

DIN EN ISO 11885



ICS 13.060.50

Ersatz für
DIN EN ISO 11885:1998-04

**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte
Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007);
Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009**

Water quality –

Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission
spectrometry (ICP-OES) (ISO 11885:2007);

German version EN ISO 11885:2009

Qualité de l'eau –

Dosage d'éléments choisis par spectroscopie d'émission optique avec plasma induit par
haute fréquence (ICP-OES) (ISO 11885:2007);

Version allemande EN ISO 11885:2009

Gesamtumfang 37 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der NA 119-01-03-01-11 AK „Atomspektrometrische Verfahren und Mineralisierung“ des NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Diese Norm ist Bestandteil der Reihe

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

Kationen (Gruppe E).

Bezeichnung des Verfahrens:

Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (E 22):

Verfahren DIN EN ISO 11885 — E 22

Für die Anwendung in Deutschland wird folgender Hinweis gegeben:

In 3.10 Nachweisgrenze X_{LD} wird in der Legende zu s_0 auf ISO/TS 13530:2009 verwiesen.

s_0 die Standardabweichung des ausreißerfreien Ergebnisses von mindestens **zehn** Messungen einer Reagenzien-Blindwert-Lösung (3.14)

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 5667-1	siehe DIN EN ISO 5667-1
ISO 5667-3	siehe DIN EN ISO 5667-3
ISO 5667-15	siehe E DIN EN ISO 5667-15
ISO 7027	siehe DIN EN ISO 7027
ISO 8466-1	siehe DIN 38402-51
ISO 15587-1	siehe DIN EN ISO 15587-1
ISO 15587-2	siehe DIN EN ISO 15587-2

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.

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

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

Alle für die Abwasserverordnung (AbwV^{*)}) nach § 7a des Gesetzes zur Ordnung des Wasserhaushaltes (Wasserhaushaltsgesetz — WHG^{*)}) über „Anforderungen an das Einleiten von Abwasser in Gewässer“ relevanten Einheitsverfahren sind zusammen mit der AbwV und dem WHG als Loseblattsammlung „Analysenverfahren in der Abwasserverordnung — Rechtsvorschriften und Normen“ (Ergänzungsbände) von der Beuth Verlag GmbH herausgegeben worden.

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

Allgemeine Angaben (Gruppe A)	(DIN 38402)
Sensorische Verfahren (Gruppe B)	(DIN 38403)
Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)	(DIN 38404)
Anionen (Gruppe D)	(DIN 38405)
Kationen (Gruppe E)	(DIN 38406)
Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F)	(DIN 38407)
Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)	(DIN 38408)
Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)	(DIN 38409)
Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)	(DIN 38410)
Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)	(DIN 38411)
Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)	(DIN 38412)
Einzelkomponenten (Gruppe P)	(DIN 38413)
Schlamm und Sedimente (Gruppe S)	(DIN 38414)
Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)	(DIN 38415).

Außer den in der Reihe DIN 38402 bis DIN 38415 genormten Untersuchungsverfahren liegen eine Reihe Europäischer und Internationaler Normen als DIN-EN-, DIN-EN-ISO- und DIN-ISO-Normen vor, die ebenfalls Bestandteil der „Deutschen Einheitsverfahren“ sind.

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 (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin), Auskunft.

^{*)} Nachgewiesen in der DITR-Datenbank der DIN Software GmbH, zu beziehen bei: Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 11885:1998-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Norm wurde an den aktuellen Stand der Technik angepasst;
- b) die Verfahrenskenndaten wurden mit neuen Ringversuchen aktualisiert;
- c) die Störungen wurden ausführlicher beschrieben;
- d) die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 38406-22: 1988-03

DIN EN ISO 11885: 1998-04

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 32633, *Chemische Analytik — Verfahren der Standardaddition — Verfahren, Auswertung*

DIN 38402-51, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Kalibrierung von Analysenverfahren, Auswertung von Analysenergebnissen und lineare Kalibrierfunktionen für die Bestimmung von Verfahrenskenngrößen (A 51)*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

DIN EN ISO 5667-1, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Erstellung von Probenahmeprogrammen und Probenahmetechniken*

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Wasserproben*

E DIN EN ISO 5667-15, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 15: Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Schlamm- und Sedimentproben*

DIN EN ISO 7027, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der Trübung*

DIN EN ISO 15587-1, *Wasserbeschaffenheit — Aufschluss für die Bestimmung ausgewählter Elemente in Wasser — Teil 1: Königswasser-Aufschluss*

DIN EN ISO 15587-2, *Wasserbeschaffenheit — Aufschluss für die Bestimmung ausgewählter Elemente in Wasser — Teil 2: Salpetersäure-Aufschluss*

Deutsche Fassung

**Wasserbeschaffenheit —
Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv
gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie
(ICP-OES) (ISO 11885:2007)**

Water quality —
Determination of selected elements by inductively coupled
plasma optical emission spectrometry (ICP-OES)
(ISO 11885:2007)

Qualité de l'eau —
Dosage d'éléments choisis par spectroscopie d'émission
optique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-OES)
(ISO 11885:2007)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 14. Mai 2009 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Begriffe	5
4 Grundlage des Verfahrens.....	9
5 Empfohlene Wellenlängen, Bestimmungsgrenzen und wichtige spektrale Störungen	9
6 Störungen	13
6.1 Allgemeines.....	13
6.2 Spektrale Störungen.....	13
6.3 Nicht-spektrale Störungen.....	14
6.4 Kompensation nicht-spektraler Störungen durch die Anwendung interner Standards	15
7 Reagenzien	15
8 Geräte.....	18
9 Probenahme und Konservierung	19
9.1 Allgemeine Anforderungen.....	19
9.2 Probenahme für die Bestimmung der gelöst vorliegenden Elemente	20
9.3 Probenahme für die Bestimmung der partikulär vorliegenden Elemente	20
9.4 Probenahme für die Bestimmung des Gesamtgehalts der Elemente	20
9.5 Vorbehandlung der Proben	20
10 Durchführung	22
10.1 Allgemeines.....	22
10.2 Leistungsprüfung des Geräts.....	23
10.3 Auswertung	23
10.4 Unabhängige Kalibrierprüfung.....	23
11 Angabe der Ergebnisse.....	24
12 Analysenbericht.....	25
Anhang A (informativ) Spezielle Aufschlussverfahren	26
Anhang B (informativ) Verfahrenskennndaten	27
Anhang C (informativ) Beschreibung der im Ringversuch verwendeten Probenmatrices	31
Literaturhinweise	33

Vorwort

Der Text von ISO 11885:2007 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 11885:2009 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 2009, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2009 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 11885:1997.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 11885:2007 wurde vom CEN als EN ISO 11885:2009 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Bei der Anwendung dieser Norm ist es unter Berücksichtigung des untersuchten Arbeitsbereichs notwendig zu prüfen, ob und in welchem Umfang zusätzliche Maßnahmen eingehalten werden sollten.

WARNUNG — Anwender dieser Internationalen Norm sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese Internationale Norm gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

WICHTIG — Es ist unbedingt notwendig, dass Untersuchungen nach dieser Internationalen Norm von entsprechend ausgebildetem Personal ausgeführt werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren für die Bestimmung von gelösten Elementen, Elementen die an Partikel gebunden vorliegen („partikulär“) und des Gesamtgehalts an Elementen in verschiedenen Wässern (z. B. Grund-, Oberflächen-, Roh-, Trink-, und Abwasser) für die folgenden Elemente fest: Aluminium, Antimon, Arsen, Barium, Beryllium, Bismut, Bor, Cadmium, Calcium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Gallium, Indium, Eisen, Blei, Lithium, Magnesium, Mangan, Molybdän, Nickel, Phosphor, Kalium, Selen, Silicium, Silber, Natrium, Strontium, Schwefel, Zinn, Titan, Wolfram, Vanadium, Zink und Zirkonium.

Unter Berücksichtigung der spezifischen und zusätzlich auftretenden Störungen können diese Elemente auch in wässrigen Aufschlüssen, mit Aufschlussverfahren für Schlämme und Sedimente (z. B. wässrige Aufschlüsse nach ISO 15587-1 oder ISO 15587-2) bestimmt werden. Dieses Verfahren ist für Abwässer geeignet, deren Gehalt an partikulären Stoffen unter 2 g/l liegt. Der Anwendungsbereich des Verfahrens darf auf andere Matrices oder höhere Gehalte an partikulären Stoffen ausgedehnt werden, wenn gezeigt werden kann, dass zusätzlich auftretende Störungen berücksichtigt und entsprechend eliminiert werden. Es ist die Aufgabe des Anwenders der Norm, die Eignung des Verfahrens für den Zweck zu belegen.

Empfohlene Wellenlängen, Bestimmungsgrenzen und wichtige spektrale Störungen für ausgewählte Elemente werden in Abschnitt 5 (Tabelle 1) aufgeführt.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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).

ISO Guide 30, *Terms and definitions used in connection with reference materials*

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 5667-1, *Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques*

ISO 5667-3, *Water quality — Sampling — Part 3: Guidance on the preservation and handling of water samples*

ISO 7027, *Water quality — Determination of turbidity*

ISO 15587-1, *Water quality — Digestion for the determination of selected elements in water — Part 1: Aqua regia digestion*

ISO 15587-2, *Water quality — Digestion for the determination of selected elements in water — Part 2: Nitric acid digestion*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Genauigkeit

Grad der Übereinstimmung zwischen einem Messergebnis und dem anerkannten Referenzwert

ANMERKUNG Bei Anwendung auf eine Gruppe von Messdaten beschreibt der Begriff „Genauigkeit“ die Kombination aus zufälligen und systematischen Fehlerkomponenten. Genauigkeit umfasst Präzision und Richtigkeit.

3.2

Analyt

zu bestimmende(s) Element(e)

3.3

Äquivalent-Konzentration des Hintergrundsignals

BEC

diejenige Elementkonzentration die erforderlich ist, ein Analyt-Signal der gleichen Intensität zu erzeugen wie das Signal des Hintergrunds

3.4

Kalibrierblindwert-Lösung

in der gleichen Weise wie die Kalibrierlösung hergestellte Lösung, bei der jedoch der Analyt weggelassen wird

3.5

Kalibrierlösung

zur Kalibration des Geräts verwendete Lösung, die aus (einer) Stammlösung(en) oder einem zertifizierten Standard hergestellt wird

3.6

Kontrollstandard

Lösung bekannter Zusammensetzung mit einer Konzentration des/der Analyten innerhalb der Spannweite der Kalibration, aber von dieser unabhängig hergestellt

3.7

Bestimmung

gesamter Prozess von der Vorbereitung der Probenlösung bis einschließlich der Messung und Berechnung des Endergebnisses

3.8

Kontrolllösung zur Feststellung der Leistungsfähigkeit des Geräts

Lösung die verwendet wird, um die Drift des Geräts für relevante Analyten zu bestimmen und zu kontrollieren

3.9

Linearität

enge, lineare mathematische Beziehung zwischen dem (gemittelten) Ergebnis der Messung (Signal) und der Menge (Konzentration) des zu bestimmenden Analyten

3.10

Nachweisgrenze

X_{LD}

kleinste Menge oder Konzentration eines Analyten in der Prüfprobe, die verlässlich von null unterschieden werden kann

ANMERKUNG Die Nachweisgrenze ist zu berechnen als:

$$X_{LD} = 3 s_0$$

Dabei ist

X_{LD} die Nachweisgrenze;

s_0 die Standardabweichung des ausreißerfreien Ergebnisses von mindestens drei Messungen einer Reagenzien-Blindwert-Lösung (3.14)^{N1)}

[ISO 13530]^{N2)}

N1) Nationale Fußnote: Hinweis im nationalen Vorwort beachten.

N2) Nationale Fußnote: Siehe ISO/TS 13530:2009.

3.11

Bestimmungsgrenze

X_{LQ}

kleinste Menge oder Konzentration eines Analyten in der Prüfprobe, die mit einer bestimmten Präzision bestimmt werden kann

BEISPIEL Relative Standardabweichung von $s_{rel} = 33,3 \%$

$$X_{LQ} = 3 X_{LD} = 9 s_0$$

[ISO 13530]^{N2)}

3.12

Mittelwert

arithmetisches Mittel aus n Ergebnissen, ausgedrückt als (normierte) Intensität oder Massenkonzentration (ρ)

ANMERKUNG Die Massenkonzentration wird in der Einheit Milligramm je Liter ausgedrückt.

3.13

Präzision

Grad der Übereinstimmung zwischen voneinander unabhängigen Ergebnissen, die unter festgelegten Bedingungen ermittelt wurden

ANMERKUNG Präzision hängt lediglich von der Verteilung der zufälligen Fehlerkomponenten ab und bezieht sich nicht auf den wahren Wert oder den Referenzwert.

3.14

Reagenzienblindwertlösung

Lösung, die hergestellt wird, indem zum Lösemittel die gleiche Menge Reagenzien zugesetzt wird wie zu den Probenlösungen (gleiches Endvolumen)

3.15

Vergleichpräzision

Präzision unter Vergleichbedingungen

[ISO 3534-2:2006, 3.3.10]

3.16

Vergleichbedingungen

Bedingungen, bei denen voneinander unabhängige Ermittlungsergebnisse (einschließlich Messergebnisse) mit demselben Verfahren an demselben Untersuchungs-/Messobjekten an unterschiedlichen Orten von unterschiedlichen Bearbeitern mit unterschiedlicher Geräteausrüstung ermittelt werden

[ISO 3534-2:2006, 3.3.11]

3.17

Vergleichstandardabweichung

Standardabweichung von Messergebnissen, die unter Vergleichbedingungen ermittelt werden

[ISO 3534-2:2006, 3.3.12]

3.18

Vergleichgrenze

R

kritische Vergleichdifferenz für eine festgelegte Wahrscheinlichkeit von 95 %

[ISO 3534-2:2006, 3.3.14]

3.19

Wiederholpräzision

Präzision unter Wiederholbedingungen

[ISO 3534-2:2006, 3.3.5]

3.20

Wiederholbedingungen

Bedingungen, bei denen voneinander unabhängige Ermittlungsergebnisse (einschließlich Messergebnisse) mit demselben Verfahren an demselben Untersuchungs-/Messobjekten am selben Ort von demselben Bearbeiter mit derselben Geräteausrüstung ermittelt werden

[ISO 3534-2:2006, 3.3.6]

3.21

Wiederholstandardabweichung

Standardabweichung von Messergebnissen, die unter Wiederholbedingungen ermittelt werden

[ISO 3534-2:2006, 3.3.7]

3.22

Wiederholgrenze

r

kritische Wiederholdifferenz für eine festgelegte Wahrscheinlichkeit von 95 %

[ISO 3534-2:2006, 3.3.9]

3.23

Stammlösung

eine aus Chemikalien angemessener Reinheit hergestellte Lösung mit exakt bekannter Konzentration des oder der Analyten

ANMERKUNG Stammlösungen sind Referenzmaterialien im Sinne des ISO-Guide 30.

3.24

Prüfprobe

aus der Laborprobe hergestellte Probe (zum Beispiel durch Mahlen oder Homogenisieren)

3.25

Probenlösung

die aus einem Teil (Teilprobe) der Prüfprobe nach den erforderlichen Spezifikationen derart hergestellte Lösung, dass sie für die vorgesehenen Messungen verwendet werden kann

3.26

Gesamt-Konzentration an Elementen

Konzentration an Elementen bestimmt aus einer unfiltrierten, aufgeschlossenen Probe oder die Summe der Konzentrationen an Elementen, die sich in einer Probe im gelösten Zustand (9.5.1) und in der partikulären Fraktion (9.5.3) befinden

3.27

Richtigkeit

systematische Abweichungskomponente

Bias

Grad der Übereinstimmung zwischen dem aus einer großen Serie von Messergebnissen erhaltenen Mittelwert und einem anerkannten Referenzwert

ANMERKUNG Das Richtigkeitsmaß wird üblicherweise mittels der Summe der systematischen Abweichungskomponenten („bias“) ausgedrückt.