DIN EN ISO 17294-2

DIN

ICS 13.060.50

Entwurf

Einsprüche bis 2022-04-25
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 17294-2:2017-01

Wasserbeschaffenheit – Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) – Teil 2: Bestimmung von ausgewählten Elementen einschließlich Uran-Isotope (ISO/DIS 17294-2:2022); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 17294-2:2022

Water quality –
Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) –
Part 2: Determination of selected elements including uranium isotopes
(ISO/DIS 17294-2:2022);
German and English version prEN ISO 17294-2:2022

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 17294-2:2022);
Version allemande et anglaise prEN ISO 17294-2:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-02-25 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 Am DIN-Platz, 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 77 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 17294-2:2022) 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 Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

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.

Bezeichnung des Verfahrens:

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

Verfahren DIN EN ISO 17294-2–E 29

Für die Anwendung in Deutschland wird folgender Hinweis gegeben:

Fehlerhafte Angaben in der englischen Referenzfassung wurden im vorliegenden Dokument durch nationale Fußnoten korrigiert.

Die Anwendbarkeit des Verfahrens auf andere Elemente, die nicht im Anwendungsbereich genannt sind, ist nicht ausgeschlossen, sie muss jedoch im Einzelfall geprüft und validiert werden.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente 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 7027-1	siehe	DIN EN ISO 7027-1
ISO 15587-1	siehe	DIN EN ISO 15587-1
ISO 15587-2	siehe	DIN EN ISO 15587-2
ISO 17294-1:2004	siehe	DIN EN ISO 17294-1:2007-02

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

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 ausgewählten Elementen einschließlich Uran-Isotope (E 29).

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

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, Auskunft.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 17294-2:2017-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

a) Einzelheiten/Angaben für die Bestimmung von Quecksilber wurden hinzugefügt;

b) Aufnahme der Bestimmungsgrenze von Quecksilber für unbelastetes Wasser wurde hinzugefügt;

c) Option der Zuführung von Quecksilber bei der Herstellung von Multielementstandardlösungen wurde aufgenommen;

d) die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

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 38402-60, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 60: Analytische Qualitätssicherung für die chemische und physikalisch-chemische Wasseruntersuchung (A 60)*

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

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

DIN EN ISO 7027-1, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der Trübung — Teil 1: Quantitative Verfahren (ISO 7027-1)*

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

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

DIN EN ISO 17294-1:2007-02, *Wasserbeschaffenheit — Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) — Teil 1: Allgemeine Anleitung (ISO 17294-1:2004); Deutsche Fassung EN ISO 17294-1:2006*

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

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

– Entwurf –

Januar 2022

prEN ISO 17294-2

Wasserbeschaffenheit – Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) – Teil 2: Bestimmung von ausgewählten Elementen einschließlich Uran-Isotope (ISO/DIS 17294-2:2022)

Water quality – Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) – Part 2: Determination of selected elements including uranium isotopes (ISO/DIS 17294-2:2022)

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 17294-2:2022)

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort . . . 4
Vorwort . . . 5
1 Anwendungsbereich . . . 6
2 Normative Verweisungen . . . 7
3 Begriffe . . . 8
4 Kurzbeschreibung des Verfahrens . . . 8
5 Interferenzen . . . 9
5.1 Allgemeines . . . 9
5.2 Spektrale Interferenzen . . . 9
5.2.1 Allgemeines . . . 9
5.2.2 Interferenzen durch isobare Elemente . . . 9
5.2.3 Polyatomare Interferenzen . . . 12
5.3 Nicht-spektrale Interferenzen . . . 12
6 Reagenzien . . . 13
7 Geräte . . . 17
8 Probenahme . . . 18
9 Probenvorbehandlung . . . 19
9.1 Bestimmung der Massenkonzentration an gelösten Elementen ohne Aufschluss . . . 19
9.2 Bestimmung der Massenkonzentration nach Aufschluss . . . 19
10 Durchführung . . . 19
10.1 Allgemeines . . . 19
10.2 Kalibrierung des ICP-MS-Systems . . . 20
10.3 Messung der Matrix-Lösung zur Ermittlung der Korrekturfaktoren . . . 20
10.4 Messung der Proben . . . 20
11 Auswertung . . . 21
12 Analysenbericht . . . 21
Anhang A (normativ) Bestimmung der Massenkonzentration von Uran-Isotopen . . . 22
A.1 Allgemeines . . . 22
A.2 Symbole und Abkürzungen . . . 22
A.3 Kurzbeschreibung des Verfahrens . . . 23
A.4 Reagenzien . . . 24
A.5 Geräte . . . 25
A.6 Probenahme . . . 25
A.6.1 Allgemeines . . . 25
A.6.2 Probenherstellung zur Bestimmung des gelösten Urans . . . 26
A.6.3 Lagerung . . . 26
A.7 Durchführung . . . 26
A.7.1 Allgemeines . . . 26
A.7.2 Quantifizierung . . . 26
A.7.3 Externe Kalibrierung . . . 27
A.7.4 Externe Kalibrierung für ^{238}U und Isotopenverhältnisse . . . 27
A.7.5 Interne Kalibrierung durch Isotopenverdünnung . . . 27
A.8 Angabe der Ergebnisse . . . 27
A.8.1 Allgemeines . . . 27
A.8.2 Ermittlung der Massenabweichung . . . 28
A.8.3 Externe Kalibrierung . . . 28
A.8.4 Externe Kalibrierung und Isotopenverhältnisse . . . 29
A.8.5 Interne Kalibrierung durch Isotopenverdünnung . . . 29
A.9 Messunsicherheiten . . . 30
A.9.1 Messunsicherheiten im Zusammenhang mit der externen Kalibrierung . . . 30
A.9.2 Externe Kalibrierung und Isotopenverhältnisse . . . 30

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

A.9.3 Isotopenverdünnung 30
A.9.4 Instrumentelle Nachweisgrenze 30
A.9.5 Bestimmungsgrenze 30
A.10 Analysenbericht 31
Anhang B (informativ) Beschreibung der im Ringversuch verwendeten Probenmatrices 32
B.1 Oberflächenwasser 32
B.2 Synthetischer Standard 33
Anhang C (informativ) Verfahrenskenndaten 34
Literaturhinweise 37

Tabellen

Tabelle 1 — Bestimmungsgrenze (LOQ) für unbelastetes Wasser 6
Tabelle 2 — Wichtige isobare und polyatomare Interferenzen 9
Tabelle 3 — Beispiele für geeignete Isotope mit ihren relativen Atommassen und Korrekturgleichungen 11
Tabelle 4 — Wichtige Interferenzen für Lösungen von Na, K, Ca, Mg, Cl, S, P (ρ = 100 mg/l) und Ba (ρ = 1 000 µg/l) 12
Tabelle A.1 — Halbwertzeiten und spezifische Aktivitäten der Uran-Isotope 23
Tabelle A.2 — Beispiele für Bestimmungsgrenzen 24
Tabelle B.1 — Oberflächenwasser-Matrix im Ringversuch 32
Tabelle C.1 — Verfahrenskenndaten für die Matrix Oberflächenwasser [a], [b] 34
Tabelle C.2 — Verfahrenskenndaten für die Matrix Königswasser-Aufschluss (siehe ISO 15587-1) 35
Tabelle C.3 — Verfahrenskenndaten und Wiederfindungsraten für die Matrix synthetischer Standard 35
Tabelle C.4 — Verfahrenskenndaten für Uran-Isotope in der Matrix Mineralwasser (natürliches Mineralwasser, abgefüllt, ohne Kohlenstoffdioxid) 36

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 17294-2:2022) 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.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 17294-2:2016.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 17294-2:2022 wurde vom CEN als prEN ISO 17294-2:2022 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees 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 Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen 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. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien 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 empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

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 147, *Water quality*, Unterkomitee SC 2, *Physical, chemical and biochemical methods* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste (ISO 17294-2:2016), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

— Mit der Aufnahme von Quecksilber in die vorhergehende Ausgabe wurde Quecksilber als hydrolysierbares Element aufgenommen, was nicht mit den anderen bestehenden Normen für die Bestimmung von Quecksilber übereinstimmte;

— die Hinzufügung eines Modifikators ist in dieser Ausgabe.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 17294 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

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.

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

1 Anwendungsbereich

WARNUNG — Anwender dieses Dokumentes 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.

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

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der Elemente Aluminium, Antimon, Arsen, Barium, Beryllium, Bismut, Bor, Cadmium, Cäsium, Calcium, Cer, Chrom, Cobalt, Kupfer, Dysprosium, Erbium, Gadolinium, Gallium, Germanium, Gold, Hafnium, Holmium, Indium, Iridium, Eisen, Lanthan, Blei, Lithium, Lutetium, Magnesium, Mangan, Quecksilber, 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 seiner Isotope, Vanadium, Yttrium, Ytterbium, Zink und Zirconium in Wasser (z. B. Trinkwasser, Oberflächenwasser, Grundwasser, Abwasser und Eluate) fest.[N1)]

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

Der Arbeitsbereich hängt von der Matrix und den zu erwartenden Interferenzen ab. In Trinkwasser und relativ unbelastetem Wasser beträgt die Bestimmungsgrenze (LOQ) für die meisten Elemente zwischen 0,002 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 Bestimmungsgrenzen 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 Bestimmungsgrenze wird höher ausfallen, wenn damit zu rechnen ist, dass bei der Bestimmung Interferenzen (siehe Abschnitt 5) oder Verschleppungseffekte (siehe ISO 17294-1:2004, 8.2) auftreten.

Tabelle 1 — Bestimmungsgrenze (LOQ) für unbelastetes Wasser

Element	Häufig verwendetes Isotop	Bestimmungsgrenze[a] µg/l	Element	Häufig verwendetes Isotop	Bestimmungsgrenze[a] µg/l	Element	Häufig verwendetes Isotop	Bestimmungsgrenze[a] µg/l
Ag	107Ag	0,5	Hf	178Hf	0,1	Ru	102Ru	0,1
	109Ag	0,5	Hg	202Hg	0,05	Sb	121Sb	0,2
				201Hg	0,1			
Al	27Al	1	Ho	165Ho	0,1		123Sb	0,2
As	75As[c]	0,1	In	115In	0,1	Sc	45Sc	5

N1) Nationale Fußnote: Europium fehlt in dieser Aufzählung, kann aber mit diesem Verfahren ebenfalls bestimmt werden. Die Bestimmungsgrenze (xLQ) für unbelastetes Wasser beträgt für ^{151}Eu und für ^{153}Eu jeweils 0,1 µg/l.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

Tabelle 1 (*fortgesetzt*)

Element	Häufig verwendetes Isotop	Bestimmungsgrenze[a] µg/l	Element	Häufig verwendetes Isotop	Bestimmungsgrenze[a] µg/l	Element	Häufig verwendetes Isotop	Bestimmungsgrenze[a] µg/l
Au	197Au	0,5	Ir	193Ir	0,1	Se	77Se[c]	1
B	10B	1	K	39K[c]	5		78Se[c]	0,1
	11B	1	La	139La	0,1		82Se	1
Ba	137Ba	3	Li	^{6}Li	10	Sm	147Sm	0,1
	138Ba	0,5		^{7}Li	1	Sn	118Sn	1
Be	^{9}Be	0,1	Lu	175Lu	0,1		120Sn	1
Bi	209Bi	0,5	Mg	24Mg	1	Sr	86Sr	0,5
Ca	43Ca	100		25Mg	10		88Sr	0,3
	44Ca	50	Mn	55Mn	0,1	Tb	159Tb	0,1
	40Ca	10	Mo	95Mo	0,5	Te	126Te	2
Cd	111Cd	0,1		98Mo	0,3	Th	232Th	0,1
	114Cd	0,5	Na	23Na	10	Tl	203Tl	0,2
Ce	140Ce	0,1	Nd	146Nd	0,1		205Tl	0,1
Co	59Co	0,2	Ni	58Ni[c]	0,1	Tm	169Tm	0,1
Cr	52Cr[c]	0,1		60Ni[c]	0,1	U	238U	0,1
	53Cr	5	P	31P	5		235U	10^{-4}
Cs	133Cs	0,1	Pb	206Pb[b]	0,2		234U	10^{-5}
Cu	63Cu	0,1		207Pb[b]	0,2	V	51V[c]	0,1
	65Cu	0,1		208Pb[b]	0,1	W	182W	0,3
Dy	163Dy	0,1	Pd	108Pd	0,5		184W	0,3
Er	166Er	0,1	Pr	141Pr	0,1	Y	89Y	0,1
Fe	56Fe[c]	5	Pt	195Pt	0,5	Yb	172Yb	0,2
Ga	69Ga	0,3	Rb	85Rb	0,1		174Yb	0,2
	71Ga	0,3	Re	185Re	0,1	Zn	64Zn	1
Gd	157Gd	0,1		187Re	0,1		66Zn	1
	158Gd	0,1	Rh	103Rh	0,1		68Zn	1
Ge	74Ge	0,3	Ru	101Ru	0,2	Zr	90Zr	0,2

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

[b] Blei (Pb) wird als die Summe der Zählraten von ^{206}Pb, ^{207}Pb und ^{208}Pb angegeben.

[c] Diese Grenzen werden durch die Anwendung einer Kollisions-/Reaktions-Zelle erreicht.

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

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

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 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 — Part 1: 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 17294-1:2004, *Water quality — Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) — Part 1: General guidelines*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 17294-1 und Abschnitt A.2.

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 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Bei der Anwendung dieses Dokuments ist in jedem Einzelfall, je nach zu prüfendem Bereich, zu bestimmen, ob und in welchem Umfang zusätzliche Bedingungen festzulegen sind.

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, Abbau, Atomisierung und Ionisierung der Elemente bewirkt;

— als zusätzliche Option darf die Kollisions- und Reaktions-Zellen-Technik angewendet werden, um verschiedene Interferenzen 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 Kalibrierlösungen.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

Die Beziehung zwischen Signalintensität und Massenkonzentration ist üblicherweise über einen weiten Bereich linear (üblicherweise über mehrere Zehnerpotenzen).

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, relevante Isotope von störenden Spezies abzutrennen.

5 Interferenzen

5.1 Allgemeines

In Einzelfällen können spektrale und nicht-spektrale Interferenzen auftreten. Die in diesem Zusammenhang wichtigsten Interferenzen sind Massenkoinzidenzen und physikalische Interferenzen, bedingt durch die Probenmatrix. Für weitergehende Information siehe ISO 17294-1.

Häufige spektrale Interferenzen sind der Tabelle 2 zu entnehmen (zusätzliche Information siehe ISO 17294-1). Es wird empfohlen, verschiedene Isotope eines Elements zu messen, um ein Isotop auszuwählen, das nicht durch Interferenzen beeinflusst wird. Kann diese Anforderung nicht erfüllt werden, so ist eine mathematische Korrektur durchzuführen. Für die Bestimmung von Uran-Isotopen ist nach der speziellen Vorgehensweise in Anhang A zu verfahren.

Geringe Driften oder Schwankungen in der Signalintensität sollten durch Verwendung von internen Standards korrigiert werden. Um physikalische und spektrale Interferenzen zu vermeiden, sollte die Massenkonzentration an gelösten Feststoffen (Salzgehalt) 2 g/l (entsprechend einer Leitfähigkeit kleiner als 2 700 µS/cm) nicht überschreiten.

ANMERKUNG Durch die Anwendung der Kollisions- und Reaktions-Zellen-Technik ist es möglich, verschiedene Interferenzen zu vermeiden. Da die verschiedenen Optionen und Parameter dieser Verfahren nicht detailliert in diesem Dokument beschrieben werden können, liegt es in der Verantwortung des Anwenders zu zeigen, dass der gewählte Ansatz geeignet ist und die erforderlichen Leistungsanforderungen erfüllt.

5.2 Spektrale Interferenzen

5.2.1 Allgemeines

Detaillierte Angaben zu spektralen Interferenzen siehe ISO 17294-1:2004, 6.2.

5.2.2 Interferenzen durch isobare Elemente

Interferenzen durch isobare Elemente treten auf, wenn Elemente Isobare mit demselben nominalen Masse-zu-Ladungs-Verhältnis haben, die aufgrund einer zu geringen Auflösung des Massenspektrometers nicht getrennt werden können (z. B. ^{114}Cd und ^{114}Sn).

Interferenzen durch isobare Elemente können durch eine mathematische Korrektur, die den Einfluss des störenden Elements berücksichtigt (siehe Tabelle 3), beseitigt werden. Hierfür müssen die zur Korrektur herangezogenen Isotope störungsfrei und mit ausreichender Präzision bestimmt werden. Entsprechende Korrekturvorschläge sind häufig bereits in der Gerätesoftware vorhanden.

Tabelle 2 — Wichtige isobare und polyatomare Interferenzen

Element	Isotop	Interelement-Interferenzen durch Isobare und doppelt geladene Ionen	Interferenzen durch Polyatom-Ionen
Ag	^{107}Ag	—	ZrO
	^{109}Ag	—	NbO, ZrOH
As	^{75}As	—	ArCl, CaCl

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

Tabelle 2 (*fortgesetzt*)

Element	Isotop	Interelement-Interferenzen durch Isobare und doppelt geladene Ionen	Interferenzen durch Polyatom-Ionen
Au	^{197}Au	—	TaO
B	^{10}B	—	
	^{11}B	—	BH
Ba	^{138}Ba	La^+, Ce^+	—
Be	^{9}Be	—	$^{18}O_2$
Ca	^{43}Ca	—	CNO
	^{44}Ca	—	COO
Cd	^{111}Cd	—	MoO, MoOH, ZrOH
	^{114}Cd	Sn^+	MoO, MoOH
Co	^{59}Co	—	CaO, CaOH, MgCl
Cr	^{52}Cr	—	ArO, ArC, ClOH
	^{53}Cr	Fe^+	ClO, ArOH,
Cu	^{63}Cu	—	ArNa, POO, MgCl
	^{65}Cu	—	SOOH
Eu	^{151}Eu	—	BaO
	^{153}Eu	—	BaO
Fe	^{54}Fe	—	$^{37}Cl^{16}O^{1}H^+$, $^{40}Ar^{14}N$
	^{56}Fe	—	$^{40}Ar^{16}O^+$, $^{40}Ca^{16}O^+$
	^{57}Fe	—	$^{40}Ar^{16}O^{1}H^+$, $^{40}Ca^{16}O^{1}H^+$, $^{40}Ar^{17}O^+$
Ga	^{69}Ga	Ba^{++}	CrO, ArP, ClOO
Ge	^{74}Ge	Se^+	ArS, ClCl
Hg	^{201}Hg		$^{184}W^{17}O$
	^{202}Hg		$^{186}W^{16}O$
In	^{115}In	Sn^+	—
Ir	^{193}Ir	—	HfO
Mg	^{24}Mg	—	CC
	^{25}Mg	—	CC
Mn	^{55}Mn	—	NaS, ArOH, ArNH
Mo	^{98}Mo	Ru^+	—
Ni	^{58}Ni	Fe^+	CaO, CaN, NaCl, MgS
	^{60}Ni	—	CaO, CaOH, MgCl, NaCl
Pd	^{108}Pd	Cd^+	MoO, ZrO
Pt	^{195}Pt	—	HfO

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

Tabelle 2 (*fortgesetzt*)

Element	Isotop	Interelement-Interferenzen durch Isobare und doppelt geladene Ionen	Interferenzen durch Polyatom-Ionen
Re	^{187}Re	Os^{+}	—
Ru	^{102}Ru	Pd^{+}	—
Sb	^{123}Sb	Te^{+}	—
Sc	^{45}Sc	—	COO, COOH
Se	^{77}Se	—	CaCl, ArCl, ArArH
	^{78}Se	Kr^{+}	ArAr, CaCl
	^{82}Se	Kr^{+}	HBr
Sn	^{120}Sn	Te^{+}	—
V	^{51}V	—	ClO, SOH, ClN, ArNH
W	^{184}W	Os^{+}	—
Zn	^{64}Zn	Ni^{+}	AlCl, SS, SOO, CaO
	^{66}Zn	Ba^{++}	PCl, SS, FeC, SOO
	^{68}Zn	Ba^{++}, Ce^{++}	FeN, PCl, ArS, FeC, SS, ArNN, SOO

ANMERKUNG Sind Elemente in hohen Massenkonzentrationen anwesend, so können Interferenzen durch die Bildung von Polyatom-Ionen bzw. doppelt geladenen Ionen hervorgerufen werden, die hier nicht aufgelistet sind.

Tabelle 3 — Beispiele für geeignete Isotope mit ihren relativen Atommassen und Korrekturgleichungen

Element	Empfohlenes Isotop und Interelement-Korrektur	
As	^{75}As	−3,127 (^{77}Se − 0,815 ^{82}Se) oder
	^{75}As	−3,127 (^{77}Se + 0,322 0 ^{78}Se)
Ba	^{138}Ba	−0,000 900 8 ^{139}La − 0,002 825 ^{140}Ce
Cd	^{114}Cd	−0,026 84 ^{118}Sn
Ge	^{74}Ge	−0,138 5 ^{82}Se
In	^{115}In	−0,014 86 ^{118}Sn
Mo	^{98}Mo	−0,110 6 ^{101}Ru
Ni	^{58}Ni	−0,048 25 ^{54}Fe
Pb	^{208}Pb	+^{207}Pb + ^{206}Pb
Se	^{82}Se	−1,009 ^{83}Kr
Sn	^{120}Sn	−0,013 44 ^{125}Te
V	^{51}V	^{51}V −3,127 (^{53}Cr −0,113 4 ^{52}Cr)
W	^{184}W	−0,001 242 ^{189}Os

ANMERKUNG Bei Verwendung der Kollisions- oder Reaktionszellentechnologie können einige dieser Störungen überwunden werden.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

5.2.3 Polyatomare Interferenzen

Polyatom-Ionen entstehen durch Koinzidenzen von Bestandteilen des Plasmagases, der eingesetzten Reagenzien oder der Probenmatrix (z. B. Interferenz auf der relativen Masse ^{75}As durch $^{40}Ar^{35}Cl$ und $^{40}Ca^{35}Cl$). Beispiele für Korrekturgleichungen siehe Tabelle 3 und Angaben zur Größenordnung der Interferenzen siehe Tabelle 4. Diese Interferenzen sind für einige Elemente von besonderer Wichtigkeit (z. B. As, Cr, Se, V).

Es wird empfohlen, dass der Analytiker die Größenordnung dieser Interferenz für das jeweilige Gerät regelmäßig prüft.

Bei mathematischen Korrekturen muss berücksichtigt werden, dass die Größenordnung der Interferenz sowohl von den Plasma-Einstellungen (z. B. Oxid-Bildungsrate) als auch von der Massenkonzentration des störenden Elements abhängt; dies wiederum ist üblicherweise eine variable Größe in Abhängigkeit von der jeweiligen Probenlösung.

5.3 Nicht-spektrale Interferenzen

Detaillierte Information zu nicht-spektralen Interferenzen siehe ISO 17294-1:2004, 6.3.

Tabelle 4 — Wichtige Interferenzen für Lösungen von Na, K, Ca, Mg, Cl, S, P (ρ = 100 mg/l) und Ba (ρ = 1 000 µg/l)

Element	Isotop	Simulierte Massenkonzentration[a] µg/l	Art der Interferenz
As	^{75}As	1,0	ArCl
Co	^{59}Co	0,2 bis 0,8	CaO, CaOH
Cr	^{52}Cr	1,0	ClOH
		1,0	ArC
	^{53}Cr	5,0	ClO
Cu	^{63}Cu	1,0 bis 3,0	ArNa
		1,0 bis 1,6	POO
	^{65}Cu	2,0	ArMg
		2,0	POO
		2,0	SOOH
Ga	^{69}Ga	1,0 bis 25	Ba^{++}
		0,3	ArP
		1,0	ClOO
	^{71}Ga	0,2 bis 0,6	ArP
Ge	^{74}Ge	0,3	ClCl
		0,3	ArS
Mn	^{55}Mn	3,0	KO
		3,0	NaS
		3,0	NaS
Ni	^{58}Ni	2,5	CaO, CaN
	^{60}Ni	3 bis 12	CaO, CaOH

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

Tabelle 4 (*fortgesetzt*)

Element	Isotop	Simulierte Massenkonzentration[a] µg/l	Art der Interferenz
Se	^{77}Se	10	ArCl
V	^{51}V	1 bis 5	ClO, ClN
		1,0	SOH
Zn	^{64}Zn	7	ArMg
		3	CaO
		8	SS, SOO
		1	POOH
	^{66}Zn	2,0	$ArMgBa^{++}$
		5	SS, SOO
		4	PCl
		2	Ba^{++}
	^{68}Zn	50	ArS, SS, SOO
		4	Ba^{++}

[a] Bezeichnet die Größenordnung der Störung ohne Korrekturmaßnahmen. Der Anwender sollte die Interferenzen prüfen und entscheiden, wie sie verringert oder vermieden werden können.

6 Reagenzien

Im Fall einer Spuren- und Ultraspurenanalytik müssen die Reagenzien entsprechend rein sein. Die Konzentration der Analyten bzw. der störenden Substanzen in den Reagenzien und im Wasser sollte im Vergleich zur geringsten zu bestimmenden Konzentration vernachlässigbar klein sein.

Um Interferenzen durch Polyatome zu minimieren, sollte Salpetersäure zur Konservierung und für den Aufschluss verwendet werden.

Für die Bestimmung der Uran-Isotopenkonzentration siehe Anhang A.

6.1 Wasser der Qualität 1 nach ISO 3696 für alle Probenvorbereitungs- und Verdünnungsschritte.

6.2 Salpetersäure, $\rho(HNO_3)$ = 1,4 g/ml.

ANMERKUNG Salpetersäure $\rho(HNO_3)$ = 1,40 g/ml [$w(HNO_3)$ = 650 g/kg] und $\rho(HNO_3)$ = 1,42 g/ml [$w(HNO_3)$ = 690 g/kg] sind im Handel erhältlich. Beide sind geeignet, vorausgesetzt, ihr Gehalt an den zu bestimmenden Analyten ist vernachlässigbar klein.

6.3 Salzsäure, $\rho(HCl)$ = 1,16 g/ml.

6.4 Salzsäure, $c(HCl)$ = 0,2 mol/l.

6.5 Schwefelsäure, $\rho(H_2SO_4)$ = 1,84 g/ml.

6.6 Wasserstoffperoxid, $w(H_2O_2)$ = 30 %.

ANMERKUNG Wasserstoffperoxid ist häufig mit Phosphorsäure stabilisiert.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

6.7 Element-Stammlösungen mit einer Massenkonzentration von jeweils ρ = 1 000 mg/l von Ag, Al, As, Au, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Cu, Dy, Er, Eu, Fe, Ga, Gd, Ge, Hf, Hg, Ho, In, Ir, K, La, Li, Lu, Mg, Mn, Mo, Na, Nd, Ni, P, Pb, Pd, Pr, Pt, Rb, Re, Rh, Ru, Sb, Sc, Se, Sm, Sn, Sr, Tb, Te, Th, Tl, Tm, U, V, W, Y, Yb, Zn und Zr.

Sowohl Einzelelement- als auch Multielement-Stammlösungen mit entsprechender Spezifikation der verwendeten Säure und der Herstellungsweise sind im Handel erhältlich. Element-Stammlösungen mit anderen Konzentrationen (z. B. 2 000 mg/l oder 10 000 mg/l) sind ebenfalls zulässig.

Die Lösungen gelten als für mehr als ein Jahr haltbar. Hinsichtlich der garantierten Stabilität sollten jedoch die Empfehlungen des Herstellers beachtet werden.

6.8 Anionen-Stammlösungen, Cl^-, PO_4^{3-}, SO_4^{2-}, jeweils ρ = 1 000 mg/l.

Diese Lösungen aus den entsprechenden Säuren herstellen. Die Lösungen sind auch im Handel erhältlich. Anionen-Stammlösungen anderer Konzentrationen (z. B. 100 mg/l) sind ebenfalls zulässig.

Die Lösungen gelten als für mehr als ein Jahr haltbar. Hinsichtlich der garantierten Stabilität sollten jedoch die Empfehlungen des Herstellers beachtet werden.

6.9 Multielement-Standardlösungen

In Abhängigkeit vom Anwendungsbereich können verschiedene Multielement-Standardlösungen notwendig sein. Bei der Zusammenstellung von Multielement-Standardlösungen müssen generell die chemische Verträglichkeit und die mögliche Hydrolyse der Ausgangsverbindungen beachtet werden. Es muss darauf geachtet werden, dass chemische Reaktionen (z. B. Ausfällungen) vermieden werden.

Die folgenden Beispiele berücksichtigen auch die unterschiedlichen Empfindlichkeiten verschiedener Massenspektrometer.

Die Multielement-Standardlösungen sind, im Dunkeln aufbewahrt, für mehrere Monate haltbar.

Dies gilt nicht für Multielement-Standardlösungen von Elementen, die zur Hydrolyse neigen; insbesondere Lösungen von Bi, Mo, Sn, Sb, Te, W, Hf und Zr.

ANMERKUNG Quecksilber (Hg)-Standardlösungen können auch mit HCl stabilisiert werden; daher kann je nach Konservierung der Proben mit HNO_3 oder HCl eines der in 6.9.1 oder 6.9.2 beschriebenen Verfahren angewendet werden.

Bezüglich der garantierten Haltbarkeit aller Standardlösungen siehe die Empfehlungen des Herstellers.

6.9.1 Multielement-Standardlösung A, z. B. bestehend aus Folgendem:

— ρ(As, Se) = 20 mg/l;

— ρ(Ag, Al, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Cu, Fe, La, Li, Mg, Mn, Ni, Pb, Rb, Sr, Th, Tl, U, V und Zn) = 10 mg/l.

— Option: ρ(Hg) = 1 mg/l;

Mit einer Pipette 20 ml je Element-Stammlösung (As, Se) (6.7) und 10 ml je Element-Stammlösung (Ag, Al, B, Ba, Be, Bi, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Cu, Fe, La, Li, Mn, Ni, Pb, Rb, Sr, Th, Tl, U, V und Zn) (6.7) und 1 ml Stammlösung (Hg) (6.7) in einen 1 000-ml-Messkolben überführen.

10 ml Salpetersäure (6.2) zufügen.

Mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen und in ein geeignetes Aufbewahrungsgefäß überführen.

Multielement-Standardlösungen mit mehr Elementen dürfen eingesetzt werden, vorausgesetzt, dass die Stabilität nachgewiesen werden kann und keine chemischen Reaktionen auftreten. Dies muss erneut einige Tage

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

nach der ersten Verwendung geprüft werden (manchmal können Niederschläge erst nach der Herstellung auftreten).

6.9.2 Multielement-Standardlösung B, z. B. bestehend aus Folgendem:

— ρ(Au, Mo, Sb, Sn, W, Zr) = 5 mg/l.

— option: ρ(Hg) = 1 mg/l;

Mit einer Pipette 2,5 ml je Element-Stammlösung (Au, Hg, Mo, Sb, Sn, W, Zr) und 0,5 ml der Stammlösung (Hg) (6.7) in einen 500-ml-Messkolben überführen.

40 ml Salzsäure (6.3) zufügen.

Mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen und in ein geeignetes Aufbewahrungsgefäß überführen.

6.9.3 Referenzelement-Lösung (interner Standard)

Die Wahl der Elemente für die Referenzelement-Lösung (interner Standard) richtet sich nach der jeweiligen Aufgabenstellung. Die Lösungen dieser Elemente sollten den interessierenden Massenbereich abdecken. Ihre Konzentration in der Analysenprobe sollte vernachlässigbar klein sein. Die Elemente In, Lu, Re, Rh und Y haben sich für diesen Zweck bewährt. Andere Elemente können, abhängig vom Untersuchungsziel, ebenfalls verwendet werden, wie z. B. stabiles Bi und Tl.

Z. B. darf die Referenzelement-Lösung ρ(Y, Re) = 5 mg/l verwendet werden.

Mit einer Pipette 5 ml je Element-Stammlösung (Y, Re) (6.7) in einen 1 000-ml-Messkolben überführen.

10 ml Salpetersäure (6.2) zufügen.

Mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen und in ein geeignetes Aufbewahrungsgefäß überführen. Die Referenzelement-Lösung kann allen Probenlösungen oder deren Verdünnung vor dem Zerstäuber hinzugefügt werden.

ANMERKUNG Für die Bestimmung von Quecksilber (Hg) wird empfohlen, der Referenzelement-Lösung eine Gold (Au)-Lösung in verdünnter HCl zuzugeben, um Störungen zu vermeiden, so dass eine Gesamtkonzentration von mindestens 50 µg/l in der zu messenden Lösung erreicht wird [ρ(Au) = ≥ 50 µg/l].

6.10 Multielement-Kalibrierlösungen

Die Massenkonzentrationen der Kalibrierlösungen so wählen, dass eine genügende Messgenauigkeit bzw. Reproduzierbarkeit erreicht und der gewählte Arbeitsbereich abgedeckt wird.

Die Stabilität der Kalibrierlösungen sollte regelmäßig geprüft werden. Infolge ihrer relativ geringen Massenkonzentrationen sollten sie mindestens jeden Monat durch frische Lösungen oder im Fall von Elementen, die zur Hydrolyse neigen, häufiger ersetzt werden. In speziellen Fällen ist ein täglicher Ansatz der Lösungen notwendig. Der Anwender muss die höchstmögliche Stabilitätsdauer der Kalibrierlösungen bestimmen.

Die Kalibrierlösung(en) A (6.10.1) und B (6.10.2) in geeignete Aufbewahrungsgefäße überführen.

Wird die Bestimmung nach vorangegangenem Aufschluss (9.2) durchgeführt, muss die Matrix der Multielement-Kalibrierlösung(en) A (6.10.1) und B (6.10.2) an die der Aufschlusslösung nach Verdünnung angepasst werden, sofern erforderlich.

Der Arbeitsbereich darf den ganzen Bereich von 0,1 µg/l bis 50 µg/l oder einen Teilbereich abdecken.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

6.10.1 Multielement-Kalibrierlösung(en) A

Die Kalibrierlösung(en) A zur Abdeckung des gewünschten Arbeitsbereichs durch Verdünnen der Multielement-Standardlösung A (6.9.1) herstellen. Zur Anpassung der Matrix der hergestellten Probenlösungen je Liter ausreichend Salpetersäure (6.2) und andere Säuren, falls erforderlich, zugeben und mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen. Wenn nötig, eine Referenzelement-Lösung (6.9.3) mit einer Konzentration von z. B. 50 µg/l des Referenzelements zufügen, bevor bis zur Marke aufgefüllt wird.

6.10.2 Multielement-Kalibrierlösung(en) B

Die Kalibrierlösung(en) B zur Abdeckung des gewünschten Arbeitsbereichs durch Verdünnen der Multielement-Standardlösung B (6.9.2) herstellen. Zur Anpassung der Matrix der hergestellten Probenlösungen je Liter ausreichend Salzsäure (6.3) und andere Säuren, falls erforderlich, zugeben und mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen. Wenn nötig, eine Referenzelement-Lösung (6.9.3) mit einer Konzentration von z. B. 50 µg/l des Referenzelements zufügen, bevor bis zur Marke aufgefüllt wird.

ANMERKUNG Die Messung von Gold (Au) wird gestört, wenn Gold (Au) als Stabilisator für Quecksilber (Hg) nach 6.9.3 zugesetzt wird.

6.11 Blindwert-Lösungen

Bezüglich der Reinheit müssen hohe Anforderungen gestellt werden. Der Anwender sollte sicherstellen, dass die Hintergrundbelastung der Analyten für die Ergebnisse nicht signifikant ist.

6.11.1 Blindwert-Lösung A

Ein ausreichendes Volumen an Salpetersäure (6.2) und anderen Säuren, falls erforderlich, zur Matrixanpassung mit den hergestellten Probenlösungen in einen Kolben, z. B. aus Perfluoralkoxyalkan (PFA) oder Perfluorethylenpropylen (FEP) zugeben und mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen. Wenn nötig, eine Referenzelement-Lösung (6.9.3) mit einer Konzentration von z. B. 50 µg/l des Referenzelements zufügen, bevor bis zur Marke aufgefüllt wird.

Wird die Bestimmung nach vorherigem Aufschluss (9.2) durchgeführt, so muss die Matrix der Blindwert-Lösung A entsprechend an die der Aufschlusslösung angepasst werden.

6.11.2 Blindwert-Lösung B

Ein ausreichendes Volumen an Salzsäure (6.3) und anderen Säuren, falls erforderlich, zur Matrixanpassung mit den hergestellten Probenlösungen in einen Kolben, z. B. aus Perfluoralkoxyalkan (PFA) oder Perfluorethylenpropylen (FEP), geben und mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen. Wenn nötig, eine Referenzelement-Lösung (6.9.3) mit einer Konzentration von z. B. 50 µg/l des Referenzelements zufügen, bevor bis zur Marke aufgefüllt wird.

Wird die Bestimmung nach vorherigem Aufschluss (9.2) durchgeführt, so muss die Matrix der Blindwert-Lösung B entsprechend an die der Aufschlusslösung angepasst werden.

ANMERKUNG Die Messung von Gold (Au) wird gestört, wenn Gold (Au) als Stabilisator für Quecksilber (Hg) nach 6.9.3 zugesetzt wird.

6.12 Optimierungslösung

Die Optimierungslösung dient der Massenkalibrierung und zur Optimierung der Betriebsparameter, d. h. zur Einstellung einer maximalen Empfindlichkeit bei minimaler Oxidbildungsrate und minimaler Bildung doppelt geladener Ionen.

Sie sollte sowohl Elemente enthalten, die den gesamten Massenbereich abdecken, als auch solche, die zu hohen Oxidbildungsraten und zu doppelt geladenen Ionen beitragen. Zum Beispiel ist eine Optimierungslösung geeig-

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

net, die Mg, Cu, Rh, In, Ba, La, Ce, U und Pb enthält. Li, Be und Bi sind weniger geeignet, da sie Verschleppungseffekte verursachen können.

Die Massenkonzentrationen der Elemente, die zur Optimierung verwendet werden, sollten so gewählt werden, dass sich Zählraten von mehr als 10 000 Impulsen je s ergeben.

Weitere Informationen siehe die allgemeinen Ausführungen in ISO 17294-1.

6.13 Matrix-Lösung

Die Matrix-Lösungen dienen zur Ermittlung der Faktoren in den Korrekturgleichungen. Wegen der hohen Massenkonzentrationen werden an die Reinheit der Ausgangs-Chemikalien große Anforderungen gestellt. Der Anwender sollte sicherstellen, dass die Hintergrund-Konzentrationen der Analyten in der Matrix-Lösung die Ergebnisse nicht signifikant beeinträchtigen. Die Zusammensetzung kann wie folgt sein:

— $\rho\,(\mathrm{Ca}) = 200\ \mathrm{mg/l}$;

— $\rho\,(\mathrm{Cl}^-) = 300\ \mathrm{mg/l}$;

— $\rho\left(\mathrm{PO_4^{3-}}\right) = 25\ \mathrm{mg/l}$;

— $\rho\left(\mathrm{SO_4^{2-}}\right) = 100\ \mathrm{mg/l}$.

200 ml Element-Stammlösung (Ca) (6.7), 300 ml Anionen-Stammlösung (Cl^-) (6.8), 25 ml Anionen-Stammlösung $\left(\mathrm{PO_4^{3-}}\right)$ (6.8) und 100 ml Anionen-Stammlösung $\left(\mathrm{SO_4^{2-}}\right)$ (6.8) in einen 1 000-ml-Messkolben pipettieren.

10 ml Salpetersäure (6.2) zufügen.

Mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen und in ein geeignetes Aufbewahrungsgefäß überführen.

Die Reaktions- oder Kollisions-Zellen-Technik könnte den Einsatz der Matrix-Lösung ersetzen. Dies ist durch den Anwender dieses Dokuments zu validieren.

7 Geräte

Die Stabilität von Proben, Mess- und Kalibrierlösungen ist in hohem Maß vom Gefäßmaterial abhängig. Die Gefäßmaterialien müssen für den jeweiligen Anwendungszweck auf ihre Eignung geprüft werden. Für die Bestimmung von Elementen im Spuren- und Ultraspurenbereich sollten keine Geräte aus Glas und Polyvinylchlorid (PVC) verwendet werden. Stattdessen wird empfohlen, Gefäße aus Perfluoralkoxyalkan (PFA), Perfluorethylenpropylen (FEP) oder Quarz, mit siedender konzentrierter Salpetersäure im geschlossenen System ausgedampft, einzusetzen. Für die Bestimmung von Elementen in einem höheren Konzentrationsbereich sind Gefäße aus Polyethylen hoher Dichte (HDPE) oder Polytetrafluorethylen (PTFE) auch für die Probenahme erlaubt.

Unmittelbar vor Gebrauch sollten alle Glasgefäße gründlich mit verdünnter Salpetersäure (z. B. $w(\mathrm{HNO_3}) = 10\ \%$) gewaschen und anschließend mehrmals mit Wasser (6.1) gespült werden.

Der Einsatz von Kolbenhubpipetten ist gestattet und erlaubt die Herstellung kleinerer Volumina der Kalibrierlösungen. Der Einsatz von Dilutoren ist ebenfalls erlaubt. Berücksichtigen, dass verunreinigte Verbrauchsgegenstände wie Pipettenspitzen, Einmal-Kunststoff-Gefäße und Filter zu erhöhten Blindwerten führen könnten und zur Unsicherheit analytischer Ergebnisse beitragen.

Detaillierte Informationen über die Geräteausstattung siehe ISO 17294-1:2004, Abschnitt 5.

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

7.1 Massenspektrometer

Ein Massenspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP) für die Multielement-Bestimmung und Isotopenanalyse ist erforderlich. Das Spektrometer sollte im Massenbereich von 5 *m/z* (AMU) bis 240 *m/z* (AMU) eine Auflösung von mindestens 1 m_r/z Peakbreite bei 5 % der Peakhöhe (m_r = relative Masse einer Atomart, z = Ladungszahl) erlauben. Das Gerät darf mit einem konventionellen oder einem erweiterten dynamischen Detektionssystem ausgestattet sein.

7.2 Massenfluss-Regler

Für das Zerstäubergas ist ein Massenfluss-Regler notwendig. Massenfluss-Regler für das Plasmagas und das Hilfsgas sind ebenfalls nützlich. Eine mit Wasser gekühlte Zerstäuberkammer kann hilfreich sein, um einige Interferenzen zu verringern (z. B. durch Polyatomoxid-Spezies).

ANMERKUNG Das Plasma ist sehr empfindlich gegenüber Änderungen im Gasfluss.

7.3 Zerstäuber mit regelbarer Peristaltikpumpe, Informationen über verschiedene Zerstäubertypen sind in ISO 17294-1:2004, 5.1.2[N2)] gegeben.

7.4 Argon-Gasversorgung, hoher Reinheitsgrad, z. B. > 99,99 %.

7.5 Glasgefäße, bestehend aus Folgendem:

7.5.1 Messkolben, z. B. 50 ml, 100 ml, 500 ml und 1 000 ml;

7.5.2 Erlenmeyerkolben, z. B. 100 ml;

7.5.3 Pipetten, z. B. 1 ml, 2,5 ml, 10 ml, 20 ml und 25 ml.

7.6 Aufbewahrungsgefäße für die Stamm-, Standard-, Kalibrier- und Probenlösungen.

Zur Aufbewahrung für die nachfolgende Bestimmung der Elemente im üblichen Konzentrationsbereich sind Probengefäße aus Polyethylen hoher Dichte (HDPE) oder Polytetrafluorethylen (PTFE) ausreichend. Im Fall von Bestimmungen im Ultraspurenbereich sollten Gefäße aus Perfluoralkoxyalkan (PFA) oder Perfluorethylenpropylen (FEP) vorgezogen werden. In jedem Fall muss der Anwender die Eignung der Gefäße prüfen.

8 Probenahme

Proben nach ISO 5667-1 nehmen und nach ISO 5667-3 lagern. Wegen der hohen Anforderungen bei der Spuren- und Ultraspurenanalytik muss jede Verunreinigung vermieden werden.

Die Massenkonzentration der Elemente kann sich nach der Probenahme durch Adsorptions- oder Desorptionseffekte rasch ändern. Dies ist vor allem wichtig bei der Bestimmung von z. B. Ag, As, B, Se und Sn. Die Auswahl des Behältermaterials hängt von der zu bestimmenden Massenkonzentration der Elemente ab.

Für die Bestimmung der gelösten Anteile der Elemente die Probe durch ein Membranfilter mit einer nominellen Porenweite von 0,45 µm filtrieren. Membranfilter müssen auf Unreinheiten durch geeignete Blindversuche untersucht werden. Mehrere Portionen der Probe verwenden, um das Membranfiltrationsgerät vorzuspülen, und erst danach das benötigte Filtratvolumen auffangen.

Je 100 ml Probe 0,5 ml Salpetersäure (6.2) oder HCl (6.3) zugeben (siehe 6.9). Sicherstellen, dass der pH-Wert kleiner als 2 ist, andernfalls mehrSäure zufügen.

N2) Nationale Fußnote: Richtige Verweisung lautet: ISO 17294-1:2004, 5.2.3.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

9 Probenvorbehandlung

9.1 Bestimmung der Massenkonzentration an gelösten Elementen ohne Aufschluss

Nach Abschnitt 10 fortfahren, wobei das angesäuerte Filtrat nach Abschnitt 8 eingesetzt wird. Liegen Erfahrungen vor, dass keine nennenswerten Anteile an Partikeln auftreten, so darf die Filtration unterbleiben. Die Proben müssen dabei farblos sein und eine Trübung von < 1,5 FNU (Formazin-nephelometrische Einheit, siehe ISO 7027-1) aufweisen.

ANMERKUNG Für die Bestimmung von Quecksilber (Hg) wird empfohlen, eine Gold (Au)-Lösung in verdünnter HCl zuzugeben, um das Quecksilber in der angesäuerten Probe auf eine Endkonzentration von mindestens 50 µg/l in der zu messenden Lösung zu stabilisieren [$\rho(Au) \geq 50$ µg/l].

9.2 Bestimmung der Massenkonzentration nach Aufschluss

Die nach diesem Unterabschnitt bestimmte Massenkonzentration entspricht nicht in allen Fällen einer Gesamt-Massenkonzentration. Stattdessen wird nur derjenige Anteil analysiert, der nach dem genannten Aufschluss bestimmbar ist.

Ein Salpetersäure-Aufschluss muss nach ISO 15587-2 durchgeführt werden. Für den Fall, dass ein Königswasser-Aufschluss gewählt wird, muss nach ISO 15587-1 verfahren werden; in diesem Fall sind die möglichen Interferenzen durch hohe Chloridgehalte entsprechend zu berücksichtigen.

Einige Elemente und ihre Verbindungen (z. B. Silicate und Aluminiumoxid) werden nach diesem Verfahren nur unvollständig in Lösung gebracht.

Für die Bestimmung von Zinn darf der folgende Aufschluss angewandt werden:

a) 0,5 ml Schwefelsäure (6.5) und 0,5 ml Wasserstoffperoxid (6.6) zu 50 ml der homogenisierten Wasserprobe zugeben;

b) Mischung abdampfen, bis sich SO_3-Dämpfe bilden;

c) im Fall eines unvollständigen Aufschlusses nach dem Abkühlen eine kleine Menge Wasser (6.1) zufügen, dann erneut Wasserstoffperoxid (6.6) zufügen und das Abdampfen entsprechend wiederholen;

d) den Rückstand in verdünnter Salzsäure (6.4) aufnehmen und mit Wasser auf 50 ml auffüllen;

e) eine Blindwertprobe in gleicher Weise behandeln.

Für die Bestimmung von Sb, W oder Zr könnten spezielle Aufschlussverfahren notwendig sein.

Wenn die Erfahrung gezeigt hat, dass die Elemente auch ohne diesen Aufschluss quantitativ bestimmt werden, darf auf den Aufschluss verzichtet werden.

10 Durchführung

10.1 Allgemeines

Der Zusammenhang zwischen den gemessenen Zählraten und der Massenkonzentration eines Elements ist bei der ICP-MS bekanntermaßen über mehrere Zehnerpotenzen linear. Zur Quantifizierung darf daher mit linearen Kalibrierfunktionen gearbeitet werden. Bei Routinemessungen die Linearität der Kalibrierfunktion regelmäßig prüfen. Diese Prüfung muss nach ISO 8466-1 ausgeführt werden.

Die apparativen Parameter des ICP-MS-Systems entsprechend den Angaben des Herstellers einstellen.

Das Gerät etwa 30 min vor Analysenbeginn in einen messbereiten Zustand versetzen.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04

Vor jeder Analysenserie sollten die Empfindlichkeit und die Stabilität des Systems anhand der Optimierungslösung (6.12) geprüft werden. Die Auflösung und die Massenkalibrierung in dem Abstand prüfen, wie dies vom Hersteller vorgegeben ist.

Das System mithilfe der Optimierungslösung (6.12) auf möglichst geringe Störeffekte (z. B. Oxidbildung, Bildung doppelt geladener Ionen) bei genügender Empfindlichkeit einstellen.

Relative Atommassen und entsprechende Korrekturen nach Tabelle 3 festlegen.

Spülzeiten in Abhängigkeit von der Leitungslänge des Probenzufuhrsystems festlegen. Bei stark schwankenden Massenkonzentrationen in den Messlösungen längere Spülzeiten wählen.

Die Verwendung einer Referenzelement-Lösung wird empfohlen. Die Referenzelement-Lösung (6.9.3) der Matrix-Lösung (6.13), allen Multielement-Kalibrierlösungen (6.10), den Blindwert-Lösungen (6.11) und allen Messlösungen zufügen. Die Massenkonzentration der Referenzelemente muss in allen Lösungen gleich sein.

Geeignet ist häufig eine Massenkonzentration von ρ(Y, Re) = 50 µg/l.

ANMERKUNG Die ICP-MS hat ausgezeichnete Leistungseigenschaften für eine Multielement-Bestimmung. Die Empfindlichkeit der Bestimmung hängt von mehreren Parametern ab (Zerstäubergasfluss, Hochfrequenzleistung, Linsenspannung, Orientierung der Linsenspannung usw.). Eine optimale Einstellung des Systems kann daher nicht gleichzeitig für alle Elemente erreicht werden.

10.2 Kalibrierung des ICP-MS-Systems

Wenn das Analysensystem erstmalig vom Anwender im Labor und danach in Intervallen validiert wird, eine Kalibriergerade für jedes Element erstellen, indem z. B. vier bis fünf Messpunkte (z. B. durch Messung der Blindwert-Lösung und von drei oder vier Kalibrierlösungen) ermittelt werden.

In der täglichen Routine reicht oft die Messung einer Blindwert-Lösung sowie von ein oder zwei Kalibrierlösungen aus, jedoch ist die Gültigkeit der Kalibriergeraden mit einer zertifizierten Referenzprobe, einer Standardprobe oder einer geeigneten internen Standardlösung zu belegen (siehe auch die Kommentare in ISO 17294-1:2004, 9.1).

Eine typische Vorgehensweise ist wie folgt:

Die Blindwert-Lösung (6.11) und die Multielement-Kalibrierlösungen (6.10) herstellen und messen. Nach den Angaben des Herstellers und in Übereinstimmung mit ISO 8466-1 eine Kalibriergerade erstellen. Jeder Messpunkt sollte der Mittelwert von mindestens zwei Wiederholmessungen sein.

Mögliche Diskrepanzen in der Isotopenzusammensetzung zwischen den Kalibrierlösungen und den Messlösungen beachten (z. B. relevant für Li, Pb, U).

10.3 Messung der Matrix-Lösung zur Ermittlung der Korrekturfaktoren

Zur Ermittlung und Aktualisierung der Korrekturfaktoren die Matrix-Lösung (6.13) oder Extrakte von zertifizierten Referenzmaterialien ähnlicher Matrixzusammensetzung in regelmäßigen Abständen innerhalb eines Messzyklus messen.

10.4 Messung der Proben

Nach Erstellen der Kalibrierkurven die Blindwert-Lösungen und die Proben messen.

Innerhalb genügend kleiner Intervalle (z. B. nach jeweils 10 Proben) die Genauigkeit von mindestens einer zertifizierten Referenzprobe oder einer Standard-Probe oder einem internen Standard messen und, wenn nötig, das System rekalibrieren.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 17294-2:2022-04