DIN EN ISO 15192

DIN

ICS 13.080.10

Entwurf

Einsprüche bis 2020-06-03
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 15192:2007-02;
Ersatz für
E DIN EN ISO 15192:2019-12

Charakterisierung von Abfällen und Boden – Bestimmung von sechswertigem Chrom in Feststoffen durch alkalischen Aufschluss und Ionenchromatographie mit photometrischer Detektion (ISO/DIS 15192:2020); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 15192:2020

Characterization of soil and waste –
Determination of Chromium(VI) in solid material by alkaline digestion and ion chromatography with spectrophotometric detection (ISO/DIS 15192:2020);
German and English version prEN ISO 15192:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-04-03 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an naw@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW), 10772 Berlin oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 50 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 15192:2020-05

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 15192:2020) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitskreis NA 119-01-02-02 AK „Elementanalytik“ des Unterausschusses NA 119-01-02-02 UA „Chemische und physikalische Verfahren“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW) verantwortlich.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

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

ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 11885:2007	siehe	DIN EN ISO 11885:2009-09
ISO 15586:2003	siehe	DIN EN ISO 15586:2004-02
ISO 17294-2:2004	siehe	DIN EN ISO 17294-2:2005-02
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

Änderungen

Gegenüber DIN EN 15192:2007-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

a) Titel geändert;

b) Aktualisierung der normativen Verweisungen;

c) Ergänzung der Literaturhinweise;

d) das Dokument wurde redaktionell überarbeitet.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 15192:2020-05

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

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

DIN EN ISO 11885:2009-09, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885:2007); Deutsche Fassung EN ISO 11885:2009*

DIN EN ISO 15586:2004-02, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren (ISO 15586:2003); Deutsche Fassung EN ISO 15586:2003*

DIN EN ISO 17294-2:2005-02, *Wasserbeschaffenheit — Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) — Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 15192:2020-05

— Leerseite —

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 15192:2020-05

– Entwurf –

CEN/TC 444

Datum: 2020-04

prEN ISO 15192:2020

CEN/TC 444

Sekretariat: NEN

Charakterisierung von Abfällen und Boden — Bestimmung von sechswertigem Chrom in Feststoffen durch alkalischen Aufschluss und Ionenchromatographie mit photometrischer Detektion (ISO/DIS 15192:2020)

Characterization of soil and waste — Determination of Chromium(VI) in solid material by alkaline digestion and ion chromatography with spectrophotometric detection (ISO/DIS 15192:2020)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: zweite parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.10b

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 15192:2020-05

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 3
Vorwort ... 4
Einleitung ... 5
1 Anwendungsbereich ... 6
2 Normative Verweisungen ... 6
3 Begriffe ... 6
4 Sicherheitshinweise ... 7
5 Kurzbeschreibung ... 7
5.1 Aufschluss ... 7
5.2 Bestimmung ... 7
5.3 Störungen und Fehlerquellen ... 8
6 Geräte ... 8
6.1 Geräte für den Aufschluss ... 8
6.2 Filtriereinrichtung ... 8
6.3 Membranfilter ... 8
6.4 Ionenchromatographiesystem ... 8
6.5 Ionenchromatographische Säule ... 8
6.6 Detektorsystem ... 8
7 Reagenzien ... 9
8 Probenvorbehandlung ... 11
9 Alkalisches Aufschlussverfahren ... 11
10 Analysenverfahren ... 12
10.1 Allgemeine Angaben ... 12
10.2 Geräteeinstellung ... 12
10.3 Kalibrierung ... 12
10.4 Messung der Prüflösungen ... 13
10.5 Qualitätssicherung ... 13
11 Berechnung ... 15
12 Angabe der Ergebnisse ... 15
13 Prüfbericht ... 15
Anhang A (informativ) Alternative Verfahren zur direkten Bestimmung des Cr(VI) in der alkalischen Aufschlusslösung ... 16
Anhang B (informativ) Ionenchromatographiesystem ... 17
Anhang C (informativ) Anforderungen an die Prüfmengenvorbehandlung ... 18
Anhang D (informativ) Validierung ... 19
Literaturhinweise ... 23

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 15192:2020-05

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 15192:2020) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 444 „Prüfverfahren für die umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur zweiten parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 15192:2006 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 15192:2020 wurde von CEN als prEN ISO 15192:2020 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 15192:2020-05

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.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190, *Soil quality,* Unterkomitee SC 3, *Chemical and physical characterization* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 15192:2010), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

— der Text wurde redaktionell überarbeitet und die Verweisungen wurden aktualisiert;

— Anhang D wurde gestrichen.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 15192:2020-05

Einleitung

Unter natürlichen Umgebungsbedingungen bestehen Chromverbindungen des dreiwertigen, Cr(III), oder des sechswertigen, Cr(VI), Oxidationszustandes. Cr(III) ist ein bedeutendes Spurenelement für Säugetiere einschließlich des Menschen, hingegen wird bei Cr(VI)-Verbindungen angenommen, dass sie genotoxisch und für Menschen potenziell karzinogen sind. Die gegenseitige Umwandlung drei- und sechswertiger Spezies des Chroms kann während der Probenherstellung/-vorbereitung und Analyse auftreten, diese Prozesse werden jedoch durch Anwendung des von dieser Norm vorgeschriebenen Probenvorbereitungsverfahrens soweit wie möglich eingeschränkt.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 15192:2020-05

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt die Bestimmung von Cr(VI) in festen Abfallmaterialien und im Boden durch alkalischen Aufschluss und Ionenchromatographie mit photometrischer Detektion. Dieses Verfahren kann zum Bestimmen von Cr(VI)-Massenanteilen in Feststoffen ab 0,1 mg/kg angewendet werden.

ANMERKUNG Im Falle einer reduzierenden oder oxidierenden Abfallmatrix kann kein gültiger Cr(VI)-Gehalt berichtet werden.

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 11464, *Soil quality — Pretreatment of samples for physico-chemical analysis*

ISO 11465, *Soil quality — Determination of dry matter and water content on a mass basis — Gravimetric method*

ISO/IEC 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

EN 15002, *Charakterisierung von Abfällen — Herstellung von Prüfmengen aus der Laborprobe*

EN 15934, *Schlamm, behandelter Bioabfall, Boden und Abfall — Berechnung des Trockenmassenanteils nach Bestimmung des Trockenrückstands oder des Wassergehalts*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

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

— IEC Electropedia: verfügbar unter http://www.electropedia.org/

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter http://www.iso.org/obp

3.1
alkalischer Aufschluss
Vorgang der Herstellung einer Lösung aus einer Probe unter basischen Bedingungen, die den betreffenden Analyten enthält; der alkalische Aufschluss kann zum vollständigen Lösen der Probe führen oder nicht

3.2
Speziesbestimmung
Tätigkeiten des Messens der Menge einer oder mehrerer individueller chemischer Spezies in einer Probe, z. B. Cr(VI) in einer bestimmten Probe oder Matrix

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 15192:2020-05

4 Sicherheitshinweise

Jedem, der sich mit Abfall- und Bodenanalysen beschäftigt, müssen unabhängig vom zu bestimmenden Parameter die mit diesem Material verbundenen typischen Risiken bewusst sein. Abfall- und Bodenproben können gefährliche (z. B. giftige, reaktionsfähige, entflammbare, infektiöse) Stoffe enthalten, die zu einer biologischen und/oder chemischen Reaktion neigen können. Demzufolge wird empfohlen, dass diese Proben mit besonderer Sorgfalt behandelt werden sollten. Die Gase, die durch mikrobiologische oder chemische Aktivität entstehen können, sind potenziell entflammbar und können verschlossene Flaschen unter Druck setzen. Berstende Flaschen können zu gefährlichen Bruchstücken/Splittern, Stäuben und/oder Aerosolen führen. Die nationalen Gesetze und Vorschriften sollten hinsichtlich aller mit diesem Verfahren verbundenen Gefährdungen eingehalten werden.

Jegliche Form von Hautkontakt, Einnahme oder Einatmung von Cr(VI)-Verbindungen ist zu vermeiden. Cr(VI)-Verbindungen sind genotoxisch und für Menschen potenziell karzinogen.

5 Kurzbeschreibung

5.1 Aufschluss

Dieses Dokument beschreibt ein alkalisches Aufschlussverfahren zum Extrahieren des Cr(VI) aus löslichen, adsorbierten und gefällten Formen von Chromverbindungen in festen Abfallmaterialien und Boden. Zur quantitativen Bestimmung des Cr(VI)-Gehalts in einer Feststoffmatrix müssen drei Kriterien erfüllt sein:

1) die Aufschlusslösung muss sämtliche Cr(VI)-Spezies gelöst haben;

2) die Aufschlussbedingungen dürfen keine Reduktion von natürlichem Cr(VI) zu Cr(III) hervorrufen;

3) das Verfahren darf keine Oxidation von natürlichem, in der Probe enthaltenem Cr(III) zu Cr(VI) hervorrufen.

Der in diesem Dokument beschriebene alkalische Aufschluss erfüllt diese Kriterien für ein breites Spektrum von Feststoffmatrizes. Unter den basischen Aufschlussbedingungen wird eine vernachlässigbare Reduktion von Cr(VI) oder Oxidation von natürlichem Cr(III) erwartet. Die Zugabe von Mg^{2+} in einem Phosphatpuffer zur alkalischen Lösung verhindert die Oxidation des dreiwertigen Chroms durch Luft [1] [5] [8].

ANMERKUNG Hintergründe zu den Verfahren zur Bestimmung von Cr(VI) in Feststoffproben sind in [3] [4] [5] angegeben.

5.2 Bestimmung

Die quantitative Bestimmung von Cr(VI) in der alkalischen Aufschlusslösung sollte mit einer geeigneten Technik mit angemessener Genauigkeit erfolgen. Zu diesem Zweck wird die Ionenchromatographie zum Abtrennen des Cr(VI) von Störsubstanzen angewendet. Im Anschluss an diese ionenchromatographische Trennung wird das Cr(VI) photometrisch bei 365 nm (direkte UV-Detektion) oder mithilfe der Nachsäulenderivatisierung mit 1,5-Diphenylcarbazid in saurer Lösung bei 540 nm gemessen. Bei der Nachsäulenderivatisierung reagiert das 1,5-Diphenylcarbazid mit Cr(VI) zu dreiwertigem Chrom und Diphenylcarbazon. Diese reagieren unter Bildung eines dreiwertigen Chrom-Diphenylcarbazon-Komplexes, der die charakteristische rotviolette Färbung (λ_{max}= 540 nm) bildet.

ANMERKUNG Die Wahl des Detektionsverfahrens richtet sich nach der geforderten Nachweisempfindlichkeit. Die direkte UV-Detektion ist weniger empfindlich als die der Nachsäulenderivatisierung mit 1,5-Diphenylcarbazid.

Koppelungsverfahren mit ionenchromatographischer Trennung und Bestimmungsmethoden wie Massenspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) oder Atomemissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES) dürfen angewendet werden, nachdem eine Validierung des gewählten Analyseverfahrens erfolgte.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 15192:2020-05

5.3 Störungen und Fehlerquellen

— Die Anwendung der Ionenchromatographie ist zur Trennung des Cr(VI) von möglichen Störsubstanzen in der alkalischen Aufschlusslösung aus dem Feststoffmaterial notwendig [6].

— Bei Abfallstoffen oder Böden, bei denen ein hohes Cr(III)/Cr(VI)-Verhältnis zu erwarten ist, können Ergebnisse des Cr(VI)-Gehalts durch eine verfahrensinduzierte Oxidation beeinflusst sein. Das ist insbesondere in Böden mit hohem Mn-Gehalt zu erwarten, die mit gelösten Cr(III)-Salzen oder frisch gefälltem $Cr(OH)_3$ in Kontakt treten [3].

— Cr(VI) kann während des Aufschlusses aus der Probe aufgrund der Reaktion mit Reduktionsmitteln, wie z. B. zweiwertigem Eisen, zu Cr(III) reduziert werden. Dieses Problem wird in dem beschriebenen Verfahren durch eine alkalische Aufschlusslösung auf ein Mindestmaß begrenzt [5].

— Cr(III) kann in heißen alkalischen Lösungen zu Cr(VI) oxidiert werden. Dieses Problem wird in dem beschriebenen Verfahren durch Zugabe von Magnesium zur alkalischen Aufschlusslösung auf ein Mindestmaß eingeschränkt [2] [3] [5] [8].

— Überladung der analytischen Säulenkapazität mit hohen Konzentrationen anionischer Spezies (z. B. Chlorid) kann Minderbefunde von Cr(VI) hervorrufen [9].

6 Geräte

6.1 Geräte für den Aufschluss

— Heizplatte mit einem Magnetrührwerk, die thermostatisch geregelt ist, und mit einem Aufschlussgefäß von 250 ml, das mit einer Uhrglasschale bedeckt wird; oder

— Heizblock mit einem Magnetrührwerk, das thermostatisch geregelt ist, und mit einem Aufschlussgefäß von 250 ml, das mit einer Uhrglasschale bedeckt wird

ANMERKUNG Andere thermostatisch geregelte Geräte für den Aufschluss mit einem Magnetrührwerk können verwendet werden, nachdem eine Validierung durchgeführt wurde.

6.2 Filtriereinrichtung

für die Verwendung von 0,45-µm-Membranfiltern.

6.3 Membranfilter

Porengröße von 0,45 µm, chemisch inert.

6.4 Ionenchromatographiesystem

Alle mit der Probe oder dem Eluentenstrom in Berührung kommenden Bauteile sowie alle Verbindungsschläuche müssen aus inerten Werkstoffen bestehen, z. B. Polyetheretherketon (PEEK) (siehe Anhang B).

6.5 Ionenchromatographische Säule

zur Chromattrennung geeignet, mit ausreichender Austauschkapazität.

6.6 Detektorsystem

— UV-VIS-Spektralphotometer bei 365 nm oder

— VIS-Spektralphotometer bei 540 nm für Nachsäulenderivatisierung.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 15192:2020-05

7 Reagenzien

Für die Analyse sind nur Reagenzien von anerkanntem analytischen Reinheitsgrad und Wasser, wie in 7.1 festgelegt, zu verwenden.

7.1 Wasser

Wasser, das den Anforderungen an Wasser der Qualität 2 nach ISO 3696 entspricht (elektrische Leitfähigkeit geringer als 0,1 mS m^{-1}, einem spezifischen Widerstand größer als 0,01 MΩ m bei 25 °C entsprechend). Es wird empfohlen, dass das verwendete Wasser aus einer Wasseraufbereitungsanlage entnommen wird, die Reinstwasser mit einem größeren spezifischen Widerstand als 0,18 MΩ m (von den Herstellern der Wasseraufbereitungsanlagen üblicherweise als 18 MΩ cm angegeben) liefert.

7.2 Schwefelsäure (H_2SO_4),

konzentriert, $\rho(H_2SO_4) \sim 1{,}84$ g/ml, $w(H_2SO_4) \sim 98$ %

7.3 Natriumcarbonat (Na_2CO_3),

wasserfrei, $w(Na_2CO_3) > 99{,}9$ %

7.4 1,5-Diphenylcarbazid ($(C_6H_5.NH.NH)_2CO$),

$w((C_6H_5.NH.NH)_2CO) > 98$ %

7.5 Propanon (Aceton) (C_3H_6O)

7.6 Methanol (CH_4O)

7.7 Kaliumdichromat ($K_2Cr_2O_7$), $w(K_2Cr_2O_7) > 99{,}9$ %

Bis zur Gewichtskonstanz bei 110 °C trocknen, abkühlen und in einem Exsikkator aufbewahren.

7.8 Natriumhydroxid (NaOH), $w(NaOH) > 99$ %

7.9 Magnesiumchloridhexahydrat ($MgCl_2.6H_2O$), $w(MgCl_2.6H_2O) > 99$ %

7.10 Dikaliumhydrogenphosphat (K_2HPO_4), $w(K_2HPO_4) > 99$ %

7.11 Kaliumdihydrogenphosphat (KH_2PO_4), $w(KH_2PO_4) > 99$ %

7.12 Bleichromat ($PbCrO_4$), $w(PbCrO_4) > 99$ %

7.13 Diphenylcarbazid-Reagenzlösung

In einem 250-ml-Messkolben 0,125 g 1,5-Diphenylcarbazid (7.4) in 25 ml Propanon (7.5) oder Methanol (7.6) lösen. In ein separates Gefäß 125 ml Wasser füllen, langsam 7 ml konzentrierte Schwefelsäure (7.2) zugeben, schwenken, um zu mischen, und dann abkühlen. Vor der Zugabe der 1,5-Diphenylcarbazidlösung mit z. B. Helium oder Argon 5 min bis 10 min entgasen. Nach dem Vereinigen der Lösungen mit Wasser bis zur Marke auffüllen und weitere 5 min bis 10 min entgasen. Die Reagenzlösung ist 5 Tage stabil.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 15192:2020-05

7.14 Eluentlösung

Eine geeignete Eluentlösung für eine ionenchromatographische Säule (6.5) zum Trennen von Chromat verwenden.

7.15 Alkalische Aufschlusslösung, 0,5 mol/l Natriumhydroxid (NaOH) / 0,28 mol/l Natriumcarbonat (Na_2CO_3)

20,0 g Natriumhydroxid (7.8) in etwa 500 ml Wasser (7.1) lösen. 30,0 g Natriumcarbonat (7.3) zugeben und mischen. Die Lösung quantitativ in einen 1-l-Messkolben überführen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen. Der pH-Wert der Aufschlusslösung muss vor der Verwendung geprüft werden. Der pH-Wert muss mindestens 11,5 betragen. Die Lösung in einer Polyethylenflasche bei Raumtemperatur aufbewahren und jeden Monat frisch herstellen.

7.16 Cr(VI)-Kalibrierlösungen

7.16.1 Cr(VI)-Standard-Stammlösung, 1 000 mg/l Cr(VI)

0,282 9 g Kaliumdichromat (7.7) in 75 ml Wasser (7.1.) in einem 100-ml-Messkolben lösen, mit Wasser (7.1) bis zur Marke auffüllen, den Kolben verschließen und gründlich mischen. Die Lösung in einer Polypropylenflasche für eine Dauer von höchstens einem Jahr aufbewahren.

Alternativ kann eine handelsübliche Standardlösung mit einer zertifizierten Cr(VI)-Konzentration, die auf nationale Normale rückführbar ist, verwendet werden. Das vom Hersteller angegebene Verfallsdatum bzw. die empfohlene Nutzungsdauer ist einzuhalten.

7.16.2 Cr(VI)-Standard-Arbeitslösung, 10 mg/l Cr(VI)

Exakt 10,0 ml der Cr(VI)-Standard-Stammlösung (7.16.1) in einen 1-l-Messkolben pipettieren, mit Wasser (7.1) bis zur Marke auffüllen, den Kolben verschließen und gründlich mischen. Diese Lösung monatlich frisch herstellen.

7.16.3 Cr(VI)-Kalibrierlösungen

Es ist eine Reihe von mindestens 5 Kalibrierlösungen durch Verdünnen der Cr(VI)-Standard-Arbeitslösung mit einer 1 + 1 verdünnten alkalischen Aufschlusslösung (7.15) herzustellen. Dazu 25 ml der alkalischen Aufschlusslösung (7.15) in einem 50-ml-Messkolben vorlegen, exakt das entsprechende Volumen an Cr(VI)-Standard-Arbeitslösung (7.16.2) pipettieren, mit Wasser (7.1) bis zur Marke auffüllen, den Kolben verschließen und gründlich durchmischen. Diese Kalibrierlösungen täglich frisch herstellen.

7.16.4 Cr(VI)-Aufstockungslösungen

Die Cr(VI)-Standard-Arbeitslösung (7.16.2) kann zum Aufstocken der Proben verwendet werden.

7.17 Phosphatpufferlösung,

0,5 mol/l Dikaliumhydrogenphosphat (K_2HPO_4)/0,5 mol/l Kaliumdihydrogenphosphat (KH_2PO_4), pH 7.

87,09 g K_2HPO_4 (7.10) und 68,04 g KH_2PO_4 (7.11) in etwa 700 ml Wasser lösen und zum Durchmischen schwenken. Die Lösung quantitativ in einen 1-l-Messkolben überführen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

7.18 Magnesiumchloridlösung

85,4 g $MgCl_2.6H_2O$ (7.9) in einem 100-ml-Messkolben lösen, mit Wasser (7.1) bis zur Marke auffüllen, den Kolben verschließen und gründlich mischen.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 15192:2020-05

7.19 Chromchloridhexahydrat ($CrCl_3.6H_2O$), $w(CrCl_3.6H_2O) > 96\ \%$

7.20 Cr(III)-Aufstockungslösung

Es ist eine handelsübliche Standardlösung mit einer zertifizierten Cr(III)-Konzentration zu verwenden, z. B. 1 000 mg/l Cr(III), die auf nationale Normale rückführbar ist. Das vom Hersteller angegebene Verfallsdatum bzw. die empfohlene Nutzungsdauer ist einzuhalten.

Alternativ eine angemessene bekannte Menge Chromchloridhexahydrat (7.19) in Wasser (7.1) in einem 100-ml-Messkolben lösen, bis zur Marke mit Wasser (7.1) auffüllen, den Kolben verschließen und gründlich mischen. Die Lösung in einer Polypropylenflasche für eine Dauer von höchstens einem Jahr aufbewahren. Vor der Verwendung ist die Chromkonzentration der Aufstocklösung zu bestimmen.

8 Probenvorbehandlung

Die Proben müssen mit geeigneten Geräten genommen und in Behälter gegeben werden, die keinen nichtrostenden Stahl enthalten (z. B. Kunststoff, Glas).

Die Proben müssen bis zur Analyse feldfeucht bei (4 ± 2) °C aufbewahrt werden. Abfallproben müssen nach EN 15002 und Bodenproben nach ISO 11464 homogenisiert werden. Bodenproben müssen vorzugsweise vor dem Aufschluss luftgetrocknet werden.

Bei festem Abfall und Boden ist eine Korngrößenreduzierung unter 250 µm notwendig, insbesondere wenn vermutet wird, dass Cr(VI) in der Matrix eingeschlossen vorliegt, Erwärmen und Kontakt mit nichtrostendem Stahl sind zu vermeiden.

Nach dem Aufschluss muss die Probenlösung möglichst bald analysiert werden.

ANMERKUNG Cr(VI) erwies sich in feldfeuchten Bodenproben nach dem Zeitpunkt der Probenahme mindestens 30 d stabil. Außerdem hat sich gezeigt, dass Cr(VI) in der alkalischen Aufschlusslösung bis zu 7 d nach dem Aufschluss aus dem Boden stabil ist [2].

9 Alkalisches Aufschlussverfahren

9.1 Allgemeines

Zum Herstellen der Prüflösungen zur Bestimmung von Cr(VI) in festen Abfallmaterialien und Boden ist entweder das in 9.2 vorgeschriebene Heizplattenverfahren oder das Heizblockverfahren anzuwenden.

9.2 Herstellung der Prüflösungen unter Verwendung einer Heizplatte oder eines Heizblocks

9.2.1 Die Temperatureinstellung ist durch Herstellen und Überwachen einer Temperaturblindprobe (ein mit 50 ml Aufschlusslösung gefülltes 250-ml-Gefäß) anzupassen. Es ist eine Temperatur der Aufschlusslösung von $(92{,}5 \pm 2{,}5)$ °C aufrechtzuerhalten. Die Lösung darf nicht sieden oder bis zur Trockne eindampfen.

9.2.2 $(2{,}5 \pm 0{,}1)$ g der Prüfmenge, Einwaage auf 0,1 mg, in ein sauberes 250-ml-Aufschlussgefäß überführen.

ANMERKUNG Werden sehr hohe Konzentrationen von Cr(VI) erwartet, kann eine geringere repräsentative Prüfmenge verwendet werden.

9.2.3 Zu jeder Probe (50 ± 1) ml der alkalischen Aufschlusslösung (7.15), gemessen mit einem Messzylinder, sowie 1 ml Magnesiumchloridlösung (7.18) mit etwa 400 mg $MgCl_2$ und 0,5 ml der Phosphatpufferlösung (7.17) geben. Alle Aufschlussgefäße bedecken. Bei Verwendung eines Heizblocks können Rückflusskühler verwendet werden.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 15192:2020-05