

DIN EN ISO 19340



ICS 13.060.50

Einsprüche bis 2017-05-24

Entwurf

**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung von gelöstem Perchlorat –
Verfahren mittels Ionenchromatographie (IC) (ISO/DIS 19340:2017);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 19340:2017**

Water quality –
Determination of dissolved perchlorate –
Method using ion chromatography (IC) (ISO/DIS 19340:2017);
German and English version prEN ISO 19340:2017

Qualité de l'eau –
Détermination du perchlorate dissous –
Méthode par chromatographie ionique (IC) (ISO/DIS 19340:2017);
Version allemande et anglaise prEN ISO 19340:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-03-24 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, 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 55 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 19340:2017) 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 Gremium ist der Arbeitskreis NA 119-01-03-01-12 AK „Ionenchromatographische Verfahren“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN ISO 19340 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Bezeichnung des Verfahrens:

Bestimmung von gelöstem Perchlorat — Verfahren mittels Ionenchromatographie (IC):

Verfahren DIN EN ISO 19340

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

ISO 5667-3 siehe DIN EN ISO 5667-3

ISO 8466-2 siehe DIN ISO 8466-2

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

Die vorliegende Norm enthält das vom DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW) und von der Wasserchemischen Gesellschaft – eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker – gemeinsam erarbeitete Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung:

Bestimmung von gelöstem Perchlorat — Verfahren mittels Ionenchromatographie (IC).

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 (Hausanschrift: Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin), Auskunft.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

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

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

Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von gelöstem Perchlorat — Verfahren mittels Ionenchromatographie (IC) (ISO/DIS 19340:2017)

Qualité de l'eau — Détermination du perchlorate dissous — Méthode par chromatographie ionique (IC) (ISO/DIS 19340:2017)

Water quality — Determination of dissolved perchlorate — Method using ion chromatography (IC) (ISO/DIS 19340:2017)

ICS:

Deskriptoren:

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

STD Version 2.8f

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Störungen	7
5 Grundlage des Verfahrens	7
6 Reagenzien	8
6.1 Wasser, mit einem elektrischen Widerstand $\geq 18,2 \text{ M}\Omega \text{ cm}$	8
6.2 Natriumperchlorat, NaClO_4 , > 99 %.	8
6.3 Eluenten.	8
6.4 Perchlorat-Standardlösung.	8
6.5 Perchlorat-Bezugslösungen.	9
6.6 Blindwertlösung.	9
7 Geräte	9
7.1 Ionenchromatographie-System, welches die in Abschnitt 8 spezifizierten Qualitätsanforderungen, z. B. an die Auflösung, erfüllt. Es besteht im Allgemeinen aus folgenden Komponenten (siehe Bild 1).	9
7.2 SPE-Kartuschen.	10
8 Qualitätsanforderungen	10
8.1 Trennsystem	10
8.2 Materialien	11
9 Probenahme und Probenvorbereitung	12
10 Durchführung	12
10.1 Allgemeines	12
10.2 Kalibrierung	12
10.3 Messung von Perchlorat	13
10.4 Prüfen der Gültigkeit der Kalibrierfunktion	13
11 Berechnung	13
12 Angabe der Ergebnisse	13
13 Analysenbericht	14
Anhang A (informativ) Entfernung des gelösten Sulfats, Chlorids, Hydrogencarbonats, Carbonats und der Metalle	15
A.1 Allgemeines	15
A.2 Anwendungsbereich	15
A.3 Grundlage des Verfahrens	15
A.4 Reagenzien	15
A.5 Geräte	15
A.6 Qualitätsanforderungen	16
A.7 Probenahme und Probenvorbehandlung	17

Anhang B (informativ) Bestimmung von gelöstem Perchlorat durch Inline-Matrixeliminierung und Anwendung der Re-Injektionsanalytik	19
B.1 Allgemeines	19
B.2 Anwendungsbereich.....	19
B.3 Grundlage des Verfahrens.....	19
B.4 Geräte.....	20
B.5 Qualitätsanforderungen	21
B.6 Durchführung	22
Anhang C (informativ) Bestimmung von gelöstem Perchlorat nach Inline-Matrixeliminierung und -Konzentrierung bei Anwendung der Zweidimensionalen Ionenchromatographie (2DIC).....	23
C.1 Allgemeines	23
C.2 Anwendungsbereich.....	23
C.3 Grundlage des Verfahrens.....	23
C.4 Reagenzien.....	23
C.5 Geräte.....	24
C.6 Qualitätsanforderungen	25
C.7 Durchführung	26
Literaturhinweise.....	27

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 19340:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 19340:2017 wurde vom CEN als prEN ISO 19340:2017 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

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.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 147, *Water quality*, Unterkomitee SC , *Physical, chemical and biochemical methods*.

WARNUNG — Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Arbeitgebers, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

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

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von gelöstem Perchlorat in Wasser (z. B. Trinkwasser, Mineralwasser, Rohwasser, Oberflächenwasser, teilweise behandeltes Wasser oder Badewasser, Abwasser aus Trink-/Badebeckenwasser-Behandlungsanlagen) fest.

Eine geeignete Probenvorbehandlung (z. B. Matrixentfernung) erlaubt die direkte Bestimmung von Perchlorat-Konzentrationen $\geq 1 \mu\text{g/l}$.

Der Arbeitsbereich ist durch die Ionenaustauschkapazität der Trennsäule begrenzt. Eine Probenverdünnung in den Arbeitsbereich kann erforderlich sein.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden in diesem Dokument solcher Art zitiert, dass einige Teile oder der gesamte Inhalt Anforderungen dieses Dokuments enthalten. 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 5667-3, *Water quality — Sampling — Part 3: Guidance on the preservation and handling of water samples*

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

ISO 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.*

3 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

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

- IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: unter <http://www.iso.org/obp>

4 Störungen

Perchlorat kann bei Abwesenheit von Nitrat durch anaerobe Bakterien mikrobiell abgebaut werden ([4], [5], [6]). Durch eine 0,2-µm-Membranfilter Filtration am Ort der Probennahme kann dieses Risiko reduziert werden (siehe Abschnitt 9).

Jede Substanz, mit einer ähnlichen Retentionszeit wie die des Perchlorats und die ein Detektorsignal erzeugt, kann stören. Co-Elution kann durch Austausch der Säule, Ändern der Eluensstärke (beispielsweise Gradientenelution), Modifikation des Eluenten mit organischen Lösemitteln oder durch selektives Entfernen der Störung durch Probenvorbehandlung verhindert werden.

Höhere Chlorid-, Sulfat-, Nitrat- und Carbonat-Konzentrationen können die Bestimmung des Perchlorats (Co-Elution) stören oder die Retentionszeit oder die Peakform (Deformation) beeinflussen. Diese Störungen können durch Probenverdünnung, mithilfe spezieller Kationenaustauscher (siehe 7.2 und Abschnitt 9), oder durch die Anwendung erweiterter Inline-Schnitttechnik oder Re-Injektionstechnik reduziert werden (siehe Anhänge A, B und C).

ANMERKUNG Proben mit höheren (z. B. 1 g/l) Chlorid-, Sulfat- und Carbonat-Gehalten zeigten reduzierte Wiederfindungen für Perchlorat. Dieser Einfluss kann für jede Matrix durch Standardaddition geprüft werden, die Wiederfindung des Perchlorats sollte zwischen 85 % und 115 % betragen.

Anwesende Metalle, wie Eisen oder Aluminium, in der Probe werden am Ionenaustauscherharz der Trennsäule oder des Suppressors gebunden; dies führt zu einem Abfall der Trennleistung. Metall-Ionen können mittels spezieller Kationenaustauscher entfernt werden (siehe Anhang A und Abschnitt 9).

Feststoffpartikel und organische Verbindungen (wie Mineralöle, Detergenzien und Huminsäuren) verkürzen die Lebensdauer der Vor- und Trennsäule (siehe Abschnitt 8).

5 Grundlage des Verfahrens

Das Verfahren erfordert den Einsatz hochkapazitiver Trennsäulen, die die Injektion von Probenvolumina z. B. von bis zu 4 ml ermöglichen.

Falls erforderlich, ist eine Probenvorbehandlung durchzuführen, um Anionen, Metalle, organische Stoffe und Feststoffe zu entfernen (siehe Abschnitt 9).

Die Perchlorat-Bestimmung erfolgt mit oder ohne Matrixeliminierung und mit oder ohne Aufkonzentrierung (siehe 10.3 und in den Anhängen A, B und C).

Perchlorat wird ionenchromatographisch (IC) getrennt. Der Nachweis erfolgt durch Leitfähigkeitsdetektion nach Suppression (LFD).

Als stationäre Phase wird ein Anionenaustauscherharz verwendet. Als Eluenten kommen wässrige Salzlösungen ein- und zweibasiger Säuren, z. B. Carbonat-, Hydrogencarbonat-, Hydroxid-Eluenten mit organischen Modifiern wie Aceton, Acetonitril (5.3), zur isokratischen Anwendung oder zur Gradientenelution zum Einsatz.

Die Auflösung R ist zu prüfen, um sicherzustellen, dass die erforderliche Trennleistung erfüllt wird (8.1).

Die Bestimmung der Perchlorat-Konzentration erfolgt nach Kalibrierung nach ISO 8466-1 oder ISO 8466-2.

Kontrolluntersuchungen sind erforderlich, um die Gültigkeit der Kalibrierfunktion sicherzustellen. Mehrfachbestimmungen können notwendig sein. Die Anwendung des Verfahrens der Standardaddition kann erforderlich sein, wenn Matrixstörungen zu erwarten sind.

6 Reagenzien

Es sind nur Reagenzien der Qualität „zur Analyse“, perchloratfrei, zu verwenden. Wenn nicht anders angegeben, sind die Reagenzien mit einer Genauigkeit von $\pm 1\%$ der nominalen Masse zu wägen. Falls erforderlich, können alternative Volumina zu den in 6.3 bis 6.5 beschriebenen Lösungen hergestellt werden. Alternativ können im Handel erhältliche Lösungen mit entsprechender und erforderlicher Spezifikation verwendet werden.

6.1 Wasser, mit einem elektrischen Widerstand $\geq 18,2 \text{ M}\Omega \text{ cm}$.

6.2 Natriumperchlorat, NaClO_4 , $> 99\%$.

6.3 Eluenten.

Die Eluenten sind zu entgasen. Während des Betriebs ist eine erneute Gasaufnahme zu verhindern (z. B. durch Helium-Überlagerung, Inline-Entgaser).

Die Wahl des Eluenten (z. B. auf der Basis von Natriumcarbonat- oder Natriumhydroxid-Lösungen, Kaliumhydroxid, falls erforderlich, versetzt mit organischen Modifiern) hängt von der gewählten Säule und dem Detektor ab; die Hinweise des Säulenlieferanten beachten. Die Eluenten können manuell, durch Inline-Verdünnung oder elektrochemisch *in situ* erzeugt, hergestellt werden. Die gewählte Kombination von Trennsäule und Eluent muss die Anforderung an die geforderte Auflösung nach 8.1 erfüllen. Die Eluenten können solange verwendet werden, wie die Anforderungen des Abschnitts 8 und 10.3 erfüllt werden.

Ein Beispiel für einen geeigneten Eluenten ist in 6.3.2 beschrieben.

6.3.1 Natriumhydroxid-Lösung, $\omega(\text{NaOH}) = 50\%$.

6.3.2 Natriumhydroxid-Eluent, $\rho(\text{NaOH}) = 0,05 \text{ mol/l}$.

4 g Natriumhydroxid (6.3.1) in einem 1 000-ml-Messkolben in etwa 900 ml Wasser (6.1) lösen und mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen und für etwa 10 min mit Helium durchmischen und entgasen. Den Eluenten in einem Glas- oder Polyethen-Eluentenvorratsbehälter, mit inertem Helium zur Minimierung einer Carbonat-Kontamination überlagert, aufbewahren. Den Eluenten am Tag des Gebrauchs herstellen.

ANMERKUNG Manuell hergestellte Lösungen aus Natriumhydroxid können Carbonat-Verunreinigungen durch Adsorption von Kohlenstoffdioxid aus der Umgebungsluft bilden. Der Einfluss dieser Verunreinigung kann zu nicht reproduzierbaren Perchlorat-Retentionszeiten, erhöhter Hintergrundleitfähigkeit und erhöhten Basislinien-Rauschen/Drift führen.

6.4 Perchlorat-Standardlösung.

Je nach erwarteter Konzentration die folgenden Standardlösungen verschiedener Perchlorat-Konzentration aus der Stammlösung (6.4.1) herstellen. Zu beachten ist, dass die Gefahr von Konzentrationsänderungen durch Wechselwirkung mit dem Gefäßmaterial mit abnehmender Perchlorat-Konzentration wächst. Die Standardlösungen in Polyethen- oder Glasflaschen aufbewahren.

6.4.1 Perchlorat-Stammlösung, $\rho(\text{ClO}_4^-) = 1\,000 \text{ mg/l}$.

Etwa 1,5 g Natriumperchlorat (6.2) 2 h bei 110°C trocknen. In einem 1 000-ml-Messkolben $(1,231 \pm 0,001) \text{ g}$ getrocknetes Natriumperchlorat in etwa 800 ml Wasser (6.1) lösen und mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen. Die Lösung bei 2°C bis 8°C in Polyethen- oder Glasflaschen aufbewahren und nach 12 Monaten erneuern.

6.4.2 Perchlorat-Standardlösung I, $\rho(\text{ClO}_4^-) = 100 \text{ mg/l}$.

In einen 100-ml-Messkolben 10 ml der Perchlorat-Stammlösung I (6.4.1) pipettieren und mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, bei 2 °C bis 8 °C in Polyethen- oder Glasflaschen aufbewahrt, sechs Monate haltbar.

6.4.3 Perchlorat-Standardlösung II, $\rho(\text{ClO}_4^-) = 1 \text{ mg/l}$.

In einen 100-ml-Messkolben 1,0 ml Standardlösung I (6.4.2) pipettieren und mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, bei 2 °C bis 8 °C in Polyethen- oder Glasflaschen aufbewahrt, drei Monate haltbar.

6.5 Perchlorat-Bezugslösungen.

Je nach erwarteter Perchlorat-Konzentration in der Probe aus einer der Standardlösungen I oder II (6.4.2 oder 6.4.3) 5 bis 10 Bezugslösungen, deren Konzentrationen so gleichmäßig wie möglich über den Kalibrierbereich verteilt sind, herstellen.

Beispielsweise für den Bereich von z. B. 1 µg/l bis 5,5 µg/l Perchlorat wie folgt vorgehen. In eine Reihe von 100-ml-Messkolben die Volumina nach Tabelle 1 pipettieren.

Tabelle 1 — Beispiel für das Herstellen der Kalibrierlösungen

Volumen Standardlösung 5.4.3 verdünnt auf 100 ml	100 µl	150 µl	200 µl	250 µl	300 µl	350 µl	400 µl	450 µl	500 µl	550 µl
$\rho(\text{ClO}_4^-)$ (µg/l)	1	1,5	2	2,5	3	3,5	4	4,5	5	5,5

Die Bezugslösungen am Tag ihres Gebrauchs herstellen.

6.6 Blindwertlösung.

Einen Messkolben, z. B. 100 ml, mit Wasser (6.1) füllen.

7 Geräte

Übliches Laborgerät und insbesondere:

7.1 Ionenchromatographie-System, welches die in Abschnitt 8 spezifizierten Qualitätsanforderungen, z. B. an die Auflösung, erfüllt. Es besteht im Allgemeinen aus folgenden Komponenten (siehe Bild 1).

7.1.1 Trennsäule mit geforderter Trennleistung (7.1).

7.1.2 Vorsäule, falls erforderlich (siehe Abschnitt 4).

7.1.3 Leitfähigkeitsdetektor mit Suppressor.

7.1.4 Eluenten-Vorratsbehälter mit Entgasungseinheit.

7.1.5 IC-Pumpe, einsetzbar für die isokratische Elution beziehungsweise Gradiententechnik.

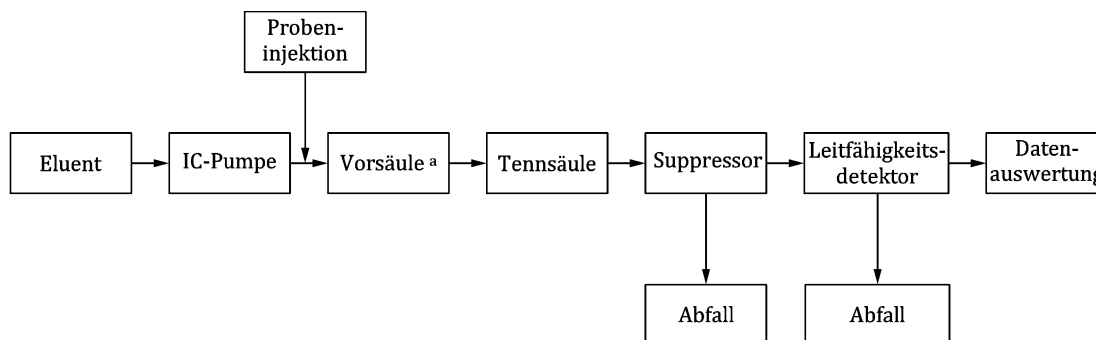
7.1.6 Probenaufgabesystem, z. B. Probenpumpe, einschließlich eines Probeninjektionssystem mit Probenschleife für ein geeignetes Volumen (z. B. 1 ml bis 4 ml) oder automatischer Probengeber.

7.1.7 Registriereinheit, z. B. PC mit Software für die Datenerfassung und Auswertung.

7.2 SPE-Kartuschen.

7.2.1 Kationenaustauscher in der Na-Form (Kartusche), optional Metall-clean-up-Säule für den Online-Einsatz.

7.2.2 Kartuschen, mit nicht-polaren Phasen für die Probenvorbereitung (z. B. Polyvinylpyrrolidon, RP C18).



Legende

^a Optional.

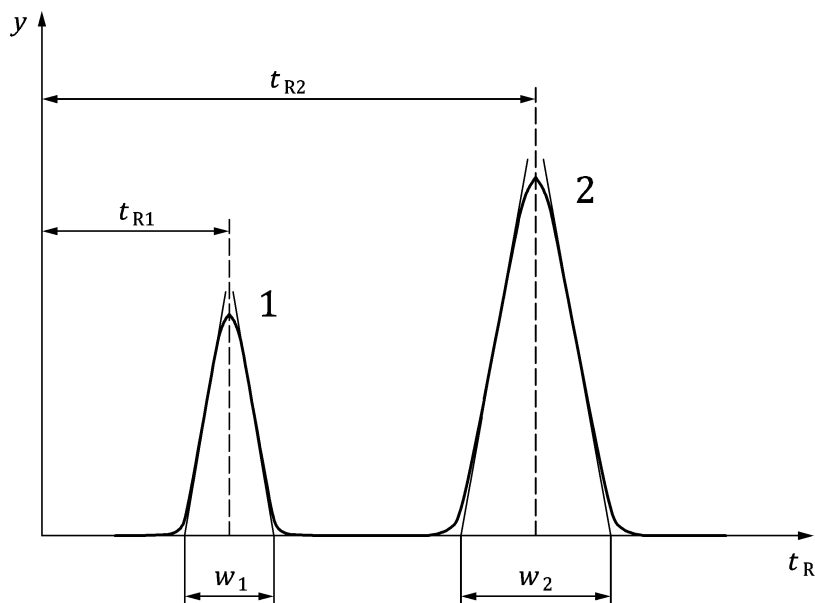
Bild 1 — Schematische Darstellung eines Ionenchromatographie-Systems

8 Qualitätsanforderungen

8.1 Trennsystem

In Chromatogrammen von Proben und Standardlösungen darf die Peakauflösung R zwischen Perchlorat und dem nächstgelegenen Peak den Wert 1,3 nicht unterschreiten (siehe Gleichung (1) und Bild 2). Die Trennbedingungen müssen so beschaffen sein, dass möglicherweise störende Anionen den Zielanalyten nicht stören.

Falls das Kriterium $R \geq 1,3$ nicht erreicht wird oder Perchlorat als Aufsetzerpeak eluiert (Bild A.1), dann z. B. die Säulen, Eluentenkonzentration (z. B. Gradientenelution) ändern, den Eluenten mit organischen Lösemitteln modifizieren, die Störung selektiv durch Probenvorbehandlung entfernen, die Wiederfindung bestimmen oder die Standardaddition anwenden.



Legende

- w_1 Breite des Peak 1
- w_2 Breite des Peak 2
- t_R Retentionszeit
- y Signal
- 1 Peak 1
- 2 Peak 2

Bild 2 — Graphische Darstellung der Parameter zur Ermittlung der Auflösung R

ANMERKUNG 1 Für die Anwendung dieses Dokuments kann die Ermittlung der Auflösung R sowohl für die isokratische als auch für die Gradientenelution verwendet werden.

Die Peakauflösung für das Peakpaar 2,1, $R_{2,1}$, nach Gleichung (1) berechnen:

$$R_{2,1} = \frac{2 \times (t_{R2} - t_{R1})}{w_2 + w_1} \quad (1)$$

Dabei ist

- t_{R1} die Retentionszeit des ersten Peaks, in Sekunden (s);
- t_{R2} die Retentionszeit des zweiten Peaks, in Sekunden (s);
- w_1 die Peakbreite des ersten Peaks auf der Zeitachse, in Sekunden (s);
- w_2 die Peakbreite des zweiten Peaks auf der Zeitachse, in Sekunden (s).

ANMERKUNG 2 Die Parameter w_1 , w_2 sind die Basisbreiten für das gleichschenkelige Dreieck über dem Gauß-Peak.

8.2 Materialien

Alle verwendeten Materialien dürfen keine positive oder negative Abweichung zu dem Perchlorat-Ergebnis beitragen.

9 Probenahme und Probenvorbereitung

Zur Probenahme saubere Gefäße verwenden (z. B. Glas, Polyethen, Polypropen, Polytetrafluorethylen (PTFE)).

Perchlorat kann bei Abwesenheit von Nitrat durch anaerobe Bakterien abgebaut werden ([4], [5], [6]). Falls erforderlich, dieses Risiko kann durch eine 0,2-µm-Membranfiltration am Ort der Probennahme reduziert werden. Das Überlagern der Probe mit Luft reduziert das Potenzial für den Abbau durch verbliebene Organismen ([5], [6]). Die Kühlung der Probe während des Transports ist ratsam.

Falls aufgrund hoher Konzentrationen an Matrixionen (z. B. Chlorid, Sulfat, Nitrat und Carbonat) das Kriterium für $R \geq 1,3$ nicht erreicht wird oder Perchlorat als Aufsetzerpeak eluiert (siehe 8.1 und Bild A.1) dann, falls erforderlich, geeignete Maßnahmen ergreifen z. B.

- die Austauschersäulen wechseln;
- die Eluentenkonzentration ändern (z. B. Gradientenelution);
- den Eluenten mit organischen Lösemitteln modifizieren;
- die Störung durch Probenvorbehandlung selektiv entfernen (Anhang A);
- die Re-Injektions- oder Säulenschnitt-Techniken nach Anhang B oder C anwenden;

Die Wiederfindung bestimmen oder die Standardaddition anwenden.

Falls erforderlich, sind Metalle mittels Kationenaustauschern (z. B. SPE-Kartusche in der Na-Form) zu entfernen.

Falls erforderlich, sind Feststoffe mittels 0,45-µm-Membranfilter zu entfernen.

Falls erforderlich, sind organische Verbindungen und Feststoffe mittels unpolarer Adsorbentien (z. B. SPE-Kartusche, Säule) oder Dialyse zu entfernen.

Die Probe ist innerhalb von 28 d nach Probenahme zu analysieren.

10 Durchführung

10.1 Allgemeines

Das Ionenchromatographie-System (7.1) nach den Angaben des Herstellers in Betrieb nehmen.

Den Eluenten fördern. Mit der Analyse kann begonnen werden, sobald die Basislinie stabil ist.

Die Kalibrierung wie in 10.2 beschrieben durchführen. Die Proben und Blindwertlösungen (6.6) wie in 10.3 beschrieben messen.

10.2 Kalibrierung

Die Perchlorat-Bezugslösungen injizieren (6.5 und 10.3). Das gemessene Signal (Peakfläche oder Peakhöhe) ist proportional zur Perchlorat-Konzentration.

Bei der Erstinbetriebnahme des Analysensystems und danach in regelmäßigen Abständen eine Kalibrierfunktion (nach ISO 8466-1 oder ISO 8466-2) für die Messung wie folgt erstellen.

Aus den erhaltenen Daten (Peakfläche oder Peakhöhe) die Regressionsfunktion nach ISO 8466-1 oder ISO 8466-2 bestimmen.

Anschließend die weitere Gültigkeit der Bezugsfunktion prüfen (10.4).

ANMERKUNG Im Allgemeinen ist das Kalibrierverfahren nicht auf eine Kalibrierstrategie beschränkt, die nur eine einzelne Konzentrationsdekade umfasst, wie in ISO 8466-1 oder ISO 8466-2 beschrieben. Bei einer Kalibrierung über mehr als eine Konzentrationsdekade kann sich jedoch im Vergleich mit dem in ISO 8466-1 oder ISO 8466-2 spezifizierten Vorgehen, ein Genauigkeitsverlust ergeben.

10.3 Messung von Perchlorat

Nach dem Aufstellen der Kalibrierfunktion die vorbehandelte Probe in den Chromatographen injizieren und die Peaks wie oben beschrieben messen (siehe Abschnitt 10). Falls erforderlich, zur Entfernung ungelöster Stoffe die Probe vor der Injektion in das Analysengerät membranfiltrieren (Porengröße entsprechend den Herstellerangaben). Mögliche Kontaminationen der Probe durch die Membran sind zu verhindern (z. B. die Membran mit einem geringen Probenvolumen spülen und die erste Fraktion des Filtrats verwerfen).

Den Perchlorat-Peak durch den Vergleich der Retentionszeit mit denen des Perchlorats der Bezugslösungen (6.5) identifizieren. Die Abweichung der Retentionszeiten innerhalb einer Serie darf $\pm 10\%$ nicht über- bzw. unterschreiten.

Liegt die Perchlorat-Konzentration oberhalb des Kalibrierbereichs, die Probe verdünnen und erneut analysieren.

Liegt die Perchlorat-Konzentration unter dem Kalibrierbereich, eine separate Kalibrierfunktion für den niedrigeren Arbeitsbereich aufstellen, falls erforderlich.

Matrixstörungen können nach Abschnitt 9 behoben werden.

Sind Matrixstörungen durch die Probe zu erwarten, die die Retentionszeit des Perchlorats beeinflussen, das Verfahren der Standardaddition anwenden, um das Ergebnis zu bestätigen (die Peaks durch Vergleich der Retentionszeiten der aufgestockten Probe mit denen der Originalprobe verifizieren).

Die Blindwertlösung (6.6) in gleicher Weise untersuchen.

10.4 Prüfen der Gültigkeit der Kalibrierfunktion

Zur Prüfung der Gültigkeit der Kalibrierfunktion unabhängige Standardlösungen unterschiedlicher Konzentrationen im unteren und oberen Drittel des Arbeitsbereichs untersuchen. Nach Inbetriebnahme (siehe Abschnitt 10) und nach jeder Probenserie, aber in jedem Fall nach jeder 20. Messung entsprechend vorgehen. Die Wiederfindungsrate muss zwischen 85 % und 115 % des nominalen Werts liegen. Falls erforderlich, neu kalibrieren.

11 Berechnung

Die Massenkonzentrationen ρ des Perchlorats in der Lösung in Mikrogramm je Liter ($\mu\text{g/l}$) oder Milligramm je Liter (mg/l) über die Peakflächen oder Peakhöhen (10.2), entsprechend ISO 8466-1 oder ISO 8466-2 berechnen.

Alle Verdünnungsschritte sind zu berücksichtigen.

12 Angabe der Ergebnisse

Die Ergebnisse werden mit höchstens zwei signifikanten Stellen angegeben.

BEISPIEL

Perchlorat (ClO_4^-) 15 $\mu\text{g/l}$

Perchlorat (ClO_4^-) 1,8 $\mu\text{g/l}$