

	Wasserbeschaffenheit Aufschluss für die Bestimmung ausgewählter Elemente in Wasser Teil 2: Salpetersäure-Aufschluss (ISO 15587-2:2002) Deutsche Fassung EN ISO 15587-2:2002	DIN EN ISO 15587-2
--	---	--

ICS 13.060.50

Water quality — Digestion for the determination of selected elements in water —
Part 2: Nitric acid digestion (ISO 15587-2:2002);
German version EN ISO 15587-2:2002
Qualité de l'eau — Digestion pour la détermination de certains éléments dans
l'eau — Partie 2: Digestion à l'acide nitrique (ISO 15587-2:2002);
Version allemande EN ISO 15587-2:2002

Die Europäische Norm EN ISO 15587-2:2002 hat den Status einer Deutschen Norm.

Diese Norm ist Bestandteil der Reihe

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und
Schlammuntersuchung —
Allgemeine Angaben (Gruppe A)

und beschreibt das Verfahren

Aufschluss für die Bestimmung ausgewählter Elemente in Wasser —
Teil 2: Salpetersäure-Aufschluss (A 32)

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 15587-2, die vom ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ (Sekretariat: Deutschland) erarbeitet wurde, wurde vom CEN aufgrund der Ergebnisse der auf der Basis der Wiener Vereinbarung durchgeführten Parallelumfrage und der formellen Abstimmung ohne Änderungen als Europäische Norm EN ISO 15587-2 übernommen.

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

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

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

Fortsetzung Seite 2 bis 3
und 26 Seiten EN

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

Alle für die Abwasserverordnung (AbwV) — enthalten in der neuen Verordnung zu § 7a des Gesetzes zur Ordnung des Wasserhaushaltes (WHG) über „Anforderungen an das Einleiten von Abwasser in Gewässer und zur Anpassung des Abwasserabgabengesetzes“ — relevanten Einheitsverfahren sind zusammen mit der AbwV und dem WHG und allen noch fortgeltenden Abwasserverwaltungsvorschriften als Loseblattsammlung „Analysenverfahren in der Abwasserverordnung — Rechtsvorschriften und Normen“ mit dem Ergänzungsband 1 (DIN-Normen) und dem Ergänzungsband 2 (DIN-EN- und DIN-EN-ISO-Normen) 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 Internationaler und Europäischer 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 (0 30) 26 01 — 25 49, oder der Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin, Postanschrift 10772, Auskunft.

Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3696 siehe DIN ISO 3696
ISO 5667-3 siehe DIN EN ISO 5667-3

Nationaler Anhang (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Proben (ISO 5667-3:1994); Deutsche Fassung EN ISO 5667-3:1995*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1997*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

**Wasserbeschaffenheit – Aufschluss für die Bestimmung
ausgewählter Elemente in Wasser – Teil 2: Salpetersäure-
Aufschluss (ISO/FDIS 15587-2:2001)**

Water quality - Digestion for the determination of selected
elements in water - Part 2: Nitric acid digestion
(ISO 15587-2:2002)

Qualité de l'eau - Digestion pour la détermination de
certains éléments dans l'eau - Partie 2: Digestion à l'acide
nitrique (ISO 15587-2:2002)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 1. März 2002 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 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, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.



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

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Grundlage des Verfahrens	4
5 Reagenzien	5
6 Geräte	5
7 Probenahme	6
8 Durchführung	6
9 Untersuchungsbericht	9
Anhang A (informativ) Aufschluss im offenen System mit elektrischer Heizung	10
Anhang B (informativ) Aufschluss in einem offenen System mit mikrowellenunterstützter Heizung	13
Anhang C (informativ) Aufschluss im geschlossenen System mit mikrowellenunterstützter Heizung	16
Anhang D (informativ) Aufschluss im geschlossenen System mit einem Autoklaven	21
Anhang E (informativ) Kontrolluntersuchungen	24
Literaturhinweise	25
Anhang ZA (normativ) Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen	26

Vorwort

Der Text der Internationalen Norm ISO 15587-2:2002 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der „International Organization for Standardization“ (ISO) in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird, erarbeitet.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis September 2002, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 2002 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm ISO 15587-2:2002 wurde von CEN als Europäische Norm ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

ANMERKUNG Die normativen Verweisungen auf Internationale Normen sind im Anhang ZA (normativ) aufgeführt.

WARNUNG — Anwender dieses Teils von ISO 15587 sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieser Teil von ISO 15587 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.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 15587 legt ein Verfahren zur Extraktion von von Spurenelementen in einer Wasserprobe durch Aufschluss mit Salpetersäure fest. Das Verfahren ist auf alle Wässer mit einer Massenkonzentration an suspendierten Stoffen kleiner 20 g/l und einer Massenkonzentration an gesamtem organisch gebundenem Kohlenstoff (TOC) kleiner 5 g/l anwendbar.

Der Salpetersäure-Aufschluss ist eine empirische Festlegung und es werden nicht unbedingt alle Elemente vollständig aufgeschlossen. Jedoch ist das Ergebnis für die meisten Fragestellungen im Bereich der Umweltanalyse geeignet.

Der Salpetersäure-Aufschluss ist geeignet für die Freisetzung von: Al*, As, B, Ba*, Be*, Ca, Cd, Co, Cr*, Cu, Fe*, Hg, K, Mg*, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, Se, Sr, Ti, V*, Zn. (das Sternchen weist darauf hin, dass gegebenenfalls eine gegenüber dem in ISO 15587-1, siehe [1], angegebenen Königswasser-Aufschluss verringerte Wiederfindungsrate gegeben ist). Für die Freisetzung von Ag ist er nur geeignet,

wenn die Probe unmittelbar nach dem Aufschluss stabilisiert wird. Der Aufschluss ist nicht geeignet für Sb, Sn und für refraktäre Verbindungen wie SiO_2 , TiO_2 und Al_2O_3 .

Das Verfahren ist universell anwendbar und kann unter Verwendung verschiedener Ausrüstungen durchgeführt werden, vorausgesetzt

- die Zusammensetzung der Aufschlusslösung wird nicht verändert,
- die Aufschlussstemperatur ist bekannt und
- die Aufschlussdauer und Temperatureinstellung sind angepasst.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil dieses Teils von ISO 15587 sind. Bei datierten Verweisungen gelten spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikation nicht. Anwender dieses Teils von ISO 15587 werden jedoch gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, die jeweils neuesten Ausgaben der nachfolgend angegebenen normativen Dokumente anzuwenden. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen normativen Dokuments. Mitglieder von ISO und IEC führen Verzeichnisse der gültigen internationalen Normen.

ISO 3696:1987, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 5667-3:1994, *Water quality — Sampling — Part 3: Guidance on the preservation and handling of samples*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Teils von ISO 15587 gilt der folgende Begriff.

3.1 (Nass-)Aufschluss

Behandlung mit reaktionsfähigen flüssigen Reagenzien mit dem Ziel, Analyten in geeigneter Weise in Lösung zu bringen, so dass eine nachfolgende Analyse möglich ist.

ANMERKUNG Das Ausmaß, zu dem Analyten in eine für die nachfolgende Bestimmung geeignete lösliche Form gebracht werden, kann vom Prinzip der nachfolgenden Analyse abhängen. Bei einigen Analysenverfahren spielt dies keine Rolle, bei anderen, z. B. bei der Hydrid-Atomabsorptionsspektrometrie, der Photometrie oder bei elektrochemischen Verfahren, wird eine bestimmte Bindungsform verlangt. Im letzteren Fall sollte der möglichen Anwesenheit von chemisch stabilen Organometallverbindungen besondere Beachtung geschenkt werden [4].

4 Grundlage des Verfahrens

Die Wasserprobe wird mit Salpetersäure bei einer festgelegten Temperatur aufgeschlossen. Diese Temperatur entspricht mindestens dem Siedepunkt (103 °C bei 101,3 kPa) und darf höchstens 175 °C betragen. Am Siedepunkt unter Normaldruck (101,3 kPa) beträgt die Aufschlussdauer mindestens 120 min. Als

maximale Aufschlussdauer wird bei gleichbleibender Temperatur die vierfache Zeitspanne festgelegt. Als Konvention wird angenommen, dass die maximale und die minimale Aufschlussdauer jeweils um die Hälfte reduziert werden kann, wenn die Temperatur oberhalb des Siedepunkts um jeweils 15 °C erhöht wird (siehe Bild 1).

Wenn nötig, wird die Aufschlusslösung nach dem Aufschluss filtriert.

5 Reagenzien

Für die Analyse nur Reagenzien anerkannter analytischer Reinheit verwenden, die den Anforderungen der nachfolgenden Analyse entsprechen. Die Reinheit mit Hilfe einer Blindwertuntersuchung verifizieren.

5.1 Wasser, entsprechend der Qualität 1 nach ISO 3696. Wasser der Qualität 2 darf verwendet werden, wenn die Reinheitsanforderungen der nachfolgenden Analyse dies zulassen.

5.2 Salpetersäure, $c(\text{HNO}_3) = 15,8 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,4 \text{ kg/l}$.

Salpetersäure ist im Handel sowohl als $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ kg/l}$, etwa 65 % (Massenanteil) und $\rho(\text{HNO}_3) = 1,42 \text{ kg/l}$, etwa 69 % (Massenanteil), erhältlich. Beide Lösungen sind geeignet.

5.3 Antischaummittel, z. B. *n*-Dodecan ($\text{C}_{12}\text{H}_{26}$).

5.4 Ammoniak-Lösung, etwa 25 % Massenanteil.

6 Geräte

6.1 Aufschlussgefäß, groß genug, um die Aufschlusslösung und die Wasserprobe aufzunehmen, temperatur- und druckbeständig.

Wird ein geschlossenes Gefäß verwendet, muss die Innenseite aus inertem Material bestehen und darf unter Berücksichtigung der Anforderungen der nachfolgenden Analyse keine Stoffe freisetzen.

6.2 Dampfrückhaltesystem, geeignet, um bei Verwendung eines offenen Systems die aufsteigenden Dämpfe zurückzuführen (z. B. Rückflusskühler) und so beschaffen, dass nur geringe Verluste entstehen.

Materialien, die mit den Dämpfen in Berührung kommen, müssen inert und so beschaffen sein, dass sie die Reinheitsanforderungen der nachfolgenden Analyse erfüllen.

6.3 Absorptionseinrichtung für flüchtige Anteile, in einem offenen System so beschaffen, dass flüchtige Spezies, die das Dampfrückhaltesystem (6.2) passieren, zurückgehalten werden.