem roten Farbstoff. Die Intensität des Farbstoffs ist wesentlich niedriger als die des mit Chrom(VI) gebildeten, so dass bei dem eingestellten pH-Wert Konzentrationen von bis zu 200 mg/l Molybdän und Quecksilber toleriert werden können. Solche Konzentrationen sind jedoch in den von diesem Dokument abgedeckten wässrigen Matrices äußerst unwahrscheinlich.

Eisen in Konzentrationen > 1 mg/l kann eine gelbe Farbe erzeugen, die jedoch bei der festgelegten Wellenlänge keine signifikante Störung darstellt. Eisen in partikulärer Form ist durch Filtration zu entfernen.

ANMERKUNG Siehe auch ISO 11083:1994.

5 Grundlage des Verfahrens

Chrom(VI) reagiert mit 1,5-Diphenylcarbazon unter Bildung eines rotvioletten Chrom-1,5-Diphenylcarbazon-Komplexes. Die Extinktion dieses Komplexes wird bei (540 ± 10) nm (Extinktionsmaximum bei 544 nm) gemessen. Die Reaktion kann wahlweise durch Anwendung manueller (zum Beispiel klassische Photometrie) oder automatisierter statischer (zum Beispiel Einzelanalysensystem) oder automatisierter dynamischer Techniken (z. B. Fließinjektionsanalysetechnik (FIA), kontinuierliche Durchflussanalysetechnik (CFA) oder Ionenchromatographie (IC)) durchgeführt werden. Anhang A enthält Informationen zu den manuellen statischen Techniken, Anhang B zu den automatisierten statischen Techniken und Anhang C beschreibt dynamische Techniken.

Die Bestimmung der Chrom(VI)-Konzentration erfolgt nach Kalibrierung nach DIN 38402-51 oder DIN ISO 8466-2.

Kontrolluntersuchungen sind erforderlich, um die Gültigkeit der Kalibrierfunktion sicherzustellen. Mehrfachbestimmungen können notwendig sein. Die Anwendung des Verfahrens der Standardaddition kann erforderlich sein, wenn Matrixstörungen zu erwarten sind.

Der Anwender darf andere Messtechniken wählen als in den Anhängen A, B und C beschrieben, solange keine Änderungen bei der Probenahme und -vorbehandlung (Abschnitt 9) sowie an den erforderlichen Reagenzien-Konzentrationen im Reaktionsgefäß (10.2, 10.3) vorgenommen werden.

6 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur photometrischen Bestimmung des gelösten Chrom(VI) in Wasser (D 52):

Verfahren DIN 38405 — D 52

7 Reagenzien

Sofern erhältlich, sind Reagenzien der Qualität „zur Analyse“ (oder besserer Qualität), die frei von Chrom(VI)-Verbindungen sind, zu verwenden. Wenn nicht anders angegeben, sind die Reagenzien mit einer Genauigkeit von $\pm 1\%$ der nominalen Masse zu wiegen. Falls erforderlich, dürfen alternative Konzentrationen und Volumina zu den im Folgenden beschriebenen Lösungen hergestellt und verwendet werden. Alternativ dürfen im Handel erhältliche Lösungen mit entsprechender und erforderlicher Spezifikation verwendet werden. Die im Folgenden beschriebenen Reagenzien dienen dazu, die in 10.2 definierten Reagenzien-Konzentrationen im Reaktionsgefäß einzustellen.

7.1 Wasser, mit einem spezifischen elektrischen Widerstand $\geq 18,2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ (25 °C). Das Wasser darf keinen messbaren Gehalt an Chrom(VI) oder störenden Verbindungen oberhalb eines Drittels der Berichtsbestimmungsgrenze (nach DIN 38402-60:2013-12) des Verfahrens aufweisen.

7.2 Schwefelsäure, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 5 \text{ mol/l}$.

7.3 Ethanol, $c(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 17,17 \text{ mol/l}$.

7.4 Ammoniumsulfat, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

7.5 Ammoniumhydroxid-Lösung, $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 13,3 \text{ mol/l}$.

7.6 Ammoniumhydroxid/Ammoniumsulfat-Lösung.

In einem 100-ml-Messkolben 3,3 g Ammoniumsulfat (7.4) in etwa 75 ml Wasser (7.1) lösen, 6,5 ml Ammoniumhydroxid-Lösung (7.5) zugeben und mit Wasser (7.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung enthält 250 mmol/l Ammoniumsulfat und 865 mmol/l Ammoniumhydroxid.

Die Lösung ist, bei Raumtemperatur in Polyethen- oder Glasflaschen aufbewahrt, einen Monat haltbar.

7.7 1,5-Diphenylcarbazon, $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}$.

7.8 Angesäuerte Farbreagenz-Lösung.

In einem 250-ml-Messkolben 0,125 g 1,5-Diphenylcarbazon (7.7) in 25 ml Ethanol (7.3) lösen, etwa 190 ml Wasser (7.1) und 25 ml Schwefelsäure (7.2) hinzugeben und mit Wasser (7.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung enthält 2 mmol/l 1,5-Diphenylcarbazon, 1 717 mmol/l Ethanol und 500 mmol/l Schwefelsäure.

In Abhängigkeit von der verwendeten Analysentechnik kann es erforderlich sein, andere Konzentrationen in der angesäuerten Farbreagenzlösung einzustellen. Das ist zulässig, sofern die in 10.2 angegebenen Konzentrationen in der Küvette eingehalten werden.

Die Lösung ist, bei $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$ in Glasflaschen gelagert, fünf Tage haltbar.

ANMERKUNG 1 In Abhängigkeit von der verwendeten Analysentechnik kann es erforderlich sein, die Schwefelsäurelösung und die Farbreagenz-Lösung (aus den Komponenten DPC, Ethanol und Wasser) getrennt herzustellen.

ANMERKUNG 2 Der Einsatz eines Ultraschallgeräts kann den Lösevorgang des 1,5-Diphenylcarbazon beschleunigen.

7.9 Reagenzien zur Herstellung von Chrom(VI)-Standard- und Kalibrierlösungen.

Lösungen, die mit Kaliumdichromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) oder Kaliumchromat (K_2CrO_4) hergestellt wurden, sowie im Handel erhältliche Chrom(VI)-Lösungen entsprechender und erforderlicher Spezifikation sind für die Herstellung von Chrom(VI)-Standard- und Chrom(VI)-Kalibrierlösungen geeignet. In 7.9.2 bis 7.10 sind Beispiele für die Herstellung von Lösungen mit Kaliumdichromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) angegeben. In Abhängigkeit von der in der Probe zu erwartenden Chrom(VI)-Konzentration dürfen zusätzliche Standardlösungen geeigneter Chrom(VI)-Konzentration aus der Chrom(VI)-Standardlösung I (7.9.2) hergestellt werden. Zu beachten ist, dass die Gefahr von Konzentrationsänderungen durch Wechselwirkung mit dem Gefäßmaterial mit abnehmender Chrom(VI)-Konzentration zunimmt.

7.9.1 Kaliumdichromat, $K_2Cr_2O_7$.**7.9.2 Chrom(VI)-Standardlösung I, $\rho(Cr(VI)) = 1\,000\text{ mg/l}$.**

Etwa 1 g Kaliumdichromat (7.9.1) 2 h bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ trocknen. Im Exsikkator abkühlen. In einem 100-ml-Messkolben $(0,283 \pm 0,001)$ g getrocknetes Kaliumdichromat in etwa 80 ml Wasser (7.1) lösen und mit Wasser (7.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, bei $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$ in Polyethen- oder Glasflaschen aufbewahrt, mindestens 12 Monate haltbar.

7.9.3 Chrom(VI)-Standardlösung II, $\rho(Cr(VI)) = 10\text{ mg/l}$.

In einen 100-ml-Messkolben 1,0 ml der Chrom(VI)-Standardlösung I (7.9.2) pipettieren und mit Wasser (7.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, bei $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$ in Polyethen- oder Glasflaschen aufbewahrt, mindestens drei Monate haltbar.

7.9.4 Chrom(VI)-Standardlösung III, $\rho(Cr(VI)) = 1\text{ mg/l}$.

In einen 100-ml-Messkolben 10 ml der Chrom(VI)-Standardlösung II (7.9.3) pipettieren und mit Wasser (7.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, bei $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$ in Polyethen- oder Glasflaschen aufbewahrt, mindestens einen Monat haltbar.

7.10 Chrom(VI)-Kalibrierlösungen.

Je nach erwarteter Chrom(VI)-Konzentration in der Probe 5 bis 10 Kalibrierlösungen herstellen, deren Konzentrationen so gleichmäßig wie möglich über den Kalibrierbereich verteilt sind.

Beispielsweise für den Arbeitsbereich von $10\text{ }\mu\text{g/l}$ bis $55\text{ }\mu\text{g/l}$ Chrom(VI) oder $0,5\text{ }\mu\text{g/l}$ bis $5\text{ }\mu\text{g/l}$ Chrom(VI) wie folgt vorgehen: In eine Reihe von 100-ml-Messkolben die Volumina nach Tabelle 2 beziehungsweise Tabelle 3 pipettieren und mit Wasser (7.1) bis zur Marke auffüllen.

**Tabelle 2 — Beispiel für das Herstellen der Kalibrierlösungen
für den Arbeitsbereich $10\text{ }\mu\text{g/l}$ bis $55\text{ }\mu\text{g/l}$ Chrom**

Volumen Chrom(VI)- Standardlösung II (7.9.3) in 100 ml	100 μl	150 μl	200 μl	250 μl	300 μl	350 μl	400 μl	450 μl	500 μl	550 μl
$\rho(Cr(VI))\text{ (}\mu\text{g/l)}$	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55

**Tabelle 3 — Beispiel für das Herstellen der Kalibrierlösungen
für den Arbeitsbereich $0,5\text{ }\mu\text{g/l}$ bis $5\text{ }\mu\text{g/l}$ Chrom**

Volumen Chrom(VI)- Standardlösung III (7.9.4) in 100 ml	50 μl	100 μl	150 μl	200 μl	250 μl	300 μl	350 μl	400 μl	450 μl	500 μl
$\rho(Cr(VI))\text{ (}\mu\text{g/l)}$	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5

Die Kalibrierlösungen am Tag ihres Gebrauchs herstellen.