

DIN EN ISO 17294-2

ICS 13.060.50

Einsprüche bis 2015-01-07
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 17294-2:2005-02

Entwurf

**Wasserbeschaffenheit –
Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie
(ICP-MS) –
Teil 2: Bestimmung von ausgewählten Elementen einschließlich
Uran-Isotope (ISO/DIS 17294-2:2014);
Deutsche Fassung prEN ISO 17294-2:2014**

Water quality –

Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) –
Part 2: Determination of selected elements including uranium isotopes
(ISO/DIS 17294-2:2014);

German version prEN ISO 17294-2:2014

Qualité de l'eau –

Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) –
Partie 2: Dosage des éléments sélectionnés y compris les isotopes d'uranium
(ISO/DIS 17294-2:2014);

Version allemande prEN ISO 17294-2:2014

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2014-11-07 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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/stellungnahme 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 (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 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 40 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 17294-2:2014) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

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

Das Ausgabedatum des Europäischen Norm-Entwurfs stand zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses DIN-EN-ISO-Entwurfs noch nicht fest; der prEN ISO wird jedoch vom CMC unter der angegebenen prEN-Nummer demnächst zur CEN-Umfrage verteilt. Um der deutschen Öffentlichkeit eine möglichst lange Einspruchsfrist einzuräumen, wurde dieser Norm-Entwurf bereits vorab veröffentlicht.

In der Reihe ISO 17294 existieren folgenden Teile, unter dem Haupttitel *Water quality — Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)*:

— *Part 1: General guidelines*

— *Part 2: Determination of selected elements including uranium isotopes*

Bezeichnung des Verfahrens:

Bestimmung von ausgewählten Elementen einschließlich Uran-Isotope (E 29):

Verfahren DIN EN ISO 17294-2 — E 29

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

ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 5667-1	siehe DIN EN ISO 5667-1
ISO 5667-3	siehe DIN EN ISO 5667-3
ISO 8466-1	siehe DIN 38402-51
ISO 15587-1	siehe DIN EN ISO 15587-1
ISO 15587-2	siehe DIN EN ISO 15587-2
ISO 17294-1	siehe DIN EN ISO 17294-1

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 – eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker – gemeinsam erarbeitete Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung:

Bestimmung von ausgewählten Elementen einschließlich Uran-Isotope (E 29).

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 Stoffkenngößen (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.

Diesem Verfahren wird bei der Einsortierung in die „Deutschen Einheitsverfahren“ die DEV-Nummer E 29 zugeordnet.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 17294-2: 2005-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Titel wurde geändert;
- b) der Anwendungsbereich wurde erweitert und umfasst auch die Bestimmung der Massenkonzentration von Uran-Isotopen;
- c) die Verfahrenskenndaten der neu in den Anwendungsbereich aufgenommenen Uran-Isotope wurden durch einen in 2013 in Frankreich durchgeführten Ringversuch ermittelt;
- d) die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

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

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

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

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

DIN EN ISO 17294-1, *Wasserbeschaffenheit — Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) — Teil 1: Allgemeine Anleitung*

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

Wasserbeschaffenheit — Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) — Teil 2: Bestimmung von ausgewählten Elementen einschließlich Uran-Isotope (ISO/DIS 17294-2:2014)

Qualité de l'eau — Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) — Partie 2 : Dosage des éléments sélectionnés y compris les isotopes d'uranium (ISO/DIS 17294-2:2014)

Water quality — Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) — Part 2: Determination of selected elements including uranium isotopes (ISO/DIS 17294-2:2014)

ICS:

Deskriptoren:

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

STD Version 2.5a

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Grundlage des Verfahrens	8
5 Störungen	9
5.1 Allgemeines	9
5.2 Spektrale Störungen.....	9
5.2.1 Allgemeines	9
5.2.2 Störungen durch isobare Elemente und Polyatomionen	9
5.2.3 Polyatomare Störungen	11
5.3 Nicht-spektrale Störungen	11
6 Reagenzien	13
7 Geräte.....	17
8 Probenahme	18
9 Probenvorbehandlung	18
9.1 Bestimmung der Massenkonzentration an gelösten Elementen ohne Aufschluss	18
9.2 Bestimmung der Massenkonzentration nach Aufschluss	18
10 Durchführung	19
10.1 Allgemeines	19
10.2 Kalibrierung des ICP-MS-Systems	19
10.3 Messung der Matrix-Lösung zur Ermittlung der Korrekturfaktoren	20
10.4 Messung der Proben	20
11 Auswertung	20
12 Analysenbericht	21
Anhang A (normativ) Bestimmung der Massenkonzentration von Uran-Isotopen	22
A.1 Allgemeines	22
A.2 Normative Verweisungen	22
A.3 Begriffe und Symbole.....	22
A.3.1 Begriffe	22
A.3.2 Symbole	23
A.4 Grundlage des Verfahrens	24
A.5 Reagenzien	25
A.6 Geräte.....	26
A.7 Probenahme	26
A.8 Durchführung	26
A.9 Angabe der Ergebnisse.....	28
A.10 Messunsicherheiten	30
A.10.1 Messunsicherheiten im Zusammenhang mit der externen Kalibrierung	30
A.10.2 Externe Kalibrierung und Isotopenverhältnisse.....	30
A.10.3 Isotopenverdünnung	30
A.10.4 Instrumentelle Nachweisgrenze	31
A.10.5 Bestimmungsgrenze	31

A.10.6 Anwendungsgrenze des Verfahrens	31
A.11 Analysenbericht.....	31
Anhang B (informativ) Beschreibung der im Ringversuch verwendeten Probenmatrices	32
B.1 Oberflächenwasser	32
B.2 Synthetischer Standard	32
Anhang C (informativ) Verfahrenskenndaten.....	33
Literaturhinweise	36

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 17294-2:2014) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 17294-2:2004 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 17294-2:2014 wurde vom CEN als prEN ISO 17294-2:2014 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Bei der Anwendung dieses Teils von ISO 17294 ist es unter Berücksichtigung des untersuchten Arbeitsbereichs in jedem Fall notwendig, zu prüfen, ob und in welchem Umfang zusätzliche Maßnahmen eingehalten werden sollten.

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

Dieser Teil von ISO 17294 legt ein Verfahren zur Bestimmung der Elemente Aluminium, Antimon, Arsen, Barium, Beryllium, Bismut, Bor, Cadmium, Cäsium, Calcium, Cer, Chrom, Cobalt, Kupfer, Dysprosium, Erbium, Europium, Gadolinium, Gallium, Germanium, Gold, Hafnium, Holmium, Indium, Iridium, Lanthan, Blei, Lithium, Lutetium, Magnesium, Mangan, Molybdän, Neodym, Nickel, Palladium, Phosphor, Platin, Kalium, Praseodym, Rubidium, Rhenium, Rhodium, Ruthenium, Samarium, Scandium, Selen, Silber, Natrium, Strontium, Terbium, Tellur, Thorium, Thallium, Thulium, Zinn, Wolfram, Uran und seinen Isotopen, Vanadium, Yttrium, Ytterbium und Zink in Wasser [z. B. Trinkwasser, Oberflächenwasser, Grundwasser, Abwasser und Eluate (9.2)] fest.

Unter Berücksichtigung der spezifischen und zusätzlich auftretenden Störungen können diese Elemente auch in Aufschlüssen von Wässern, Schlämmen und Sedimenten (z. B. Aufschlüssen nach ISO 15587-1 oder ISO 15587-2) bestimmt werden.

Der Arbeitsbereich hängt von der Matrix und den zu erwartenden Störungen ab. In Trinkwasser und relativ unbelastetem Wasser beträgt die untere Grenze des Anwendungsbereichs für die meisten Elemente zwischen 0,1 µg/l und 1,0 µg/l (siehe Tabelle 1). Der Arbeitsbereich umfasst üblicherweise Konzentrationen zwischen mehreren pg/l und mg/l abhängig vom Element und den festgelegten Anforderungen.

Die Nachweisgrenzen der meisten Elemente werden durch erhöhte Blindwerte beeinträchtigt, und diese hängen überwiegend von den verfügbaren Einrichtungen zur Reinhaltung der Laborluft, der Reinheit der Reagenzien und der Sauberkeit der Glasgefäße ab.

Die untere Grenze des Anwendungsbereichs wird höher ausfallen, wenn damit zu rechnen ist, dass bei der Bestimmung Störungen auftreten (siehe Abschnitt 5), oder im Falle des Auftretens von Verschleppungseffekten (siehe 8.2 von ISO 17294-1).

Tabelle 1 — Untere Grenzen des Anwendungsbereichs für unbelastetes Wasser

Element	Häufig verwen- detes Isotop	Grenze des Anwendungs- bereichs ^a µg/l	Element	Häufig verwen- detes Isotop	Grenze des Anwendungs- bereichs ^a µg/l	Element	Häufig verwen- detes Isotop	Grenze des Anwendungs- bereichs ^a µg/l
Ag	¹⁰⁷ Ag	1	Ho	¹⁶⁵ Ho	0,1	Se	⁷⁷ Se	10
	¹⁰⁹ Ag	1	In	¹¹⁵ In	0,1		⁷⁸ Se	10
Al	²⁷ Al	5	Ir	¹⁹³ Ir	0,1		⁸² Se	10
As	⁷⁵ As	1	K	³⁹ K	50	Sm	¹⁴⁷ Sm	0,1
Au	¹⁹⁷ Au	0,5	La	¹³⁹ La	0,1	Sn	¹¹⁸ Sn	1
B	¹⁰ B	10	Li	⁶ Li	10		¹²⁰ Sn	1
	¹¹ B	10		⁷ Li	1	Sr	⁸⁶ Sr	0,5
Ba	¹³⁷ Ba	3	Lu	¹⁷⁵ Lu	0,1		⁸⁸ Sr	0,3
	¹³⁸ Ba	0,5	Mg	²⁴ Mg	1	Tb	¹⁵⁹ Tb	0,1
Be	⁹ Be	0,5		²⁵ Mg	10	Te	¹²⁶ Te	2
Bi	²⁰⁹ Bi	0,5	Mn	⁵⁵ Mn	3	Th	²³² Th	0,1
Ca	⁴³ Ca	100	Mo	⁹⁵ Mo	0,5	Tl	²⁰³ Tl	0,2
	⁴⁴ Ca	50		⁹⁸ Mo	0,3		²⁰⁵ Tl	0,1
	⁴⁰ Ca	10	Na	²³ Na	10	Tm	¹⁶⁹ Tm	0,1
Cd	¹¹¹ Cd	0,1	Nd	¹⁴⁶ Nd	0,1	U	²³⁸ U	0,1
	¹¹⁴ Cd	0,5	Ni	⁵⁸ Ni	1	V	⁵¹ V	1
Ce	¹⁴⁰ Ce	0,1		⁶⁰ Ni	3	W	¹⁸² W	0,3
Co	⁵⁹ Co	0,2	P	³¹ P	5,0		¹⁸⁴ W	0,3
Cr	⁵² Cr	1	Pb	²⁰⁶ Pb ^b	0,2	Y	⁸⁹ Y	0,1
	⁵³ Cr	5		²⁰⁷ Pb ^b	0,2	Yb	¹⁷² Yb	0,2
Cs	¹³³ Cs	0,1		²⁰⁸ Pb ^b	0,1		¹⁷⁴ Yb	0,2
Cu	⁶³ Cu	1	Pd	¹⁰⁸ Pd	0,5	Zn	⁶⁴ Zn	1
	⁶⁵ Cu	2	Pr	¹⁴¹ Pr	0,1		⁶⁶ Zn	2
Dy	¹⁶³ Dy	0,1	Pt	¹⁹⁵ Pt	0,5		⁶⁸ Zn	3
Er	¹⁶⁶ Er	0,1	Rb	⁸⁵ Rb	0,1	Zr	⁹⁰ Zr	0,2
Eu	¹⁵¹ Eu	0,1	Re	¹⁸⁵ Re	0,1	^a In Abhängigkeit von der Geräteausstattung können deutlich niedrigere Grenzen erreicht werden. ^b Um Fehler durch die unterschiedlichen Isotopenverhältnisse in der Umwelt zu vermeiden, müssen die Zählraten von ²⁰⁶ Pb, ²⁰⁷ Pb und ²⁰⁸ Pb addiert werden.		
	¹⁵³ Eu	0,1		¹⁸⁷ Re	0,1			
Ga	⁶⁹ Ga	0,3	Rh	¹⁰³ Rh	0,1			
	⁷¹ Ga	0,3	Ru	¹⁰¹ Ru	0,2			
Gd	¹⁵⁷ Gd	0,1		¹⁰² Ru	0,1			
	¹⁵⁸ Gd	0,1	Sb	¹²¹ Sb	0,2			
Ge	⁷⁴ Ge	0,3		¹²³ Sb	0,2			
Hf	¹⁷⁸ Hf	0,1	Sc	⁴⁵ Sc	5			

^a In Abhängigkeit von der
Geräteausstattung können deutlich
niedrigere Grenzen erreicht werden.

^b Um Fehler durch die unterschiedlichen
Isotopenverhältnisse in der Umwelt zu
vermeiden, müssen die Zählraten von
²⁰⁶Pb, ²⁰⁷Pb und ²⁰⁸Pb addiert
werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

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

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

ISO 5667-3, *Water quality — Sampling — Part 3: Preservation and handling of water samples*

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

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

ISO 17294-1, *Water quality — Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) — Part 1: General guideline*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 17294-1 und der folgende Begriff.

3.1
untere Grenze des Anwendungsbereichs
geringste Konzentration des Analyten, die mit einer definierten Richtigkeit und Präzision bestimmt werden kann

4 Grundlage des Verfahrens

Die Multielement-Bestimmung von ausgewählten Elementen, einschließlich der Uran-Isotope, mit der Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) besteht aus folgenden Schritten:

- Einbringen der Messlösung in ein Hochfrequenzplasma (z. B. durch pneumatische Zerstäubung), wobei die Energieübertragung vom Plasma auf die Analyten Desolvatisierung, Atomisierung und Ionisierung der Elemente bewirkt;
- als zusätzliche Option das Kollisions- und Reaktionszellen-Verfahren zur Atomisierung und Ionisierung angewendet werden, um verschiedenen Störungen zu vermeiden (siehe 5.1);
- Extraktion der Ionen aus dem Hochfrequenzplasma durch ein differentielles Vakuumsystem mit integrierter Ionenoptik und massenspektrometrische Trennung (z. B. in einem Quadrupol-Massenspektrometer) der Ionen auf der Basis ihrer Verhältnisse von Masse zu Ladung;
- Überführung der Ionen über eine Massentrennungs-Einheit (z. B. einem Quadrupol) und deren Nachweis, üblicherweise mit einem kontinuierlichen Dynoden-Elektronen-Vervielfacher und Verarbeitung der Informationen über die Ionenbildung mit einem Datensystem;
- quantitative Bestimmung nach Kalibrierung mit geeigneten Bezugslösungen.

Die Beziehung zwischen Signalintensität und Massenkonzentration ist üblicherweise über mindestens fünf Zehnerpotenzen linear.

Das Verfahren zur Bestimmung der Uran-Isotope ist im Anhang A beschrieben. Mit Geräten, die mit einem magnetischen Sensorfeld ausgestattet sind, können höhere Massenauflösungsspektren erzielt werden. Dies kann dazu beitragen, insbesondere Einzelproben von störenden Spezies abzutrennen.