

DIN EN ISO 19340

ICS 13.060.50

**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung von gelöstem Perchlorat –
Verfahren mittels Ionenchromatographie (IC) (ISO 19340:2017);
Deutsche Fassung EN ISO 19340:2017**

Water quality –
Determination of dissolved perchlorate –
Method using ion chromatography (IC) (ISO 19340:2017);
German version EN ISO 19340:2017

Qualité de l'eau –
Détermination du perchlorate dissous –
Méthode par chromatographie ionique (IC) (ISO 19340:2017);
Version allemande EN ISO 19340:2017

Gesamtumfang 32 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 19340:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitskreis NA 119-01-03-01-12 AK „Ionenchromatographische Verfahren“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Bezeichnung des Verfahrens:

Bestimmung von gelöstem Perchlorat — Verfahren mittels Ionenchromatographie (IC) (D 51)

Verfahren DIN EN ISO 19340 — D 51

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 5667-3	siehe	DIN EN ISO 5667-3
ISO 8466-1	siehe	DIN 38402-51
ISO 8466-2	siehe	DIN ISO 8466-2
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2

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.

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:

Bestimmung von gelöstem Perchlorat — Verfahren mittels Ionenchromatographie (IC) (D 51).

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 (Hausanschrift: Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin), Auskunft.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

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

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

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

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit —
Bestimmung von gelöstem Perchlorat —
Verfahren mittels Ionenchromatographie (IC)
(ISO 19340:2017)

Water quality —
Determination of dissolved perchlorate —
Method using ion chromatography (IC)
(ISO 19340:2017)

Qualité de l'eau —
Détermination du perchlorate dissous —
Méthode par chromatographie ionique (IC)
(ISO 19340:2017)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 7. Oktober 2017 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 CEN-CENELEC-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, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	3
Vorwort.....	4
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Störungen.....	6
5 Grundlage des Verfahrens.....	6
6 Reagenzien	7
7 Geräte.....	8
8 Qualitätsanforderungen	9
9 Probenahme und Probenvorbereitung.....	11
10 Durchführung.....	11
11 Berechnung.....	12
12 Angabe der Ergebnisse	12
13 Analysenbericht.....	12
Anhang A (normativ) Entfernung des gelösten Sulfats, Chlorids, Hydrogencarbonats, Carbonats und der Metalle	13
Anhang B (normativ) Bestimmung von Perchlorat durch Inline-Matrixeliminierung und Anwendung der Re-Injektionsanalytik	17
Anhang C (normativ) Bestimmung von Perchlorat nach Inline-Matrixeliminierung und Konzentrierung bei Anwendung der Zweidimensionalen Ionenchromatographie (2DIC)	21
Anhang D (informativ) Verfahrenskennndaten	25
Literaturhinweise	28

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 19340:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juni 2018, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 2018 zurückgezogen werden.

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

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

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 19340:2017 wurde von CEN als EN ISO 19340:2017 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147, *Water quality*, Unterkomitee SC , *Physical, chemical and biochemical methods* erarbeitet.

WARNUNG — Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument 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 und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

WICHTIG — Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach diesem Dokument Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung von gelöstem Perchlorat in Wasser (z. B. Trinkwasser, Mineralwasser, Rohwasser, Oberflächenwasser, teilweise behandeltes Wasser oder Badebeckenwasser, Abwasser aus Trink-/Badebeckenwasser-Behandlungsanlagen) fest.

Eine geeignete Probenvorbehandlung (z. B. Matrixentfernung) erlaubt die direkte Bestimmung von Perchlorat-Konzentrationen $\geq 1 \mu\text{g/l}$.

Der Arbeitsbereich ist durch die Ionenaustauschkapazität der Trennsäule begrenzt. Eine Probenverdünnung in den Arbeitsbereich kann erforderlich sein.

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).

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

ISO 8466-1, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*

ISO 8466-2, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 2: Calibration strategy for non-linear second order calibration functions.*

3 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

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

- IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: unter <http://www.iso.org/obp>

4 Störungen

Perchlorat kann bei Abwesenheit von Nitrat durch anaerobe Bakterien mikrobiell abgebaut werden ([5] und [6]).

Jede Substanz, die eine ähnliche Retentionszeit wie die des Perchlorats hat und die ein Detektorsignal erzeugt, kann stören. Co-Elution kann durch Austausch der Trennsäulen, Ändern der Eluensstärke (beispielsweise Gradientenelution), Modifikation des Eluenten mit organischen Lösemitteln oder durch selektives Entfernen der Störung durch Probenvorbehandlung verhindert werden.

Höhere Chlorid-, Sulfat-, Nitrat-, Orthophosphat-, Hydrogencarbonat- und Carbonat-Konzentrationen (z. B. 1 g/l) können die Bestimmung des Perchlorats (Co-Elution) stören oder die Retentionszeit oder die Peakform (Deformation) beeinflussen. Dieser Einfluss kann für jede Matrix durch Standardaddition geprüft werden, die Wiederfindung des Perchlorats sollte zwischen 85 % und 115 % betragen. Diese Störungen können durch Probenverdünnung, mithilfe spezieller Kationenaustauscher (siehe 7.2 und Abschnitt 9), oder durch die Anwendung erweiterter Inline-Schnitttechnik oder Re-Injektionstechnik reduziert werden (siehe Anhänge A, B und C).

Anwesende Metalle, wie Eisen oder Aluminium, in der Probe werden am Ionenaustauscherharz der Trennsäule oder des Suppressors gebunden; dies führt zu einem Abfall der Trennleistung. Metall-Ionen können mittels spezieller Kationenaustauscher entfernt werden (siehe Anhang A und Abschnitt 9).

Feststoffpartikel und organische Verbindungen (wie Mineralöle, Detergenzien und Huminsäuren) verkürzen die Lebensdauer der Vor- und Trennsäule (siehe Abschnitt 9).

5 Grundlage des Verfahrens

Das Verfahren erfordert den Einsatz hochkapazitiver Trennsäulen, die die Injektion von Probenvolumina z. B. von bis zu 4 ml ermöglichen.

Falls erforderlich, ist eine Probenvorbehandlung durchzuführen, um Anionen, Metalle, organische Stoffe und Feststoffe zu entfernen (siehe Abschnitt 9).

Die Perchlorat-Bestimmung erfolgt mit oder ohne Matrixeliminierung und mit oder ohne Aufkonzentrierung (siehe 10.3 und in den Anhängen A, B und C).

Perchlorat wird ionenchromatographisch (IC) getrennt. Der Nachweis erfolgt durch Leitfähigkeitsdetektion nach Suppression (LFD).

Als stationäre Phase wird ein Anionenaustauscherharz verwendet. Als Eluenten kommen wässrige Salzlösungen ein- und zweibasiger Säuren, z. B. Carbonat-, Hydrogencarbonat-, Hydroxid-Eluenten mit einem organischen Modifier wie Aceton oder Acetonitril (6.3), zur isokratischen Anwendung oder zur Gradientenelution zum Einsatz.

Die Auflösung R ist zu prüfen, um sicherzustellen, dass die erforderliche Trennleistung erfüllt wird (8.1).

Die Bestimmung der Perchlorat-Konzentration erfolgt nach Kalibrierung nach ISO 8466-1 oder ISO 8466-2.

Kontrolluntersuchungen sind erforderlich, um die Gültigkeit der Kalibrierfunktion sicherzustellen. Mehrfachbestimmungen können notwendig sein. Das Verfahren der Standardaddition kann erforderlich sein, wenn Matrixstörungen zu erwarten sind.