

	DIN EN ISO 15192	
ICS 13.080.10	<div>Entwurf</div>	Einsprüche bis 2024-03-05 Vorgesehen als Ersatz für DIN EN ISO 15192:2022-01
<p>Boden und Abfall – Bestimmung von sechswertigem Chrom in Feststoffen durch alkalischen Aufschluss und Ionenchromatographie mit photometrischer Detektion (ISO/DIS 15192:2023); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 15192:2023</p> <p>Soil and waste – Determination of Chromium(VI) in solid material by alkaline digestion and ion chromatography with spectrometric detection (ISO/DIS 15192:2023); German and English version prEN ISO 15192:2023</p> <p>Déchets et sols – Dosage du chrome(VI) dans les matériaux solides par digestion alcaline et chromatographie ionique avec détection spectrométrique (ISO/DIS 15192:2023); Version allemande et anglaise prEN ISO 15192:2023</p> <p>Anwendungswarnvermerk</p> <p>Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-01-05 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.</p> <p>Weil das beabsichtigte Dokument von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.</p> <p>Stellungnahmen werden erbeten</p> <ul style="list-style-type: none">– 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 Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin. <p>Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.</p> <p>Gesamtumfang 67 Seiten</p> <p>DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)</p>		

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 15192:2023) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 444 „Umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 119-01-02-02-04 AK „Elementanalytik“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

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

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

ISO 17075-1	siehe	DIN EN ISO 17075-1
ISO 17075-2	siehe	DIN EN ISO 17075-2
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

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

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 15192:2022-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Integration der Bestimmung des Gesamtchroms in der alkalischen Aufschlusslösung;
- b) Hinzufügung von Bariumchromat als Alternative zu Bleichromat für die Überprüfung der Methode in 10.5.3;
- c) Das Dokument wurde redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 17075-1, *Leder — Bestimmung des Chrom(VI)-Gehalts in Leder — Teil 1: Kolorimetrisches Verfahren*

DIN EN ISO 17075-2, *Leder — Chemische Bestimmung des Chrom(VI)-Gehalts in Leder — Teil 2: Chromatographie*

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

– *Entwurf* –

E DIN EN ISO 15192:2024-02

– Leerseite –

Boden und Abfall – Bestimmung von sechswertigem Chrom in Feststoffen durch alkalischen Aufschluss und Ionenchromatographie mit photometrischer Detektion (ISO/DIS 15192:2023)

Soil and waste – Determination of Chromium(VI) in solid material by alkaline digestion and ion chromatography with spectrometric detection (ISO/DIS 15192:2023)

Déchets et sols – Dosage du chrome(VI) dans les matériaux solides par digestion alcaline et chromatographie ionique avec détection spectrométrique (ISO/DIS 15192:2023)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Sicherheitshinweise	7
5 Kurzbeschreibung	8
5.1 Aufschluss	8
5.2 Bestimmung	8
5.3 Störungen und Fehlerquellen	9
6 Geräte	9
7 Reagenzien	9
8 Probenvorbehandlung	12
9 Alkalisches Aufschlussverfahren	12
9.1 Allgemeines	12
9.2 Herstellung der Prüflösungen unter Verwendung einer Heizplatte oder eines Heizblocks	12
10 Analysenverfahren	13
10.1 Allgemeine Angaben	13
10.2 Geräteeinstellung	13
10.3 Kalibrierung	13
10.4 Messung der Prüflösungen	13
10.5 Qualitätssicherung	14
10.5.1 Allgemeines	14
10.5.2 Blindprobenlösung	14
10.5.3 Verifizierung des Verfahrens	14
10.5.4 Parallelproben	15
10.5.5 Cr(VI)-Aufstockungs-Proben	15
10.5.6 Cr(III)-Aufstockungs-Proben	15
10.5.7 Interpretation der Daten der Qualitätssicherung	15
11 Berechnung	16
12 Angabe der Ergebnisse	16
13 Prüfbericht	16
Anhang A (informativ) Ionenchromatographiesystem	17
Anhang B (informativ) Anforderungen an die Prüfmengenvorbehandlung	19
Anhang C (informativ) Validierung	20
C.1 Allgemeines	20
C.2 Bewertung	23
C.3 Bodenproben	24
C.4 Abfallproben	24
Anhang D (informativ) Hintergründe zu den Verfahren zur Bestimmung von Cr(VI) in Feststoffproben	25
D.1 Zusammenfassung der Verfahren in der Literatur zur Bestimmung von Cr(VI) in Feststoffproben [5]	25
D.2 Theoretischer kinetischer Hintergrund für die gegenseitigen Umwandlungen von Cr(III) in Cr(VI) [5]	26
D.3 Besondere Erfordernisse zur Bestimmung von Cr(VI) in Boden [6]	27
D.4 Besondere Erfordernisse zur Bestimmung von Cr(VI) in Abfall	28
D.5 Bestimmung von Cr(VI) in Glas	28
D.6 Bestimmung von Cr(VI) in Luftpartikeln	28
D.7 Bestimmung von Cr(VI) in Leder	28

D.8	Bestimmung von Cr(VI) in trockenen Farbproben	28
	Literaturhinweise	30

Bilder

Bild A.1	Schematische Darstellung eines Ionenchromatographiesystems mit photometrischer Detektion	17
----------	--	----

Tabellen

Tabelle B.1	Anforderungen an die Prüfmengenvorbehandlung	19
Tabelle C.1	Leistungscharakteristik eines internationalen Ringversuchs zur Bestimmung von Cr(VI) (Berechnungen nach ISO 5725-2)	20
Tabelle C.2	Daten zur Cr(VI)-Bestimmung und Aufstockungs-Wiederfindungsraten bei Boden 1 (gering verunreinigter Oberboden)	21
Tabelle C.3	Daten zur Cr(VI)-Bestimmung und Aufstockungs-Wiederfindungsraten bei Boden 2 (stark verunreinigter Oberboden)	22
Tabelle C.4	Daten zur Cr(VI)-Bestimmung und Aufstockungs-Wiederfindungsraten bei Abfall 1 (Farbschlamm)	22
Tabelle C.5	Daten zur Cr(VI)-Bestimmung und Aufstockungs-Wiederfindungsraten bei Abfall 2 (Flugasche)	23

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 15192:2023) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Soil quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 444 „Umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 15192:2021 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 15192:2023 wurde von CEN als prEN ISO 15192:2023 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (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 Normungsthemen 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*, in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 444, *Umweltbezogene Charakterisierung fester Matrices*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 15192:2010), die technisch überarbeitet wurde. Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Integration der Bestimmung des Gesamtchroms in der alkalischen Aufschlusslösung;
- Hinzufügung von Bariumchromat als Alternative zu Bleichromat für die Überprüfung der Methode in 10.5.3;
- der Text wurde redaktionell überarbeitet und die Verweisungen wurden aktualisiert.

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.

Einleitung

Unter natürlichen Umgebungsbedingungen bestehen Chromverbindungen des dreiwertigen, Cr(III), oder des sechswertigen, Cr(VI), Oxidationszustandes. Cr(III) ist ein essentielles Spurenelement für Säugetiere einschließlich des Menschen, wohingegen bei Cr(VI)-Verbindungen angenommen wird, dass sie genotoxisch und für Menschen potentiell 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 diesem Dokument vorgeschriebenen Probenvorbereitungsverfahrens so weit wie möglich eingeschränkt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die Bestimmung von Cr(VI) in festem Abfallmaterial und im Boden durch alkalischen Aufschluss und Ionenchromatographie mit photometrischer Detektion fest. Dieses Verfahren kann zum Bestimmen von Cr(VI)-Massenanteilen in Feststoffen größer als 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 8466-1, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods — Part 1: Linear calibration function*

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

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

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

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

4 Sicherheitshinweise

Jedem, der sich mit Abfall und Bodenanalysen beschäftigt, müssen unabhängig von den zu bestimmenden Parametern 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 sollten diese Proben mit besonderer Sorgfalt behandelt werden. Die Gase, die durch mikrobiologische oder chemische Aktivität entstehen können, sind potentiell entflammbar und können verschlossene Flaschen unter Druck setzen. Berstende Flaschen können zu gefährlichen Bruchstücken/Splittern, Staub und/oder Aerosol führen. Es wird vorausgesetzt, dass nationale Gesetze und Vorschriften 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 potentiell 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:

- a) die Aufschlusslösung muss sämtliche Cr(VI)-Spezies gelöst haben;
- b) die Aufschlussbedingungen dürfen keine Reduktion von natürlichem Cr(VI) zu Cr(III) hervorrufen;
- c) 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 Feststoffen und Abfällen. 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 Anhang D 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 ($\lambda_{\max} = 540 \text{ nm}$) bildet.

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

Koppelungsverfahren mit ionenchromatographischer Trennung und Bestimmungsmethoden wie Massenspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICPMS, en: inductively coupled plasma mass spectroscopy) oder Atomemissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICPAES, en: inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy) dürfen angewendet werden, nachdem eine Validierung des gewählten Analyseverfahrens erfolgte.

Eine vorläufige Bestimmung des Gesamtchroms in der alkalischen Aufschlusslösung durch Techniken wie ICP-MS, ICP-OES oder Graphitrohr-Atomabsorptionsspektrometrie könnte die Zahl der Proben, bei denen die Bestimmung von Cr(VI) erforderlich ist, verringern. Liegt der Gehalt an alkaliextrahierbarem Gesamtchrom unter dem gesetzlichen Grenzwert für Cr(VI), kann die Bestimmung von Cr(VI) entfallen.

ANMERKUNG Aufgrund der hohen Elementkonzentrationen, z. B. von Natrium, in den alkalischen Aufschlusslösungen muss die Kalibrierstrategie entsprechend angepasst werden. In vielen Fällen ist ein Matrixabgleich der Kalibrierlösungen und eine Verdünnung der Probe zusammen mit der Zugabe interner Standards oder unter Verwendung der Standardadditionsmethode erforderlich. Die Analysemethode muss vor der routinemäßigen Anwendung an alkalischen Aufschlusslösungen validiert werden.

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 kann insbesondere in Böden mit hohem Mn-Gehalt erwartet werden, die mit löslichen 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.

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

6.1.2 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 Ionaustauschkapazität.

6.6 Detektorsystem.

6.6.1 UV-VIS-Spektralphotometer bei 365 nm oder

6.6.2 VIS-Spektralphotometer bei 540 nm für Nachsäulenderivatisierung.

7 Reagenzien

7.1 Allgemeines.

Für die Analyse sind nur Reagenzien von anerkanntem analytischen Reinheitsgrad und Wasser, wie in 7.2 festgelegt, zu verwenden.

7.2 Wasser.

Wasser mit einer elektrischen Leitfähigkeit geringer als $0,1 \text{ mS m}^{-1}$ (entsprechend einem spezifischen Widerstand größer als $0,01 \text{ M}\Omega \text{ m}$ bei 25°C). Es wird empfohlen, dass das verwendete Wasser aus einer Wasseraufbereitungsanlage entnommen wird, die Reinstwasser mit einem größeren spezifischen Widerstand als $0,18 \text{ M}\Omega \text{ m}$ (von den Herstellern der Wasseraufbereitungsanlagen üblicherweise als $18 \text{ M}\Omega \text{ cm}$ angegeben) liefert.

7.3 Schwefelsäure (H_2SO_4), CAS 7664-93-9, konzentriert, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) \sim 1,84 \text{ g/ml}$, $w(\text{H}_2\text{SO}_4) \sim 98\%$.

7.4 Natriumcarbonat (Na_2CO_3), CAS 497-19-8, wasserfrei, $w(\text{Na}_2\text{CO}_3) > 99,9\%$.

7.5 1,5-Diphenylcarbazid ($\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}$), CAS 140-22-7, $w(\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}) > 98\%$.

7.6 Propanon (Aceton) ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$), CAS 67-64-1.

7.7 Methanol (CH_4O), CAS 67-56-1.

7.8 Kaliumdichromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), CAS 7778-50-9, $w(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) > 99,9\%$.

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

7.9 Natriumhydroxid (NaOH), CAS 1310-73-2, $w(\text{NaOH}) > 99\%$.

7.10 Magnesiumchloridhexahydrat ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), CAS 7791-18-6, $w(\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) > 99\%$.

7.11 Dikaliumhydrogenphosphat (K_2HPO_4), CAS 7758-11-4, $w(\text{K}_2\text{HPO}_4) > 99\%$.

7.12 Kaliumdihydrogenphosphat (KH_2PO_4), CAS 7778-77-0, $w(\text{KH}_2\text{PO}_4) > 99\%$.

7.13 Bleichromat (PbCrO_4), CAS 7758-97-6, $w(\text{PbCrO}_4) > 99\%$.

7.14 Diphenylcarbazid-Reagenzlösung.

In einem 250-ml-Messkolben $0,125 \text{ g}$ 1,5-Diphenylcarbazid (7.5) in 25 ml Propanon (7.6) oder Methanol (7.7) lösen. In ein separates Gefäß 125 ml Wasser füllen, langsam 7 ml konzentrierte Schwefelsäure (7.3) zugeben, schwenken um zu durchmischen, 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 Lösung ist bis zu 1 Woche haltbar, wenn sie in einer Braunglasflasche bei 2°C bis 6°C im Dunkeln gelagert wird.

7.15 Eluentlösung.

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

ANMERKUNG Die Eluenten können manuell oder automatisch durch Inline-Verdünnung oder elektrochemisch in situ hergestellt werden.

7.16 Alkalische Aufschlusslösung.

Alkalische Aufschlusslösung, $0,5 \text{ mol/l}$ Natriumhydroxid (NaOH) / $0,28 \text{ mol/l}$ Natriumcarbonat (Na_2CO_3).

$20,0 \text{ g}$ Natriumhydroxid (7.9) in etwa 500 ml Wasser (7.2) lösen. $30,0 \text{ g}$ Natriumcarbonat (7.4) zugeben und schwenken um zu durchmischen. 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 11,5 bis 12 betragen. Die Lösung in einer Polyethylenflasche bei Raumtemperatur aufbewahren. Die Reagenzie ist einen Monat stabil.

7.17 Cr(VI)-Kalibrierlösungen.

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

0,282 9 g Kaliumdichromat (7.8) in 75 ml Wasser (7.2.) in einem 100-ml-Messkolben lösen, mit Wasser (7.2) bis zur Marke auffüllen, den Kolben verschließen und gründlich durchmischen. Die Lösung in einer Polypropylenflasche aufbewahren. Die Reagenzie ist ein Jahr stabil.

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

10,0 ml der Cr(VI)-Standard-Stammlösung (7.17.1) in einen 1-l-Messkolben pipettieren, mit Wasser (7.2) bis zur Marke auffüllen, den Kolben verschließen und gründlich durchmischen. Die Reagenzie ist einen Monat stabil.

7.17.3 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 (7.16) herzustellen. Dazu 25 ml der alkalischen Aufschlusslösung (7.16) in einem 50-ml-Messkolben vorlegen, das entsprechende Volumen an Cr(VI)-Standard-Arbeitslösung (7.17.2) in den Messkolben pipettieren und mit Wasser (7.2) bis zur Marke verdünnen, den Kolben verschließen und gründlich durchmischen. Frische Lösungen am Tag der Verwendung herstellen.

7.17.4 Cr(VI)-Aufstockungslösungen.

Die Cr(VI)-Standard-Arbeitslösung (7.17.2) kann zum Aufstocken der Proben verwendet werden.

7.18 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 (7.11) und 68,04 g KH_2PO_4 (7.12) in etwa 700 ml Wasser lösen und schwenken um zu durchmischen. Die Lösung in einen 1-l-Messkolben überführen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

7.19 Magnesiumchloridlösung.

85,4 g $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ (7.10) in einem 100-ml-Messkolben lösen, mit Wasser (7.2) bis zur Marke auffüllen, den Kolben verschließen und gründlich durchmischen.

7.20 Chromchloridhexahydrat ($CrCl_3 \cdot 6H_2O$), CAS 10060-12-5, $w(CrCl_3 \cdot 6H_2O) > 96 \%$.

7.21 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 (7.20) in Wasser (7.2) in einem 100-ml-Messkolben lösen, bis zur Marke mit Wasser (7.2) auffüllen, den Kolben verschließen und gründlich durchmischen. Die Lösung in einer Polypropylenflasche aufbewahren. Die Reagenzie ist ein Jahr stabil. Vor der Verwendung ist die Chromkonzentration der Aufstocklösung zu bestimmen.

7.22 Bariumchromat ($BaCrO_4$), CAS 10294-40-3, $w(BaCrO_4) > 99 \%$.

7.23 Sand, CAS 14808-60-7, durch Säure gereinigt und für die Analyse kalziniert, oder gleichwertig.

7.24 Unlösliches Cr(VI)-Kontrollgemisch.

Eine Kontrollmischung wird durch Abwiegen von 1 g Bariumchromat (7.22), Zugabe von 10 g Sand (7.23) und anschließendes Homogenisieren und Mahlen hergestellt. Von dieser Mischung wird ein Teil von 1 g erneut mit 10 g Sand gemischt und anschließend homogenisiert und gemahlen. 2,5 g dieser endgültigen Mischung enthalten 20,66 mg BaCrO₄.

WARNUNG — Vermeiden Sie jeglichen Kontakt mit der Haut, das Verschlucken oder Einatmen von Cr(VI)-Verbindungen. Cr(VI)-Verbindungen sind für den Menschen genotoxisch und potenziell krebserregend.

8 Probenvorbehandlung

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

ANMERKUNG Die Anforderungen an die Prüfmengenvorbehandlung ist in Anhang B zusammengefasst.

Die Proben müssen bis zur Analyse feldfeucht bei $(4 \pm 2)^\circ\text{C}$ aufbewahrt werden. Die Proben nach EN 16179, ISO 11464 oder EN 15002 vorbehandeln, sofern nicht anders festgelegt.

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 nicht-rostendem Stahl muss vermieden werden.

Nach dem Aufschluss muss die Probenlösung möglichst bald analysiert werden.

Cr(VI) erwies sich in feldfeuchten Bodenproben nach der Probenahme mindestens 30 Tage stabil. Außerdem hat sich gezeigt, dass Cr(VI) in der alkalischen Aufschlusslösung bis zu 7 Tagen 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 $(92,5 \pm 2,5)^\circ\text{C}$ aufrechtzuerhalten. Die Lösung darf nicht siedend oder bis zur Trocknung 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 (7.16), gemessen mit einem Messzylinder, sowie 1 ml Magnesiumchloridlösung (7.19) mit etwa 400 mg MgCl₂ und 0,5 ml der Phosphatpufferlösung (7.18) geben. Alle Aufschlussgefäße bedecken. Bei Verwendung eines Heizblocks können Rückflusskühler verwendet werden.

9.2.4 Die Proben unter stetigem Rühren auf $(92,5 \pm 2,5)$ °C erwärmen und anschließend mindestens (60 ± 5) min unter fortgesetztem stetigen Rühren bei dieser Temperatur halten.

9.2.5 Jede Lösung auf Raumtemperatur abkühlen. Die Inhalte quantitativ in die Filtriereinrichtung (6.2) überführen, dabei das Aufschlussgefäß dreimal mit kleinen Mengen Wasser (7.2) ausspülen. Durch einen $0,45\ \mu\text{m}$ -Membranfilter (6.3) filtrieren. Die Filtriereinrichtung (6.2) mit Wasser (7.2) spülen und das Filtrat in einen 100-ml-Messkolben überführen und mit Wasser (7.2) bis zur Marke auffüllen.

ANMERKUNG Alternativ kann die Probe zentrifugiert oder absetzen gelassen und bis zur Marke mit aufgefüllt werden.

10 Analysenverfahren

10.1 Allgemeine Angaben

Das Standardverfahren für die Bestimmung von Cr(VI) in alkalischer Aufschlusslösung ist das in diesem Abschnitt beschriebene Verfahren der Ionenchromatographie mit photometrischer Detektion.

ANMERKUNG In bestimmten Fällen ist eine direkte Bestimmung von Cr(VI) in der alkalischen Aufschlusslösung möglich (siehe Anhang A).

10.2 Geräteeinstellung

10.2.1 Den Ionenchromatograph nach Herstelleranweisungen einrichten.

10.2.2 Für die Nachsäulenderivatisierung das Verhältnis von Eluentlösung und Reagenz-Durchfluss optimieren oder die Schwefelsäure-Konzentration der Diphenylcarbazid-Reagenzlösung (7.14) so einstellen, dass sich das beste Signal- zu Hintergrund-Verhältnis ergibt. Es ist wichtig, dass das Verhältnis der Eluentlösungs- und Reagenzlösungsdurchflüsse konstant gehalten wird, dass der Gesamtdurchfluss nicht die Obergrenze des Durchflusses für den Detektor überschreitet und das Diphenylcarbazid-Reagenz im Überschuss vorliegt. Ein typischer Wert für das Verhältnis zwischen Eluentlösungs- und Reagenzlösungs- durchfluss ist 3:1. Nach Einstellung der Durchflüsse das Gerät zur Gleichgewichtseinstellung 15 min laufen lassen.

10.2.3 Bei direkter Detektion zur Messung den UV-VIS-Detektor so einstellen, dass im Bereich von 355 nm bis 375 nm, vorzugsweise bei 365 nm, gemessen wird.

Bei Messungen nach der Nachsäulenderivatisierung mit 1,5-Diphenylcarbazid den VIS Detektor so einstellen, dass im Bereich von 530 nm bis 550 nm, vorzugsweise bei 540 nm, gemessen wird.

10.3 Kalibrierung

10.3.1 Ein geeignetes Volumen (üblicherweise $20\ \mu\text{l}$ bis $250\ \mu\text{l}$) von jeder Kalibrierlösung (7.17.3) in das Ionenchromatographiesystem (6.4) einspritzen.

10.3.2 Die Extinktion für jede der Kalibrierlösungen entweder mittels Peakhöhen- oder Peakflächenmodus bestimmen.

10.3.3 Eine Kalibriergerade durch Auftragen der Peakhöhe oder Peakfläche als Funktion der Kalibrierlösungskonzentration unter Anwendung einer Regression der kleinsten Quadrate mittels geeigneter Software nach ISO 8466-1 erstellen.

10.4 Messung der Prüflösungen

10.4.1 Ein geeignetes Volumen, z. B. $50\ \mu\text{l}$, der gefilterten Prüflösungen (9.2) in das Ionenchromatographiesystem einspritzen.

10.4.2 Die Konzentrationen des Cr(VI) in den Prüflösungen (9.2) durch Vergleich mit der Kalibrierkurve (10.3.3) bestimmen.

10.4.3 Wenn höhere Konzentrationen an Cr(VI) als die Obergrenze des Kalibrierbereichs gefunden werden, den Extrakt mit einer 1 + 1 verdünnten alkalischen Aufschlusslösung (7.16) verdünnen und die Analyse wiederholen. Bei der Berechnung der Massenkonzentration des Cr(VI) im untersuchten Material die Verdünnung berücksichtigen.

ANMERKUNG Bei Proben mit vermuteten sehr hohen Konzentrationen an Cr(VI) kann es erforderlich sein, die Prüflösungen vor der ersten Analyse zu verdünnen. Falls nicht, kann eine Überladung des Diphenylcarbazid-Reagenz eintreten, und es entwickelt sich keine Farbe.

Unterschreitet die Konzentration an Chrom(VI) der Probe den Kalibrierbereich, ist ggf. eine separate Kalibrierfunktion für den niedrigeren Arbeitsbereich zu erstellen.

10.5 Qualitätssicherung

10.5.1 Allgemeines

Für jede Proben-Charge Qualitätssicherungsproben (QC-Proben, en: quality control), wie unten beschrieben, bearbeiten.

10.5.2 Blindprobenlösung

Zur Beurteilung der Verunreinigung von Glasgeräten und/oder Reagenzien ist parallel zur Behandlung der Untersuchungsproben mindestens eine Blindprobenlösung nach dem gleichen Aufschlussverfahren wie für die Untersuchungsproben, jedoch unter Weglassen der Prüfmenge, herzustellen. Sofern eine Verunreinigung festgestellt wird, ist das angewendete Verfahren zu überprüfen, bis die Menge an Cr(VI) geringer als das 0,5-Fache der geringsten zu berichtenden Konzentration ist und die Aufschlüsse sind zu wiederholen.

Diese Blindprobenlösungen sind mit einer Häufigkeit von 1 Blindprobe je 20 Messproben oder mindestens einmal in jeder Messreihe zu analysieren.

10.5.3 Verifizierung des Verfahrens

Eine lösliche Cr(VI)-Standardlösung herstellen, die aus einer Stammlösung angefertigt wird, die von einer anderen Quelle als die zum Herstellen der Kalibrierlösungen verwendete Stammlösung bezogen wurde. Parallel zur Behandlung der Untersuchungsproben ist mit dieser löslichen Cr(VI)-Standardlösung mindestens eine Blindprobenlösung nach dem gleichen Aufschlussverfahren wie für die Untersuchungsproben, jedoch unter Weglassen der Prüfmenge, herzustellen. Die Wiederfindungsrate von Cr(VI) muss in einem Bereich von 80 % bis 120 % liegen. Eine derartige QC-Probe ist bei jeder Charge anzuwenden.

Alternativ darf zur Bewertung des Lösens sämtlicher Cr(VI)-Spezies während des Aufschlussvorgangs eine unlösliche Aufstockung, z. B. PbCrO₄, (7.13) oder BaCrO₄, verwendet werden. Parallel zur Behandlung der Untersuchungsproben ist eine Blindprobenlösung, z. B. 20 mg PbCrO₄ oder 2,5 g BaCrO₄, nach dem gleichen Aufschlussverfahren wie für die Untersuchungsproben, jedoch unter Weglassen der Prüfmenge, herzustellen. Die Wiederfindungsrate von Cr(VI) muss in einem Bereich von 75 % bis 120 % liegen.

ANMERKUNG Eine geringere Menge des unlöslichen Cr(VI) oder ein nächster Verdünnungsschritt der Qualitätskontrollprobe der Kontrollmischung kann verwendet werden, sofern die Homogenität der Kontrollprobe auf diesem Massenniveau geprüft wurde.

Eine Cr(III)-Standardlösung aus der Cr(III) Aufstockungslösung (7.21) herstellen. Parallel zur Behandlung der Untersuchungsproben ist mit dieser Cr(III)-Standardlösung mindestens eine Blindprobenlösung nach dem gleichen Aufschlussverfahren wie für die Untersuchungsproben, jedoch unter Weglassen der Prüfmenge, herzustellen. Die Konversion von Cr(III) zu Cr(VI) muss weniger als 5 % betragen. Eine derartige QC-Probe ist bei jeder Charge anzuwenden.

10.5.4 Parallelproben

Zum Abschätzen der Präzision des Verfahrens sind Parallelproben mit einer Häufigkeit von mindestens 1 Parallelprobe je 20 Messproben oder mindestens 1 je Probencharge anzuwenden.

Parallelproben müssen sich um $< 20\%$ unterscheiden, wenn sowohl die Originalprobe als auch die Parallelprobe größer ist als viermal die Angabegrenze des Labors. Ein Kontrollgrenzwert von $\pm$ der Angabegrenze des Labors wird eingesetzt, wenn entweder die Originalprobe oder die Parallelprobe weniger als viermal die Angabegrenze des Labors beträgt.

10.5.5 Cr(VI)-Aufstockungs-Proben

Zum Abschätzen der Genauigkeit des Verfahrens im Verhältnis zu möglichen Reduktionsvorgängen sind routinemäßig aufgestockte Proben mit löslichen Verbindungen (z. B. $K_2Cr_2O_7$, (7.17.4)) anzuwenden. Aufgestockte Proben bestehen aus einem Feststoffmaterial, dem bekannte Mengen an Cr(VI) zugegeben wurden.

Aufstockungen der Matrix mit Lösungen vor dem Aufschluss sollten mit einer Häufigkeit von mindestens 1 Aufstockungsprobe je 20 Messproben oder mindestens 1 je Probencharge analysiert werden. Die Matrixaufstockung wird anschließend dem Aufschlussvorgang unterzogen. Matrixaufstockungen sollten häufiger analysiert werden, wenn sich bei der Sichtprüfung herausstellt, dass die Probeneigenschaften innerhalb der Analysencharge wesentlichen Schwankungen unterliegen. Wiederfindungsraten von 75 % bis 125 % sind annehmbar.

10.5.6 Cr(III)-Aufstockungs-Proben

Zum Abschätzen der Genauigkeit des Verfahrens hinsichtlich der Probencharge sind routinemäßig die Cr(III)-Aufstockungslösung (7.21) zu messen und prozentuale Wiederfindungsraten von Cr(VI) der aufgestockten Probe, bezogen auf die Zugabe von Cr(III), zu ermitteln. Aufgestockte Proben bestehen aus einem Feststoffmaterial, dem bekannte Mengen an Cr(III) zugegeben wurden.

Die Konversion von Cr(III) der aufgestockten Probe kann zur Beurteilung des Risikos einer durch das Verfahren bedingten Oxidation von ursprünglich in der Probe enthaltenem Cr(III) zu Cr(VI) verwendet werden und muss weniger als 5 % betragen.

10.5.7 Interpretation der Daten der Qualitätssicherung

Wenn das in 10.5.3 durchgeführte Verifizierungsverfahren und die in 10.5.5 und 10.5.6 ermittelten Wiederfindungsraten der aufgestockten Proben die Laborkriterien erfüllen, kann das Ergebnis der Analyse als gültig angesehen werden.

ANMERKUNG 1 Nach dem EPA-Verfahren 3060 A [7] sind in Boden, Schlamm, Sedimenten und ähnlichen Abfallmaterialien Cr(VI)-Wiederfindungsraten in einem Bereich von 75 % bis 125 % annehmbar.

Sofern das in 10.5.3 durchgeführte Verifizierungsverfahren die Laborkriterien erfüllt, aber die in 10.5.5 ermittelten Wiederfindungsraten der aufgestockten Proben die Laborkriterien nicht erfüllen, deutet dies darauf hin, dass die Probe Cr(VI) reduziert hat (z. B. anoxische Sedimente) und in der nicht aufgestockten Probe kein messbares natives Cr(VI) vorhanden war. Ein solches Ergebnis deutet darauf hin, dass die kombinierten und interagierenden Einflüsse des Oxidationsreduktionspotenzials, des pH-Werts und der Reduktionsmittel (z. B. organische Säuren, Fe^{2+} und Sulfide) die Reduktion des Cr(VI)-Spikes verursacht haben. In diesem Fall ist der Wert der nicht dotierten Probe anzugeben und darauf hinzuweisen, dass die Probe einen stark reduzierenden Zustand aufweist.

ANMERKUNG 2 Das kann durch die Charakterisierung jeder Probe hinsichtlich zusätzlicher analytischer Parameter, wie beispielsweise pH-Wert, zweiwertiges Eisen (FeII), Sulfide, Gehalt an organischem Kohlenstoff und Oxidations-Potential, erreicht werden. Durch die Analyse dieser zusätzlichen Parameter lässt sich die Neigung von Cr(VI) nachweisen, in den nicht aufgestockten Proben vorhanden zu sein oder nicht, und sie unterstützt die Auswertung der QC-Daten bei Wiederfindungsraten der Aufstockungs-Matrix, die außerhalb der üblicherweise annehmbaren Kriterien für Gesamtmetalle liegen.

11 Berechnung

Den Massenanteil an Cr(VI) in festen Abfällen oder Boden nach der Gleichung (1) berechnen:

$$w_{\text{Cr(VI)}} = \frac{\rho_d \cdot V \cdot F}{m \cdot w_{dm} \cdot 10} \quad (1)$$

Dabei ist

- $w_{\text{Cr(VI)}}$ der Massenanteil an Cr(VI) im Feststoffmaterial, angegeben in Milligramm je Kilogramm (mg/kg) Trockensubstanz;
- ρ_d die Konzentration des Cr(VI) in der alkalisch aufgeschlossenen Prüflösung, angegeben in Mikrogramm je Liter ($\mu\text{g/l}$);
- m das Gewicht der Prüfmenge, angegeben in Gramm (g), nominell 2,5 g;
- w_{dm} der Trockenmassegehalt der Prüfmenge, angegeben in Prozent, bestimmt bei Boden wie in ISO 11465 und bei Abfall wie in EN 15934 festgelegt;
- F der Verdünnungsfaktor ($F = 1$, wenn die alkalische Aufschlusslösung von nominell 100 ml vor der Analyse nicht verdünnt wurde).

12 Angabe der Ergebnisse

Die Werte sollten auf 0,01 mg/kg gerundet und mit drei signifikanten Stellen angegeben werden.

BEISPIEL $w_{\text{Cr(VI)}} = 0,15 \text{ mg/kg}$

$w_{\text{Cr(VI)}} = 15,3 \text{ mg/kg}$

13 Prüfbericht

Die vom Prüflabor durchgeführte Arbeit muss in einem Prüfbericht dokumentiert werden, der klar und eindeutig die Prüfergebnisse und alle anderen relevanten Angaben, wie in ISO/IEC 17025 festgelegt, wiedergibt.

Zusätzlich zu den Prüfergebnissen muss der Prüfbericht mindestens folgende Angaben enthalten:

- a) eine Verweisung auf dieses Dokument (ISO 15192:2023);
- b) die Identität der Probe;
- c) die Angabe der Ergebnisse nach Abschnitt 12;
- d) jede Abweichung von diesem Verfahren;
- e) jegliche nicht in diesem Dokument festgelegten oder optionalen Einzelheiten sowie alle Faktoren, die die Ergebnisse beeinflusst haben können.

Anhang A
(informativ)

Ionenchromatographiesystem

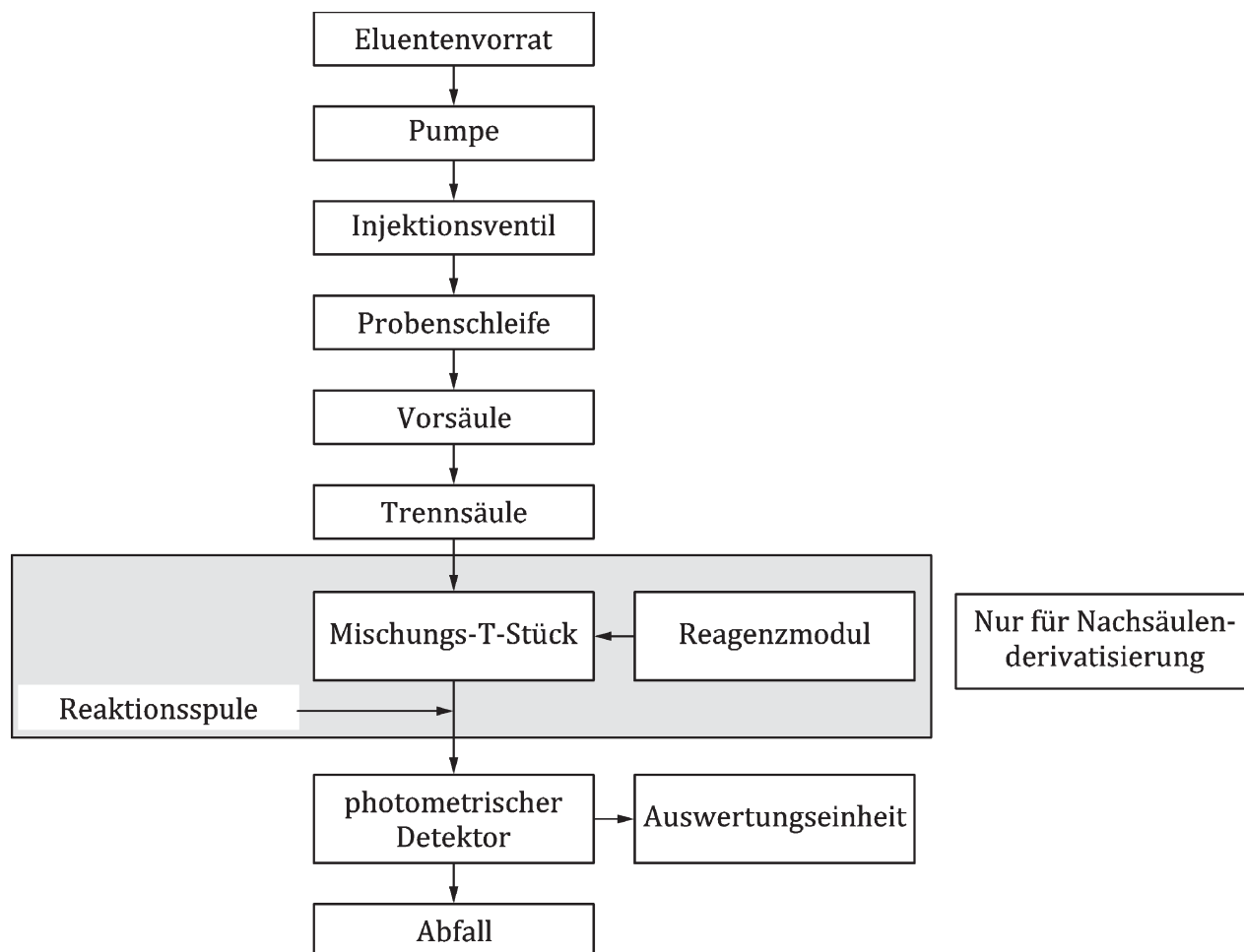


Bild A.1 — Schematische Darstellung eines Ionenchromatographiesystems mit photometrischer Detektion

Im Allgemeinen besteht ein Ionenchromatographiesystem (Bild A.1) aus den folgenden Bauteilen: – Eluenten-Reservoir;

Die Herstellung eines viel verwendeten Eluenten für die Trennsäule ist nachfolgend beschrieben.

Ammoniumsulfat/Ammoniumhydroxid-Eluentkonzentrat, 2,5 mol/l Ammoniumsulfat $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ / 0,5 mol/l Ammoniumhydroxid (NH_4OH) . 331 g Ammoniumsulfat in etwa 500 ml Wasser lösen. Die Lösung quantitativ in einen 1-l-Messkolben überführen, mit 75 ml konzentrierter Ammoniumhydroxid-Lösung versetzen und schwenken um zu durchmischen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen, den Kolben verschließen und gründlich durchmischen.

Eluentlösung, 0,25 mol/l Ammoniumsulfat $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ /0,05 mol/l Ammoniumhydroxid (NH_4OH) , pH 8. 100 ml Eluentkonzentrat in einen 1-l-Messkolben geben und mit Wasser bis zur Marke auffüllen, den Kolben verschließen und die Lösung gründlich durchmischen.