

	DIN EN ISO 18724	
ICS 13.060.50	Entwurf	Einsprüche bis 2024-08-07 Vorgesehen als Ersatz für DIN 38405-52:2020-11
Wasserbeschaffenheit – Bestimmung des gelösten Chrom(VI) in Wasser – Photometrisches Verfahren (ISO/DIS 18724:2024); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 18724:2024 Water quality – Determination of dissolved chromium(VI) in water – Photometric method (ISO/DIS 18724:2024); German and English version prEN ISO 18724:2024 Qualité de l’eau – Détermination du chrome dissous(VI) dans l’eau – Méthode photométrique (ISO/DIS 18724:2024); Version allemande et anglaise prEN ISO 18724:2024 Anwendungswarnvermerk Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-06-07 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt. Weil das beabsichtigte Dokument 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. Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen. Gesamtumfang 69 Seiten DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)		

Nationales Vorwort

Das Dokument prEN ISO 18724:2024 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 nationale Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 119-01-03-01-28 AK "Photometrische Verfahren" 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 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 7393-2	siehe	DIN EN ISO 7393-2
ISO 8466-2	siehe	DIN ISO 8466-2
ISO 11083:1994	siehe	DIN 38405-24:1987-05
ISO 11352	siehe	DIN ISO 11352
ISO 17075-1	siehe	DIN EN ISO 17075-1
ISO 18412:2005	siehe	DIN EN ISO 18412:2007-02
ISO 23913:2006	siehe	DIN EN ISO 23913:2009-05

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:

Photometrische Bestimmung des gelösten Chrom(VI) in Wasser (D 52).

Die als DIN-Normen veröffentlichten Deutschen Einheitsverfahren sind bei der DIN Media GmbH einzeln oder zusammengefasst erhältlich. Außerdem werden die genormten Deutschen Einheitsverfahren in der Loseblattsammlung „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ gemeinsam von der DIN Media 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).

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 38405-52:2020-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Titel geändert;
- b) das Dokument wird als Internationale Norm von ISO übernommen;
- c) redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 38405-24:1987-05, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Anionen (Gruppe D); Photometrische Bestimmung von Chrom(VI) mittels 1,5-Diphenylcarbazid (D 24)*

DIN EN ISO 7393-2, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von freiem Chlor und Gesamtchlor — Teil 2: Kolorimetrisches Verfahren mit N,N-Dialkyl-1,4-Phenylendiamin für Routinekontrollen*

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

DIN EN ISO 18412:2007-02, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Chrom(VI) — Photometrisches Verfahren für gering belastetes Wasser (ISO 18412:2005); Deutsche Fassung EN ISO 18412:2006*

DIN EN ISO 23913:2009-05, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Chrom(VI) — Verfahren mittels Fließanalytik (FIA und CFA) und spektrometrischer Detektion (ISO 23913:2006); Deutsche Fassung EN ISO 23913:2009*

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

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

DIN ISO 11352, *Wasserbeschaffenheit — Abschätzung der Messunsicherheit beruhend auf Validierungs- und Kontrolldaten*

Juni 2024

prEN ISO 18724

**Wasserbeschaffenheit – Bestimmung des gelösten Chrom(VI) in Wasser –
Photometrisches Verfahren (ISO/DIS 18724:2024)**

Water quality – Determination of dissolved chromium(VI) in water – Photometric method
(ISO/DIS 18724:2024)

Qualité de l'eau – Détermination du chrome dissous(VI) dans l'eau – Méthode photométrique
(ISO/DIS 18724:2024)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Störungen	8
4.1 Allgemeines	8
4.2 Probenahme, Konservierung, Lagerung	8
4.3 Störungen in der Photometrie	8
5 Grundlage des Verfahrens	9
6 Reagenzien	9
7 Geräte und Hilfsmittel	12
8 Probenahme, Probenvorbehandlung und Probenlagerung	12
8.1 Probenahme	12
8.2 Proben mit reduzierenden oder oxidierenden Substanzen	13
8.3 Berücksichtigung der Eigenabsorption von farbigen Proben	13
8.4 Probenlagerung	13
9 Durchführung	14
9.1 Allgemeines	14
9.2 Erforderliche Konzentrationen der Reagenzien im Reaktionsbehälter	14
9.3 Erforderliche Konzentrationen der Reagenzien im Reaktionsbehälter zum Messen der Eigenabsorption	14
9.4 Messung	14
9.5 Kalibrierung	14
9.6 Messung von Chrom(VI)	14
9.7 Überprüfung der Gültigkeit der Kalibrierfunktion	15
9.8 Berechnung unter Berücksichtigung des Ordinatenabschnitts	15
9.9 Berechnung bei Nullpunkteinstellung des Photometers	16
10 Angabe der Ergebnisse	16
11 Analysenbericht	16
Anhang A (normativ) Manuelle statische Technik	18
A.1 Anwendungsbereich der manuellen statischen Technik	18
A.2 Grundlage des Verfahrens der manuellen statischen Technik	18
A.3 Störungen	18
A.4 Reagenzien	18
A.5 Geräte	18
Anhang B (normativ) Automatisierte statische Techniken	19
B.1 Anwendungsbereich der automatisierten statischen Techniken	19
B.2 Grundlage des Verfahrens der automatisierten statischen Techniken	19
B.3 Störungen	19
B.4 Reagenzien	19
B.5 Geräte	19
Anhang C (normativ) Automatisierte dynamische Techniken	20
C.1 Fließinjektions-Analysentechnik (FIA)	20
C.1.1 Anwendungsbereich der FIA	20
C.1.2 Grundlage des Verfahrens der FIA	20
C.1.3 Störungen	20
C.1.4 Reagenzien	20
C.1.5 Geräte	20
C.1.6 Beispiel	21

C.2	Kontinuierliche Durchfluss-Analysentechnik (CFA)	21
C.2.1	Anwendungsbereich der CFA	21
C.2.2	Prinzipien der CFA	21
C.2.3	Störungen	22
C.2.4	Reagenzien	22
C.2.5	Geräte	22
C.2.6	Beispiel	22
C.3	Ionenchromatographie mit Nachsäulenreaktionstechnik (IC-PCR)	23
C.3.1	Anwendungsbereich der IC-PCR	23
C.3.2	Grundlage des Verfahrens der IC-PCR	23
C.3.3	Störungen	23
C.3.4	Reagenzien	24
C.3.5	Geräte	24
C.3.6	Beispiel	24
C.3.7	Qualitätsanforderungen an das Trennsystem	25
Anhang D (normativ)	Berechnungen zum Einstellen von Reagenzkonzentrationen, Volumina und Durchflüssen	27
D.1	Statische Techniken	27
D.2	Dynamische Techniken	27
Anhang E (informativ)	Verfahrenskennndaten	30
Literaturhinweise		33

Bilder

Bild C.1	— Beispiel eines FIA-Systems zur Bestimmung von Chrom(VI) im Konzentrationsbereich 20 µg/l bis 200 µg/l	21
Bild C.2	— Beispiel eines CFA-Systems zur Bestimmung von Chrom(VI) im Konzentrationsbereich 2 µg/l bis 20 µg/l Cr(VI)	23
Bild C.3	— Beispiel einer schematischen Darstellung eines Ionenchromatographie-Systems mit einem Inline-PCR-Modul	25
Bild C.4	— Graphische Darstellung der Parameter zur Bestimmung der Auflösung R	25

Tabellen

Tabelle 1	— Obergrenze [6] [7] der Massenkonzentrationen einzelner Desinfektionsmittel, bis zu der unter den gegebenen Reaktionsbedingungen keine signifikanten Störungen auftreten	8
Tabelle 2	— Beispiel für die Herstellung der Kalibrierlösungen für den Arbeitsbereich von 10 µg/l bis 55 µg/l Chrom	11
Tabelle 3	— Beispiel für die Herstellung der Kalibrierlösungen für den Arbeitsbereich von 0,5 µg/l bis 5 µg/l Chrom	11
Tabelle E.1	— Beschreibung der Probenmatrizes	30
Tabelle E.2	— Verfahrenskennndaten	31

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 18724:2024) 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.

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.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 18724:2024 wurde von CEN als prEN ISO 18724:2024 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-Directives, 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-Directives, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

ISO weist auf die Möglichkeit hin, dass die Anwendung dieses Dokuments mit der Verwendung eines oder mehrerer Patente verbunden sein kann. ISO bezieht jedoch in dieser Hinsicht keinerlei Stellung bezüglich Nachweis, Gültigkeit oder Anwendbarkeit jeglicher beanspruchten Patentrechte. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokuments lag ISO keine Mitteilung über ein Patent bzw. mehrere Patente vor, welche/s zur Umsetzung dieses Dokuments erforderlich sein könnte/n. Anwender werden jedoch darauf hingewiesen, dass dies möglicherweise nicht der aktuelle Informationsstand ist. Dieser kann jedoch der Patentdatenbank unter www.iso.org/patents entnommen werden. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

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

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

Chrom stellt bei industriellen Herstellungsprozessen einen wichtigen Rohstoff dar, der Trinkwasserquellen (z. B. Grundwasser, Oberflächenwasser) kontaminieren kann. Die häufigsten Oxidationsstufen von Chrom sind +3 und +6. Die hexavalente Stufe (Cr(VI)) ist erheblich toxischer und wassergefährdender als die trivalente Stufe (Cr(III)).

Der Chromgehalt hängt von verschiedenen Faktoren ab: der Verfügbarkeit von Chrom im Gestein, der Verwitterungsstufe und der Umgebung. Chrom(VI) tritt überwiegend in einer aeroben Umgebung auf; unter reduzierenden / anaeroben Bedingungen wird Chrom(VI) zu Chrom(III) reduziert.

Chrom(VI) ist natürlicherweise in Grundwasserleitern vorhanden, überwiegend in geringen Konzentrationen je nach Auftreten in geologischen Formationen, z. B. Vulkangestein.

Weitere Quellen einer Chrom(VI)-Kontamination der Umgebung sind industrielle Tätigkeiten wie die Herstellung von Textilien, das Gerben von Leder oder Galvanisieren.

Eine empfindliche und spezifische photometrische Methode zur Bestimmung von hexavalentem Chrom ist die Reaktion mit 1,5-Diphenylcarbazon (DPC). Die meisten der genormten Verfahren basieren auf DPC-Chemie, wobei unterschiedliche Reaktionsbedingungen festgelegt sind.

Dieses Verfahren legt eine einheitliche Vorgehensweise fest, das für unterschiedliche photometrische Messvorrichtungen wie statische oder dynamische Techniken verwendet werden kann. Die verfügbaren Techniken unterscheiden sich in ihrer Empfindlichkeit. Die Wahl der für die Messung verwendeten Technik hängt von der Chrom(VI)-Konzentration ab, die in der Probe zu erwarten ist.

WARNUNG — Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese Norm 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 unerlässlich, dass nach diesem Dokument durchgeführte Untersuchungen von entsprechend qualifiziertem Personal durchgeführt werden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt eine Methode für die photometrische Bestimmung von gelöstem Chrom(VI) unter Verwendung manueller Techniken, z. B. Handphotometrie, oder automatisierter statischer Techniken, z. B. Systeme mit diskreten Analysatoren, oder automatisierter dynamischer Techniken, z. B. Fließinjektionsanalyse (FIA), kontinuierliche Durchflussanalyse (CFA) oder Ionenchromatographie mit Nachsäulenderivatisierung (IC-PCR), fest.

Die Wahl der zu verwendenden Analysentechnik und einer bedarfsgerechten Probenvorbereitung (z. B. Matrixeliminierung) ermöglicht die Bestimmung von Chrom(VI) in Konzentrationen $\geq 0,02 \mu\text{g/l}$ in Rohwasser, Trinkwasser, Oberflächenwasser, wässrigen Eluaten, Kühlwasser und behandeltem Abwasser unter der Voraussetzung, dass die Matrix keine reduzierenden Substanzen enthält. Häufige Anwendungsgebiete für die statischen Techniken sowie FIA und CFA sind Proben mit Chrom(VI)-Konzentrationen $\geq 2 \mu\text{g/l}$. Bei Verwendung von Küvetten mit großen optischen Pfadlängen, beispielsweise $>100 \text{ mm}$, kann der Anwendungsbereich auf Chrom(VI)-Konzentrationen $< 2 \mu\text{g/l}$ erweitert werden (siehe Anhang A, Anhang B, Anhang C, Abschnitte C.1 und C.2). Werden Kopplungstechniken (z. B. IC-PCR) eingesetzt, können Chrom(VI)-Konzentrationen $\geq 0,02 \mu\text{g/l}$ bestimmt werden (siehe Anhang C, Abschnitt C.3).

In manchen Wässern mit reduzierenden Inhaltsstoffen können Chrom(VI)-Verluste innerhalb weniger Stunden nach der Probenahme auftreten. Deshalb wurde diese Methode nicht für Deponie-Sickerwasser und Rohabwasser validiert.

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 7393-2, *Water quality — Determination of free chlorine and total chlorine — Part 2: Colorimetric method using N,N-dialkyl-1,4-phenylenediamine, for routine control purposes*

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

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

ISO/TS 13530, *Water quality — Guidance on analytical quality control for chemical and physicochemical water analysis*

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 Störungen

4.1 Allgemeines

Der Einfluss von Matrix-Störungen kann erheblich variieren und hängt von der Art der Probe ab. Matrix-Störungen können durch Wiederfindungs- oder Dotierungsversuche erkannt werden.

4.2 Probenahme, Konservierung, Lagerung

Oxidationsmittel (z. B. Peroxyessigsäure, Permanganat) oder Chlor, Chlordioxid, Wasserstoffperoxid und Ozon, die bei der Trinkwasseraufbereitung zur Desinfektion eingesetzt werden, können zu Störungen führen. Ihr Vorhandensein kann erforderlichenfalls nach ISO 7393-2 oder mit Kaliumiodidstärkepapier (6.21) überprüft werden und durch die Zugabe von Natriumsulfit (6.18 oder 6.19) eliminiert werden. Überschüssiges Sulfit wird mittels Natriumhypochlorit-Lösung II (6.15) entfernt.

ANMERKUNG 1 Die in Tabelle 1 aufgeführten Oxidationsmittel führen nicht zu Störungen, wenn die angegebenen Konzentrationen nicht überschritten werden.

Tabelle 1 — Obergrenze [6] [7] der Massenkonzentrationen einzelner Desinfektionsmittel, bis zu der unter den gegebenen Reaktionsbedingungen keine signifikanten Störungen auftreten

Desinfektionsmittel	Konzentration in mg/l
Chlor	0,6
Chlordioxid	0,4
Wasserstoffperoxid	0,2
Ozon	0,1

Sulfid in Konzentrationen > 0,2 mg/l führt bei der Methode zu Störungen.

Änderungen der Valenz werden verhindert, indem eine Ammoniumhydroxid-/Ammoniumsulfatlösung (6.7) mit einem daraus resultierenden pH-Wert zwischen 8 und 9,5 hinzugegeben wird (Abschnitt 8).

ANMERKUNG 2 In manchen Wässern kann eine langsame Reduktion von Chrom(VI) auftreten.

Eine saure Konservierung der Proben sollte aufgrund des erhöhten Oxidationspotentials von Chrom(VI) in Säuren und der damit zusammenhängenden Reduktion von Chrom(VI) vermieden werden [1], [2].

In der Probe vorhandene Chrom(III)- und sonstige Metallionen können an der Probenahmestelle unter Verwendung einer Kationenaustauscher-Kartusche (7.7, [3]) entfernt werden oder in Ammoniumhydroxid-/Aluminiumsulfatlösung (6.7) mittels Aluminiumsulfatlösung (6.17) als Ausfällungsmittel ausgefällt werden und durch Filtration entfernt werden.

4.3 Störungen in der Photometrie

Störungen durch die Eigenfärbung der Probe müssen berücksichtigt werden (8.3).

Proben mit einem pH-Wert > 9,5 müssen vor der Analyse durch Zugabe von Schwefelsäure (6.3) auf einen pH-Wert zwischen 8 und 9,5 eingestellt werden, um die Anforderungen nach 9.2 zu erfüllen.

Vanadium-Ionen führen zu Störungen, wenn ihre Konzentration das Zehnfache der Konzentration von Chrom(VI) und allgemein > 4 mg/l beträgt.

Molybdän- und Quecksilberionen reagieren mit dem Reagenz zu einem roten Farbstoff. Die Intensität des roten Farbstoffs ist erheblich geringer als die des mit Chrom(VI) gebildeten, so dass Konzentrationen von bis zu 200 mg/l Molybdän und Quecksilber beim eingestellten pH-Wert toleriert werden können. In den wässrigen Matrices, die in diesem Dokument behandelt werden, sind solche Konzentrationen jedoch äußerst unwahrscheinlich.

Eisen in Konzentrationen > 1 mg/l kann einen gelben Farbton erzeugen, der jedoch bei der angegebenen Wellenlänge keine erhebliche Störung darstellt. Eisen in Partikelform sollte durch Filtration entfernt werden.

ANMERKUNG Siehe auch ISO 11083:1994 [2].

5 Grundlage des Verfahrens

Chrom(VI) reagiert mit 1,5-Diphenylcarbazid unter Bildung eines rotvioletten Chrom-1,5-Diphenylcarbazon-Komplexes. Die Extinktion dieses Komplexes wird bei (540 ± 10) nm (Extinktionsmaximum bei 544 nm) gemessen. Die Reaktion kann wahlweise unter Verwendung manueller (z. B. klassischer Photometrie) oder automatisierter statischer (z. B. Einzelanalysesystem) oder automatisierter dynamischer Techniken (z. B. Fließinjektionsanalyse (FIA), kontinuierliche Durchflussanalyse (CFA) oder Ionenchromatographie (IC)) durchgeführt werden. Anhang A stellt Informationen zu manuellen statischen Techniken bereit, Anhang B beschreibt automatisierte statische Techniken, und Anhang C beschreibt dynamische Techniken.

Die Chrom(VI)-Konzentration wird durch eine Kalibrierung nach ISO 8466-1 oder ISO 8466-2 bestimmt.

Kontrollbestimmungen können erforderlich sein, um die Gültigkeit der Kalibrierfunktionen zu überprüfen. Die Standardadditionsmethode kann angewendet werden, wenn Matrixstörungen erwartet werden.

Kontrollversuche sind notwendig, um die Gültigkeit der Kalibrierfunktion sicherzustellen. Wiederholungsbestimmungen können erforderlich sein. Die Standardadditionsmethode kann angewendet werden, wenn Matrixstörungen erwartet werden.

Der Anwender darf andere Messverfahren als die in Anhang A, Anhang B und Anhang C beschriebenen auswählen, sofern an der Probenahme und der Vorbehandlung (Abschnitt 8) oder an den vorgegebenen Reagenzkonzentrationen im Reaktionsbehälter (9.2, 9.3) keine Änderungen vorgenommen werden.

6 Reagenzien

6.1 Allgemeines

Sofern verfügbar, sind Reagenzien der Qualität „zur Analyse“ (oder höherwertig), die keine Chrom(VI)-Verbindungen enthalten, zu verwenden. Alle Wägungen werden mit einer Genauigkeit von 1 % der Nennmasse vorgenommen, sofern nicht anders angegeben. Falls erforderlich, dürfen andere Konzentrationen und Volumina für die nachstehend beschriebenen Lösungen hergestellt und verwendet werden. Alternativ werden im Handel erhältliche Lösungen mit den geeigneten und erforderlichen Eigenschaften verwendet. Die nachstehend beschriebenen Reagenzien werden verwendet, um die in 9.2 definierten Reagenzkonzentrationen im Reaktionsbehälter einzustellen.

6.2 Wasser, mit einem spezifischen elektrischen Widerstand $\geq 18,2 \text{ M}\Omega \text{ cm}$ (25 °C). Das Wasser darf keinen messbaren Gehalt an Chrom(VI) oder störenden Verbindungen oberhalb eines Drittels der Berichtsgrenze (siehe ISO/TS 13530) der Methode aufweisen.

6.3 Schwefelsäure, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 5 \text{ mol/l}$.

6.4 Ethanol, $c(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 17,2 \text{ mmol/l}$.

6.5 Ammoniumsulfat, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

6.6 Ammoniumhydroxidlösung, $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 13,3 \text{ mol/l}$.

6.7 Ammoniumhydroxid-/Ammoniumsulfatlösung.

3,3 g Ammoniumsulfat (6.5) werden in etwa 75 ml Wasser (6.2) in einem 100-ml-Messkolben gelöst, 6,5 ml Ammoniumhydroxidlösung (6.6) werden zugegeben und mit Wasser (6.2) bis zur Marke aufgefüllt.

Die Lösung enthält 250 mmol/l Ammoniumsulfat und 865 mmol/l Ammoniumhydroxid.

Bei Lagerung bei Raumtemperatur in Polyethylen- oder Glasflaschen ist die Lösung einen Monat lang stabil.

6.8 1,5-Diphenylcarbazid, $C_{13}H_{14}N_4O$.

6.9 Angesäuerte Farbreagenzlösung.

0,125 g 1,5-Diphenylcarbazid (6.8) werden in 25 ml Ethanol (6.4) gelöst, in einem 250-ml-Messkolben werden etwa 190 ml Wasser (6.2) und 25 ml Schwefelsäure (6.3) zugegeben und bis zur Marke mit Wasser (6.2) aufgefüllt. Die Lösung enthält 2 mmol/l 1,5-Diphenylcarbazid, 1 720 mmol/l Ethanol und 500 mmol/l Schwefelsäure.

In Abhängigkeit vom anzuwendenden Analyseverfahren kann es erforderlich sein, andere Konzentrationen in der angesäuerten Farbreagenzlösung einzustellen. Dies ist zulässig, sofern in der Küvette die in 9.2 vorgegebenen Konzentrationen eingehalten werden.

Bei Lagerung bei $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$ in Glasflaschen ist die Lösung fünf Tage lang stabil.

In Abhängigkeit vom anzuwendenden Analyseverfahren kann es erforderlich sein, die Schwefelsäurelösung getrennt von der Farbreagenzlösung (aus den Bestandteilen DPC, Ethanol und Wasser) herzustellen.

ANMERKUNG Die Verwendung eines Ultraschallgeräts kann die Auflösung des 1,5-Diphenylcarbazids beschleunigen.

6.10 Reagenzien zur Herstellung von Chrom(VI)-Standard- und -Kalibrierlösungen.

Lösungen, die mit Kaliumdichromat ($K_2Cr_2O_7$) oder Kaliumchromat (K_2CrO_4) hergestellt wurden, sowie im Handel erhältliche Chrom(VI)-Lösungen mit den geeigneten und erforderlichen Eigenschaften sind für die Herstellung von Chrom(VI)-Standard- und Chrom(VI)-Kalibrierlösungen geeignet. In 6.10.2 bis 6.11 sind Beispiele für die Herstellung von Lösungen mit Kaliumdichromat ($K_2Cr_2O_7$) angegeben. Abhängig von der Chrom(VI)-Konzentration, die in der Probe zu erwarten ist, dürfen zusätzliche Standardlösungen mit einer geeigneten Chrom(VI)-Konzentration aus der Chrom(VI)-Standardlösung I (6.10.2) hergestellt werden. Es ist anzumerken, dass sich das Risiko von Konzentrationsänderungen aufgrund von Wechselwirkung mit dem Behältermaterial bei abnehmender Chrom(VI)-Konzentration erhöht.

6.10.1 Kaliumdichromat, $K_2Cr_2O_7$.

6.10.2 Chrom(VI)-Standardlösung I, $\rho(\text{Cr(VI)}) = 1\,000\text{ mg/l}$.

Etwa 1 g Kaliumdichromat (6.10.1) werden bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 2 h getrocknet. Dann werden sie im Exsikkator abgekühlt. In einem 100-ml-Messkolben werden $(0,283 \pm 0,001)$ g getrocknetes Kaliumdichromat in etwa 80 ml Wasser (6.2) gelöst und bis zur Marke mit Wasser (6.2) aufgefüllt.

Bei Lagerung bei $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$ in Polyethylen- oder Glasflaschen ist die Lösung mindestens 12 Monate lang stabil.

6.10.3 Chrom(VI)-Standardlösung II, $\rho(\text{Cr(VI)}) = 10\text{ mg/l}$.

1,0 ml der Chrom(VI)-Standardlösung I (6.10.2) werden in einen 100-ml-Messkolben pipettiert und mit Wasser (7.1) bis zur Marke aufgefüllt.

Bei Lagerung bei $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$ in Polyethylen- oder Glasflaschen ist die Lösung mindestens drei Monate lang stabil.

6.10.4 Chrom(VI)-Standardlösung III, $\rho(\text{Cr(VI)}) = 1 \text{ mg/l}$.

10 ml der Chrom(VI)-Standardlösung II (6.10.3) werden in einen 100-ml-Messkolben pipettiert und mit Wasser (6.2) bis zur Marke aufgefüllt.

Bei Lagerung bei $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$ in Polyethylen- oder Glasflaschen ist die Lösung mindestens einen Monat lang stabil.

6.11 Chrom(VI)-Kalibrierlösungen.

Abhängig von der erwarteten Chrom(VI)-Konzentration in der Probe werden 5 bis 10 Kalibrierlösungen hergestellt, deren Konzentrationen so gleichmäßig wie möglich über den Kalibrierbereich verteilt sind.

Beispielsweise wird für den Arbeitsbereich von $10 \mu\text{g/l}$ bis $55 \mu\text{g/l}$ Chrom(VI) bzw. von $0,5 \mu\text{g/l}$ bis $5 \mu\text{g/l}$ Chrom(VI) wie folgt vorgegangen: Die Volumina werden nach Tabelle 2 oder Tabelle 3 in eine Reihe von 100-ml-Messkolben pipettiert und bis zur Marke mit Wasser (6.2) aufgefüllt.

Tabelle 2 — Beispiel für die Herstellung der Kalibrierlösungen für den Arbeitsbereich von $10 \mu\text{g/l}$ bis $55 \mu\text{g/l}$ Chrom

Volumen der Chrom(VI)-Standardlösung II (6.10.3) in 100 ml	100 μl	150 μl	200 μl	250 μl	300 μl	350 μl	400 μl	450 μl	500 μl	550 μl
$\rho(\text{Cr(VI)})$ in $\mu\text{g/l}$	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55

Tabelle 3 — Beispiel für die Herstellung der Kalibrierlösungen für den Arbeitsbereich von $0,5 \mu\text{g/l}$ bis $5 \mu\text{g/l}$ Chrom

Volumen der Chrom(VI)-Standardlösung III (6.10.4) in 100 ml	50 μl	100 μl	150 μl	200 μl	250 μl	300 μl	350 μl	400 μl	450 μl	500 μl
$\rho(\text{Cr(VI)})$ in $\mu\text{g/l}$	0,5	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5

Die Kalibrierlösungen werden am Tag der Verwendung hergestellt.

6.12 Natriumhydroxid, NaOH.

6.13 Natriumhydroxidlösung.

20 g Natriumhydroxid (6.12) werden in 100 ml Wasser (6.2) gelöst.

6.14 Natriumhypochloritlösung I, $w(\text{NaOCl}) = 10 \%$.

6.15 Natriumhypochloritlösung II, $w(\text{NaOCl}) = 0,7 \%$.

70 ml Natriumhypochloritlösung I (6.14) werden in 1 000 ml Wasser (6.2) gelöst.

Bei Lagerung bei $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$ in Braunglasflaschen ist die Lösung fünf Tage lang stabil.

6.16 Aluminiumsulfat-18-hydrat, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$.

6.17 Aluminiumsulfatlösung.

247 g Aluminiumsulfat-18-hydrat (6.16) werden in 1 000 ml Wasser (6.2) gelöst.

6.18 Natriumsulfit, Na_2SO_3 .

6.19 Natriumsulfitlösung.

11,8 g Natriumsulfit (6.18) werden in etwa 80 ml Wasser (6.2) in einem 100-ml-Messkolben gelöst und mit Wasser (6.2) bis zur Marke aufgefüllt.

Diese Lösung kann eine Woche aufbewahrt werden.

6.20 Sulfitestpapier.

6.21 Kaliumiodidstärkepapier.

6.22 Blindwertlösung.

Ein Messkolben (z. B. 100 ml) wird mit Wasser (6.2) gefüllt.

6.23 Lösung zum Messen der Eigenfärbung von Proben (optional bei farbigen Proben).

25 ml Ethanol (6.4) und etwa 190 ml Wasser (6.2) werden in einen 250-ml-Messkolben gegeben, dann werden 25 ml Schwefelsäure (6.3) zugegeben und mit Wasser (6.2) bis zur Marke aufgefüllt.

Die Lösung enthält 1 720 mmol/l Ethanol und 500 mmol/l Schwefelsäure.

Bei Lagerung bei $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$ ist die Lösung zwei Monate lang stabil.

In Abhängigkeit vom anzuwendenden Analyseverfahren kann es erforderlich sein, andere Konzentrationen in der Lösung einzustellen, um die Eigenfärbung zu messen. Dies ist zulässig, sofern in der Küvette die in 9.3 vorgegebenen Konzentrationen eingehalten werden.

7 Geräte und Hilfsmittel

Die verwendeten Materialien dürfen die Chrom(VI)-Konzentration nicht beeinflussen.

Übliche Laborausrüstung wie:

7.1 Membranfiltrationsvorrichtung mit einem Membranfilter mit 0,45 µm Porengröße.

7.2 Automatische Pipetten mit einem Nennvolumen von z. B. zwischen 50 µl und 1 000 µl, 2 ml, 5 ml und 10 ml.

7.3 Vollpipetten mit einem Nennvolumen von z. B. 25 ml, 40 ml oder 50 ml.

7.4 Messkolben mit einem Nennvolumen von z. B. 100 ml und 1 000 ml.

7.5 Analysenwaage, geeignet für Wägungen ab 0,000 1 g.

7.6 pH-Messgerät.

7.7 Kationenaustauscher der Na-Form (Kartusche).

8 Probenahme, Probenvorbehandlung und Probenlagerung

8.1 Probenahme

Für die Probenahme werden saubere Behälter (z. B. Glas, Polyethylen, Polypropylen, Polytetrafluorethylen (PTFE)) verwendet. Unmittelbar nach der Probenahme wird 1 ml der Ammoniumhydroxid-/Ammoni-

umsulfatlösung (6.7) zu 100 ml der Probe zugegeben und gemischt. Die Ammoniumhydroxid-/Ammoniumsulfatlösung (6.7) darf auch in den Probenbehälter gegeben werden. Der pH-Wert muss ≥ 8 betragen. Ist der pH-Wert < 8 , wird der pH-Wert durch Zugabe von Natriumhydroxidlösung (6.13) eingestellt.

Andere Volumina dürfen verwendet werden, sofern das Verhältnis von Probe zu Ammoniumhydroxid-/Ammoniumsulfatlösung beibehalten wird.

Falls erforderlich, wird die Probe mittels einer Membran mit einer Porengröße von $0,45 \mu\text{m}$ gefiltert, um das Risiko eines biologischen Abbaus zu verringern und Matrixbestandteile in Partikelform zu entfernen.

ANMERKUNG Bei Vorhandensein von Blei-, Barium- und Silberionen können sich unlösliche Chromate bilden. Das darin enthaltene Chrom(VI) kann dann im Filtrat nicht bestimmt werden.

Die Probenbehälter dürfen nicht vollständig befüllt werden.

8.2 Proben mit reduzierenden oder oxidierenden Substanzen

Grundwasserproben mit reduzierenden Substanzen enthalten normalerweise kein Chrom(VI).

Vorhandene organische Substanzen, z. B. in Oberflächenwasser, können durch Ausflocken mit einer Aluminiumsulfatlösung (6.17) und anschließende Filtration entfernt werden. Dazu werden 1 ml der Ammoniumhydroxid-/Ammoniumsulfatlösung (6.7) und 0,1 ml der Aluminiumsulfatlösung (6.17) zu 100 ml der Probe gegeben. Andere Volumina dürfen verwendet werden, sofern das Verhältnis von Probe zu Reagenz beibehalten wird.

Falls erforderlich, muss Chrom(III) während der Lagerung wie folgt entfernt werden, um eine Oxidation von Chrom(III) zu Chrom(VI) zu verhindern:

0,1 ml Natriumsulfitlösung (6.19) werden 100 ml der Probe, die nach 8.1 vorbehandelt wurde, zugegeben. Mit Sulfitestpapier (6.20) wird auf Sulfit geprüft. Ist kein Sulfit vorhanden, wird weitere Natriumsulfitlösung zugegeben, bis ein Überschuss erreicht ist.

Alternativ wird wie folgt vorgegangen:

Die Probe wird mit einem konstanten Durchfluss von 1 ml/min bis 1,5 ml/min über eine Kationenaustauscher-Kartusche (7.7) geleitet. Die ersten 5 ml des Eluats werden verworfen.

8.3 Berücksichtigung der Eigenabsorption von farbigen Proben

Systematische Störungen aufgrund von Eigenabsorption müssen kompensiert werden. Dazu wird die Probe unter Verwendung von Lösung (6.23) statt Lösung (6.9) erneut gemessen. Das Ergebnis der Eigenabsorption muss nach 9.8, Gleichung (2) oder nach 9.9, Gleichung (4) berücksichtigt werden. Bei der Verwendung von Ionenchromatographie oder bei Verwendung eines Dialysators für CFA (z. B. bei Chrom(VI)-Konzentrationen $> 50 \mu\text{g/l}$) ist eine Berücksichtigung der Eigenabsorption nicht notwendig, da das Chrom(VI) an der Trennsäule oder durch den Dialysator von der Probenmatrix getrennt werden kann. Einzelanalysensysteme können programmiert werden, um eine Farbkorrektur automatisch vorzunehmen.

8.4 Probenlagerung

Trinkwasser- und Grundwasserproben dürfen zwei Wochen lang gelagert werden, Oberflächenwasser- und Abwasserproben aus dem Abfluss von Kläranlagen eine Woche lang.

Rohabwasser (z. B. Kläranlagenzufluss) sollte unmittelbar nach der Probenahme analysiert werden.

9 Durchführung

9.1 Allgemeines

Die Reaktionsgeschwindigkeit erhöht sich bei zunehmender Reaktionstemperatur. Die Reaktion muss bei einer konstanten Temperatur zwischen 20 °C und 50 °C durchgeführt werden.

Die in 9.2 und 9.3 definierten Reagenzkonzentrationen sind für die Anwendung dieser Methode unverzichtbar und müssen mit einer Genauigkeit von $\pm 10\%$ im Reaktionsbehälter oder in der Reaktionsschleife oder der Reaktionsküvette eingestellt werden.

Anhang D liefert Berechnungsbeispiele zum Einstellen der erforderlichen Volumina, Reagenzkonzentrationen und dynamischen Durchflussverfahren. Unbekannte Variablen können durch das entsprechende Umstellen von Gleichung (D.1) und Gleichung (D.2) berechnet werden.

9.2 Erforderliche Konzentrationen der Reagenzien im Reaktionsbehälter

1,5-Diphenylcarbazon:	0,50 mmol/l
Ethanol:	428 mmol/l
Schwefelsäure:	125 mmol/l

9.3 Erforderliche Konzentrationen der Reagenzien im Reaktionsbehälter zum Messen der Eigenabsorption

Ethanol:	428 mmol/l
Schwefelsäure:	125 mmol/l

9.4 Messung

Die Analyseausrüstung (siehe Anhang A, Anhang B, Anhang C) wird nach den Anweisungen des Herstellers eingerichtet.

9.5 Kalibrierung

Die Chrom(VI)-Kalibrierlösungen (6.11) werden gemessen. Die gemessene Absorption ist zur Konzentration des Chrom(VI) proportional.

Nach der Ersteinrichtung des Analysesystems und anschließend in regelmäßigen Abständen wird eine Kalibrierfunktion nach ISO 8466-1 oder ISO 8466-2 erstellt.

Die Regressionsfunktion wird aus den erhaltenen Daten nach ISO 8466-1 oder ISO 8466-2 bestimmt.

Anschließend wird die weitere Gültigkeit der erstellten Kalibrierfunktion (9.7) überprüft.

ANMERKUNG In der Regel ist die Kalibriermethode nicht auf eine Kalibrierstrategie beschränkt, die nur eine einzige Konzentrationsdekade abdeckt. Bei der Kalibrierung über mehr als eine Konzentrationsdekade kann es im Vergleich zu ISO 8466-1 Anhang A oder ISO 8466-2 zu einem Genauigkeitsverlust kommen.

9.6 Messung von Chrom(VI)

Nach dem Erstellen der Kalibrierfunktion wird die vorbehandelte Probe gemessen (Abschnitt 9).

Falls erforderlich, wird die Probe mit einem Membranfilter gefiltert, um vor Injektion in den Analysator unlöslige Stoffe zu entfernen. Eine mögliche Kontamination der Probe durch die Membran muss vermieden werden (z. B. durch Spülen der Membran mit einem kleinen Probenvolumen und Verwerfen der ersten Filtratfraktion).

Proben mit einem pH-Wert > 9,5 sollten durch Zugabe von Schwefelsäure (6.3) auf einen pH-Wert zwischen 8 und 9,5 eingestellt werden. Wenn die Chrom(VI)-Konzentration den Kalibrierbereich übersteigt, wird die Probe verdünnt und erneut analysiert.

Liegt die Chrom(VI)-Konzentration unterhalb des Kalibrierbereichs, wird bei Bedarf eine separate Kalibrierfunktion für den niedrigeren Arbeitsbereich erstellt. Falls erforderlich, muss das technische Verfahren geändert werden.

Matrixstörungen können nach Abschnitt 8 behoben werden.

Wenn eine Matrixstörung durch die Probe zu erwarten ist, wird die Standardadditionsmethode verwendet, um das Ergebnis zu bestätigen.

Bei farbigem Filtrat siehe 8.3.

Die Blindwertlösung (6.22) wird auf die gleiche Weise gemessen.

9.7 Überprüfung der Gültigkeit der Kalibrierfunktion

Um die Gültigkeit der Kalibrierfunktion zu überprüfen, werden unabhängige Standardlösungen mit unterschiedlichen Konzentrationen im unteren und oberen Drittel des Arbeitsbereichs gemessen. Die Wiederfindungsrate muss zwischen 90 % und 110 % des Nennwerts liegen. Bei Bedarf wird rekali­briert. Bei Bedarf werden Wiederholungsbestimmungen durchgeführt.

9.8 Berechnung unter Berücksichtigung des Ordinatenabschnitts

Die Massenkonzentration ρ von Chrom(VI) in der Probe wird nach ISO 8466-1 oder ISO 8466-2 in Mikrogramm je Liter oder Milligramm je Liter berechnet, wobei die jeweilige gemessene Variable (z. B. Absorption, Peakfläche) verwendet wird.

Die folgende Gleichung (1) wird für eine lineare Kalibrierung nach ISO 8466-1 verwendet.

$$\rho = \frac{y_1 - a}{b} \quad (1)$$

Dabei ist

ρ die Massenkonzentration von Chrom(VI), in Mikrogramm je Liter ($\mu\text{g/l}$) oder in Milligramm je Liter, (mg/l);

y_1 der Ablesewert (oder das Signal) der Probe;

a der Ordinatenabschnitt der Kalibrierfunktion;

b die Steigung der Kalibriergeraden.

Bei farbigen Proben wird Gleichung (2) verwendet:

$$\rho = \frac{y_1 - y_2 - a}{b} \quad (2)$$

Dabei ist

y_2 der Ablesewert (oder das Signal) der Probe, wenn statt Lösung (6.9) Lösung (6.23) verwendet wird;

y_1, a, b siehe Gleichung (1).

Alle Verdünnungsschritte müssen berücksichtigt werden.

9.9 Berechnung bei Nullpunkteinstellung des Photometers

Erfolgt die Nullpunkteinstellung des Photometers mittels einer Reagenzienblindwertlösung, wird Gleichung (3) verwendet.

$$\rho = \frac{y_{1n}}{b} \quad (3)$$

Dabei ist

y_{1n} der Ablesewert (oder das Signal) der Probe nach der Nullpunkteinstellung;

b die Steigung der Kalbriergeraden.

Bei farbigen Proben wird Gleichung (4) verwendet:

$$\rho = \frac{y_{1n} - y_{2n}}{b} \quad (4)$$

Dabei ist

y_{2n} der Ablesewert (oder das Signal) der Probe, wenn nach der Nullpunkteinstellung statt Lösung (6.9) Lösung (6.23) verwendet wird;

y_{1n}, b siehe Gleichung (3).

10 Angabe der Ergebnisse

Die bei der Anwendung dieser Methode erhaltenen Analysenergebnisse sind mit einer Messunsicherheit behaftet, die bei der Interpretation der Ergebnisse berücksichtigt werden muss.

Ergebnisse werden in Mikrogramm je Liter oder Milligramm je Liter auf höchstens zwei signifikante Stellen angegeben.

BEISPIEL

Chrom(VI) 15 µg/l

Chrom(VI) 1,8 µg/l

Die Ergebnisse dürfen auch als Chromat angegeben werden. Für eine Umrechnung werden die Ergebnisse wie folgt multipliziert:

$\rho(\text{Cr(VI)})$ mit 2,231 multiplizieren, um $\rho(\text{CrO}_4^{2-})$ zu erhalten.

$\rho(\text{CrO}_4^{2-})$ mit 0,448 3 multiplizieren, um $\rho(\text{Cr(VI)})$ zu erhalten.

11 Analysenbericht

Der Analysenbericht muss mindestens folgende Angaben enthalten:

- die verwendete Analysenmethode mit einer Verweisung auf dieses Dokument, d. h. ISO/DIS 18724:2024;
- angewendetes technisches Verfahren;
- alle Informationen, die für die vollständige Identifizierung der Probe erforderlich sind;

- d) Darstellung der Ergebnisse nach Abschnitt 10;
- e) Beschreibung der Probenvorbehandlung, falls relevant;
- f) alle Abweichungen von dieser Methode und alle Umstände, die die Prüfergebnisse beeinflusst haben können;
- g) Prüfdatum.