

DIN EN 901

**DIN**

ICS 71.100.80

Ersatz für  
DIN EN 901:2000-03

**Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen  
Gebrauch –  
Natriumhypochlorit;  
Deutsche Fassung EN 901:2007**

Chemicals used for treatment of water intended for human consumption –  
Sodium hypochlorite;  
German version EN 901:2007

Produits chimiques utilisés pour le traitement de l'eau destinée à la consommation  
humaine –  
Hypochlorite de sodium;  
Version allemande EN 901:2007

Gesamtumfang 43 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN



## **Nationales Vorwort**

Dieses Dokument (EN 901:2007), das vom CEN/TC 164 „Wasserversorgung“ (Sekretariat: Frankreich) erarbeitet wurde, wurde vom CEN aufgrund der Ergebnisse der formellen Abstimmung angenommen.

Die Bearbeitung wurde von der Arbeitsgruppe „Wasseraufbereitung“ (WG 9) des CEN/TC 164 durchgeführt, deren Federführung beim AFNOR liegt; für Deutschland war der Arbeitsausschuss NA 119-04-02 AA „Wasseraufbereitung“ des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) an der Bearbeitung beteiligt.

Für die Anwendung dieser Europäischen Norm in Deutschland wird vom deutschen Fachgremium NA 119-04-02 AA unter Bezugnahme auf die in der Einleitung der Europäischen Norm angegebenen Vorbehalte auf die in Deutschland für Trinkwasser geltenden Rechtsvorschriften, insbesondere die Trinkwasserverordnung (TrinkwV 2001), verwiesen.

Für die in Abschnitt 2 und in den Literaturhinweisen zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen, wobei die EN-ISO-Normen nur dann genannt sind, wenn sie nicht als DIN-EN-ISO-Normen mit gleicher Zählnummer veröffentlicht sind:

EN ISO 3696    siehe DIN ISO 3696  
ISO 5725-2    siehe DIN ISO 5725-2

## **Änderungen**

Gegenüber DIN EN 901:2000-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Verweis auf die EG-Trinkwasserrichtlinie aktualisiert;
- b) Anwendungsbereich bezüglich vor Ort hergestelltem Natriumhypochlorit präzisiert;
- c) Reinheitskriterien und Analysenverfahren überarbeitet (u. a. Grenzwert und Bestimmungsverfahren für Natriumbromat aufgenommen);
- d) Angaben zu Routineanalysen gestrichen;
- e) Angaben zur Gefahren- und Sicherheitskennzeichnung aktualisiert;
- f) Festlegungen zum Verhalten bei unbeabsichtigter Freisetzung und zur Brandbekämpfung modifiziert;
- g) Angaben zu Vorsichtsmaßnahmen in chemischen Laboren aufgenommen;
- h) Norm redaktionell überarbeitet.

## **Frühere Ausgaben**

DIN EN 901: 2000-03  
DIN 19608: 1959-02, 1969-05, 1976-06

## Nationaler Anhang NA (informativ)

### Literaturhinweise

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

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*

*Verordnung zur Novellierung der Trinkwasserverordnung (Artikel 1 Verordnung über die Qualität von Wasser für den menschlichen Gebrauch (Trinkwasserverordnung — TrinkwV) vom 21.05.2001, Bundesgesetzblatt Teil 1 (2001), Nr. 24, S. 959–980<sup>1)</sup>*

---

1) Nachgewiesen in der DITR-Datenbank der DIN Software GmbH, zu beziehen bei: Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin.

— Leerseite —

**Deutsche Fassung**

**Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen  
Gebrauch —  
Natriumhypochlorit**

Chemicals used for treatment of water intended for human  
consumption —  
Sodium hypochlorite

Produits chimiques utilisés pour le traitement de l'eau  
destinée à la consommation humaine —  
Hypochlorite de sodium

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 10. Februar 2007 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG  
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION  
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

**Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel**

# Inhalt

	Seite
Vorwort .....	4
Einleitung.....	5
<b>1 Anwendungsbereich .....</b>	<b>6</b>
<b>2 Normative Verweisungen.....</b>	<b>6</b>
<b>3 Beschreibung .....</b>	<b>6</b>
<b>3.1 Identifizierung .....</b>	<b>6</b>
3.1.1 Chemische Bezeichnung .....	6
3.1.2 Synonyme oder allgemeine Bezeichnungen .....	6
3.1.3 Relative molekulare Masse .....	6
3.1.4 Summenformel.....	6
3.1.5 Chemische Formel.....	6
3.1.6 CAS-Registrier-Nummer .....	7
3.1.7 EINECS-Nummer.....	7
3.2 Handelsformen.....	7
3.3 Physikalische Eigenschaften .....	7
3.3.1 Äußere Form und Geruch .....	7
3.3.2 Dichte .....	7
3.3.3 Löslichkeit in Wasser .....	7
3.3.4 Dampfdruck.....	7
3.3.5 Siedepunkt bei 100 kPa.....	7
3.3.6 Gefrier- und Kristallisationspunkt.....	7
3.3.7 Spezifische Wärme .....	7
3.3.8 Viskosität (dynamische).....	7
3.3.9 Kritische Temperatur.....	8
3.3.10 Kritischer Druck .....	8
3.3.11 Mechanische Härte .....	8
3.4 Chemische Eigenschaften .....	8
<b>4 Reinheitskriterien.....</b>	<b>8</b>
4.1 Allgemeines.....	8
4.2 Zusammensetzung des Handelsproduktes .....	8
4.3 Verunreinigungen und Nebenbestandteile .....	9
4.4 Chemische Parameter .....	9
<b>5 Prüfverfahren .....</b>	<b>9</b>
5.1 Probenahme .....	9
5.2 Analysen .....	10
5.2.1 Bestimmung des Aktivchlorgehalts (Hauptbestandteil).....	10
5.2.2 Verunreinigungen .....	12
5.2.3 Chemische Parameter .....	18
<b>6 Kennzeichnung — Transport — Lagerung .....</b>	<b>20</b>
6.1 Lieferformen.....	20
6.2 Gefahren- und Sicherheitskennzeichnung nach EG-Richtlinien .....	21
6.3 Transportvorschriften und -kennzeichnung .....	22
6.4 Produktkennzeichnung .....	22
6.5 Lagerung.....	22
6.5.1 Allgemeines.....	22
6.5.2 Langzeitstabilität.....	22
6.5.3 Unzulässige Lagerungsbedingungen.....	22

	Seite
<b>Anhang A (informativ) Allgemeine Angaben zu Natriumhypochlorit .....</b>	<b>23</b>
<b>A.1 Herkunft.....</b>	<b>23</b>
<b>A.2 Anwendung.....</b>	<b>23</b>
<b>Anhang B (normativ) Allgemeine Sicherheitsregeln.....</b>	<b>24</b>
<b>B.1 Regeln für die sichere Handhabung und Verwendung .....</b>	<b>24</b>
<b>B.2 Verhalten im Notfall.....</b>	<b>24</b>
<b>Anhang C (normativ) Bestimmung von Arsen, Antimon und Selen (Atomabsorptionsspektrometrie, Hydridtechnik) .....</b>	<b>25</b>
<b>C.1 Kurzbeschreibung .....</b>	<b>25</b>
<b>C.2 Störungen.....</b>	<b>25</b>
<b>C.3 Reagenzien.....</b>	<b>25</b>
<b>C.4 Geräte .....</b>	<b>27</b>
<b>C.5 Durchführung.....</b>	<b>29</b>
<b>C.6 Berechnung.....</b>	<b>31</b>
<b>Anhang D (normativ) Bestimmung des Bromationengehalts in Natriumhypochlorit durch Ionenchromatographie und UV-Detektion .....</b>	<b>32</b>
<b>D.1 Allgemeines .....</b>	<b>32</b>
<b>D.2 Störungen.....</b>	<b>32</b>
<b>D.3 Kurzbeschreibung .....</b>	<b>32</b>
<b>D.4 Reagenzien.....</b>	<b>32</b>
<b>D.5 Geräte .....</b>	<b>34</b>
<b>D.6 Durchführung.....</b>	<b>35</b>
<b>Anhang E (informativ) Ergebnisse des Ringversuches zur Bestimmung des Natriumbromats in handelsüblichen Natriumhypochloritlösungen.....</b>	<b>37</b>
<b>Anhang F (informativ) Umwelt-, gesundheits- und sicherheitsrelevante Vorsichtsmaßnahmen in chemischen Laboren.....</b>	<b>38</b>
<b>Literaturhinweise.....</b>	<b>39</b>

## **Vorwort**

Dieses Dokument (EN 901:2007) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 164 „Wasserversorgung“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis September 2007, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 2007 zurückgezogen werden.

Dieses Dokument ersetzt EN 901:1999.

Wesentliche technische Unterschiede zwischen dieser Ausgabe und EN 901:1999 sind:

- a) Der Bezug zur EU-Richtlinie 80/778/EWG vom 15. Juli 1980 wurde gestrichen, um der derzeit gültigen Richtlinie (siehe [1]) Rechnung zu tragen;
- b) Grenzwert für die Verunreinigung von Natriumbromat entsprechend der EU-Richtlinie 28/83/EG und entsprechendes Bestimmungsverfahren aufgenommen.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.



## Einleitung

Hinsichtlich möglicher nachteiliger Auswirkungen des in dieser Europäischen Norm beschriebenen Produktes auf die Qualität des für den menschlichen Gebrauch bestimmten Wassers wird auf Folgendes hingewiesen:

- a) Diese Europäische Norm enthält keine Angaben darüber, ob das Produkt in den einzelnen Mitgliedstaaten der EU oder der EFTA ohne Einschränkungen angewendet werden darf.
- b) Es sollte beachtet werden, dass vorhandene nationale Vorschriften über die Verwendung und/oder die Eigenschaften dieses Produktes gültig bleiben bis entsprechende Europäische Regelungen verabschiedet worden sind.

**ANMERKUNG** Eine Übereinstimmung mit dieser Europäischen Norm bedeutet keine gleichzeitige Annahme oder Zulassung des Produktes in einem der Mitgliedsländer der EU oder EFTA. Die Anwendung des in dieser Europäischen Norm beschriebenen Produktes unterliegt den jeweiligen Regelungen der nationalen autorisierten Stellen.

## 1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm gilt für Natriumhypochlorit zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch. Sie beschreibt die Eigenschaften von Natriumhypochlorit und legt die Anforderungen sowie die entsprechenden Prüfverfahren für Natriumhypochlorit fest. Sie enthält Angaben zu dessen Anwendung in der Wasseraufbereitung. Sie legt darüber hinaus Regeln für die sichere Handhabung und Verwendung von Natriumhypochlorit fest (siehe Anhang B).

ANMERKUNG Obwohl diese Norm nicht für vor Ort hergestelltes Natriumhypochlorit gilt (siehe Literaturhinweis [6]), gelten die Grenzwerte für Verunreinigungen und chemische Parameter auch hierfür.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich Änderungen).

EN 1233, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Chrom — Verfahren mittels Atomabsorptionsspektrometrie*

EN 1483, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Quecksilber*

EN ISO 3696:1995, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696:1987)*

ISO 3165, *Sampling of chemical products for industrial use — Sampling — Safety in sampling*

ISO 6206, *Chemical products for industrial use — Vocabulary*

ISO 8288:1986, *Water quality — Determination of cobalt, nickel, copper, zinc, cadmium and lead — Flame atomic absorption spectrometric methods*

## 3 Beschreibung

### 3.1 Identifizierung

#### 3.1.1 Chemische Bezeichnung

Natriumhypochlorit.

#### 3.1.2 Synonyme oder allgemeine Bezeichnungen

Bleichlauge, Natronbleichlauge, Chlorbleichlauge.

#### 3.1.3 Relative molekulare Masse

74,44.

#### 3.1.4 Summenformel

NaOCl.

#### 3.1.5 Chemische Formel

NaOCl.

### 3.1.6 CAS-Registrier-Nummer<sup>1)</sup>

7681-52-9.

### 3.1.7 EINECS-Nummer<sup>2)</sup>

231-668-3.

## 3.2 Handelsformen

Das Produkt wird als wässrige Lösung mit einem Gehalt an Aktivchlor bis zu einem Massenanteil von 18 % geliefert.

## 3.3 Physikalische Eigenschaften

### 3.3.1 Äußere Form und Geruch

Das Produkt ist eine gelbgrüne, klare Flüssigkeit mit einem schwachen Chlorgeruch.

### 3.3.2 Dichte

Die Dichte des Produktes beträgt bei 20 °C zwischen 1,13 g/ml und 1,30 g/ml.

### 3.3.3 Löslichkeit in Wasser

Das Produkt ist mit Wasser in jedem Verhältnis mischbar.

### 3.3.4 Dampfdruck

Etwa 2,5 kPa bei 20 °C.

### 3.3.5 Siedepunkt bei 100 kPa<sup>3)</sup>

Nicht zutreffend.

### 3.3.6 Gefrier- und Kristallisationspunkt

Die Kristallisation von NaOCl · 6 H<sub>2</sub>O beginnt bei ungefähr –10 °C.

Das Gefrieren des konzentrierten Produktes erfolgt zwischen –20 °C und –30 °C.

### 3.3.7 Spezifische Wärme

Die spezifische Wärme für eine Lösung mit einem Massenanteil an Aktivchlor zwischen 14 % und 15 % beträgt 3,48 kJ/(kg·K).

### 3.3.8 Viskosität (dynamische)

2,6 mPa·s bei 20 °C.

---

1) Chemical Abstracts Service Registry Number.

2) European Inventory of Existing Commercial Chemical.

3) 100 kPa = 1 bar.

## EN 901:2007 (D)

### 3.3.9 Kritische Temperatur

Nicht zutreffend.

### 3.3.10 Kritischer Druck

Nicht zutreffend.

### 3.3.11 Mechanische Härte

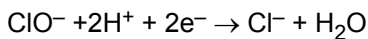
Nicht zutreffend.

## 3.4 Chemische Eigenschaften

Das Produkt ist eine alkalische Lösung mit einem höheren pH-Wert als 11 bei 20 °C.

Es reagiert mit Säuren und sauren Salzen unter Bildung von Chlorgas.

Mit reduzierenden Chemikalien treten heftige Reaktionen auf. Es ist ein starkes Oxidationsmittel ( $E^{\circ}_{\text{Red}}$  für  $\text{ClO}^-$ ) = 0,89 V).



## 4 Reinheitskriterien

### 4.1 Allgemeines

Diese Europäische Norm gibt die Mindestreinheitskriterien für Natriumhypochlorit zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch an. Grenzwerte sind für solche Verunreinigungen angegeben worden, die häufig im Produkt auftreten. Wenn die Rohstoffe oder das Herstellungsverfahren zum Auftreten anderer Verunreinigungen führen, ist dies dem Anwender und falls notwendig den zuständigen Behörden mitzuteilen.

**ANMERKUNG** Anwender dieser Produkte sollten auf der Grundlage der nationalen Bestimmungen prüfen, ob diese einen geeigneten Reinheitsgrad für die Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch besitzen, und dabei die Rohwasserbeschaffenheit, die erforderliche Dosierung, den Gehalt an anderen Verunreinigungen und von im Produkt enthaltenen Begleitstoffen, die nicht in dieser Produktnorm benannt sind, in Betracht ziehen.

Grenzwerte sind für solche Verunreinigungen und chemische Parameter angegeben worden, die in signifikanten Mengen aus den angewandten Herstellungsverfahren und Rohstoffen stammen können. Wenn das Herstellungsverfahren oder die Rohstoffe zum Auftreten signifikanter Mengen von Verunreinigungen, Nebenprodukten oder Zusätzen führen, ist dies dem Anwender mitzuteilen.

### 4.2 Zusammensetzung des Handelsproduktes

Natriumhypochlorit ist ausschließlich als Lösung mit einer Konzentration bis zu 18 % Aktivchlor je Liter zum Zeitpunkt der Auslieferung durch den Hersteller erhältlich. Handelsübliche konzentrierte Produkte enthalten mindestens 12 % Aktivchlor. Verdünnte Lösungen sind ebenfalls erhältlich.

Die Konzentration des Natriumhypochlorits muss gleich dem vom Hersteller festgelegten Wert sein oder größer.

### 4.3 Verunreinigungen und Nebenbestandteile

Das Produkt enthält mindestens äquimolare Mengen an Natriumchlorid (NaCl) sowie einen geringen Anteil an Natriumhydroxid (NaOH), der das Produkt alkalisch hält. Dadurch können auch geringe Mengen an Natriumcarbonat (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) enthalten sein.

Bei der Lieferung durch den Hersteller darf der Gehalt an Natriumchlorat (NaClO<sub>3</sub>) einen Massenanteil von 5,4 % bezogen auf den Aktivchlorgehalt nicht überschreiten. Das Produkt muss (sichtbar) frei von Bodensatz und suspendierten Stoffen sein.

ANMERKUNG Natriumchlorat ist ein Nebenprodukt des Herstellungsverfahrens und kann sich auch während der Lagerung bilden (siehe 6.5.1).

### 4.4 Chemische Parameter

Das Produkt muss mit den in Tabelle 1 festgelegten Anforderungen übereinstimmen.

Tabelle 1 — Chemische Parameter

Parameter		Grenzwert mg/kg Aktivchlor	
		Typ 1	Typ 2
Arsen (As)	max.	1	5
Antimon (Sb)	max.	20	25
Cadmium (Cd)	max.	2,5	5
Chrom (Cr)	max.	2,5	5
Blei (Pb)	max.	15	15
Quecksilber (Hg)	max.	3,5	5
Nickel (Ni)	max.	2,5	10
Selen (Se)	max.	20	25
		Grenzwert g/kg Aktivchlor	
Natriumbromat <sup>a</sup>	max.	2,5	5,0
ANMERKUNG Da Cyanid in einem starken Oxidationsmedium wie Natriumhypochlorit nicht existiert, stellt es keinen relevanten chemischen Parameter dar. Pestizide und polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe sind keine Nebenprodukte des Herstellungsverfahrens. Bezüglich der Trinkwassergrenzwerte der für den Spurenmetallgehalt im Trinkwasser relevanten chemischen Parameter von Natriumhypochlorit siehe Literaturhinweis [1].			
<sup>a</sup> Natriumbromat ist ein Nebenprodukt des Herstellungsverfahrens.			

## 5 Prüfverfahren

### 5.1 Probenahme

Die Empfehlungen in ISO 3165 sind zu beachten und ISO 6206 ist zu berücksichtigen.

## 5.2 Analysen

### 5.2.1 Bestimmung des Aktivchlorgehalts (Hauptbestandteil)

#### 5.2.1.1 Allgemeines

Dieses Verfahren gilt für alle handelsüblichen Produkte mit einem Aktivchlorgehalt im Bereich von 70 g/l bis 170 g/l.

ANMERKUNG Das Verfahren erfasst alle, in schwach saurer Lösung aktiven Oxidationsmittel, wie z. B. Hypochlorit/Chlor, Iodat und zum Teil Chloramine, Fe(III) usw. Nicht erfasst werden unter diesen Bedingungen Bromat und Chlorat.

#### 5.2.1.2 Kurzbeschreibung

Durch die Reaktion von Natriumhypochlorit mit Kaliumiodid in Gegenwart von Essigsäure wird Iod freigesetzt. Das Iod wird mit Natriumthiosulfat-Standardmaßlösung in Gegenwart von Stärke-Indikatorlösung titriert.

ANMERKUNG Die Titration kann auch potentiometrisch mit Hilfe von Titrationsautomaten durchgeführt werden; der Zusatz von Stärkelösung ist in diesem Fall nicht erforderlich.

#### 5.2.1.3 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen in anerkannter Analysenqualität vorliegen und das verwendete Wasser muss der Qualität 3 nach EN ISO 3696 (laborübliches entionisiertes Wasser) entsprechen.

##### 5.2.1.3.1 Kaliumiodidlösung, Massenanteil 10 %.

100 g iodatfreies Kaliumiodid auf 0,1 mg einwiegen, mit Wasser lösen und auf 1 l verdünnen.

##### 5.2.1.3.2 Konzentrierte Essigsäure, Mindestreinheit von 99 % (Massenanteil).

##### 5.2.1.3.3 Natriumthiosulfat-Standardmaßlösung, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$ .

Standardmaßlösungen sind im Handel erhältlich, gegebenenfalls müssen sie verdünnt werden. Alternativ kann eine Standardmaßlösung wie folgt hergestellt werden:

24,8 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  in einem 1 000-ml-Messkolben 0,75 l Wasser lösen. Nach Temperaturangleichung bis zur Marke mit Wasser auffüllen und gründlich durchmischen.

Zum Einstellen: 3,600 g trockenes Kaliumiodat auf 0,1 mg einwiegen ( $m$ ). Mit Wasser in einem 1 000-ml-Messkolben lösen, bis zur Marke mit Wasser auffüllen und durchmischen (Standardreferenzlösung  $c(1/6 \text{ KIO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ ). 200 ml Wasser in einen 500-ml-Erlenmeyerkolben mit Stopfen geben,  $(2 \pm 0,5)$  g Kaliumiodid zugeben und zum Lösen rühren. Anschließend mittels Pipette 10,0 ml der einzustellenden Natriumthiosulfatlösung zugeben und mit  $(15 \pm 1)$  ml Salzsäure (1:1 verdünnt) und  $(5 \pm 1)$  ml Stärkelösung (5.2.1.3.4) versetzen. Sofort mit der Kaliumiodat-Standardreferenzlösung titrieren, bis die Blaufärbung 30 s anhält. Das verbrauchte Volumen an Iodat ( $V_1$ ) aufzeichnen.

Die Konzentration  $c$  der Natriumthiosulfat-Standardmaßlösung ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), angegeben in mol/l, wird nach Gleichung (1) berechnet:

$$c = \frac{V_1 \times c_1}{V} \quad (1)$$

Dabei ist

- $c_1$  die Konzentration der Kaliumiodat-Standardreferenzlösung [ $c(1/6 \text{ KIO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ ], in mol/l;
- $V$  das Volumen der für die Einstellung verwendeten Natriumthiosulfat-Standardmaßlösung ( $V = 10 \text{ ml}$ ), in ml;
- $V_1$  das Volumen der bei der Titration verbrauchten Kaliumiodat-Standardreferenzlösung, in ml.

#### 5.2.1.3.4 Stärkelösung, Massenanteil 1 %.

Eine Suspension (Aufschlammung) aus  $(1 \pm 0,1) \text{ g}$  Stärke und  $(5 \pm 1) \text{ ml}$  Wasser herstellen. Dieser Suspension  $(90 \pm 5) \text{ ml}$  siedendes Wasser zugeben. Die Suspension zum Lösen rühren, und die Lösung dann abkühlen. Um eine Zersetzung der Stärke und somit einen unbestimmten Endpunkt zu vermeiden, die Lösung kühl aufbewahren. Die Lösung innerhalb einer Woche verbrauchen.

ANMERKUNG Im Handel sind Indikatoren für die Iodtitration erhältlich, die an Stelle der beschriebenen Stärkelösung verwendet werden können, vorausgesetzt sie wurden zuvor auf ihre Wirksamkeit geprüft.

#### 5.2.1.4 Geräte

Übliche Labor- und Glasgeräte.

#### 5.2.1.5 Durchführung

##### 5.2.1.5.1 Prüflösung

1 g der Laborprobe auf 0,1 mg in einen 250-ml-Erlenmeyerkolben einwiegen (Masse  $m_1$  in Gramm aufzeichnen) und mit Wasser auf 100 ml auffüllen.

##### 5.2.1.5.2 Bestimmung

Zur Prüflösung 10 ml Kaliumiodidlösung (5.2.1.3.1) und 5 ml der konzentrierten Essigsäure (5.2.1.3.2) geben.

Mit der Natriumthiosulfat-Standardmaßlösung (5.2.1.3.3) titrieren, bis die Iodfärbung nahezu verschwunden ist. Anschließend 3 ml der Stärke-Indikatorlösung (5.2.1.3.4) zugeben und die Titration bis zum Verschwinden der schwarz-blauen Färbung zu Ende führen. Das Volumen  $V_1$  der zugegebenen Natriumthiosulfat-Standardmaßlösung aufzeichnen.

##### 5.2.1.6 Angabe der Ergebnisse

Der Gehalt  $C_2$  an Aktivchlor ( $\text{Cl}_2$ ), angegeben als Massenanteil in %, wird nach Gleichung (2) berechnet:

$$C_1 = V_1 \times c \times 3,545 / (m_1) \quad (2)$$

Dabei ist

- $V_1$  das bei der Titration verbrauchte Volumen an Natriumthiosulfat-Standardmaßlösung (5.2.1.3.3), in Milliliter;
- $c$  die Konzentration der Natriumthiosulfat-Standardmaßlösung (siehe 5.2.1.3.3), in Mol je Liter;
- 3,545 die 1 ml Natriumthiosulfatlösung mit  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,100 \text{ mol/l}$  entsprechende Masse des Chlors ( $\text{Cl}_2$ ), in Milligramm;
- $m_1$  die Masse der zur Herstellung der Prüflösung (5.2.1.5.1) verwendeten Laborprobe, in Gramm.

## 5.2.2 Verunreinigungen

### 5.2.2.1 Bestimmung des Natriumchloratgehalts ( $\text{NaClO}_3$ )

#### 5.2.2.1.1 Allgemeines

Dieses Verfahren ist speziell zur Bestimmung des Chloratgehalts in handelsüblichen Natriumhypochloritlösungen im Bereich von 3,75 g/l bis 15 g/l anwendbar.

#### 5.2.2.1.2 Kurzbeschreibung

Direkte Bestimmung der Chlorationen in einer verdünnten Natriumhypochloritlösung mittels Ionenchromatographie mit Leitfähigkeitsdetektion mit Suppressorsystem.

#### 5.2.2.1.3 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen in anerkannter Analysenqualität vorliegen, und das verwendete Wasser muss eine Leitfähigkeit von 0,056  $\mu\text{S/cm}$  (entsprechend der Qualität 1 nach EN ISO 3696) haben.

##### 5.2.2.1.3.1 Natriumcarbonat und Natriumhydrogencarbonat, Eluentlösung.

Ein Volumen Natriumcarbonatlösung  $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 2 \text{ mmol/l}$  mit einem Volumen Natriumhydrogencarbonatlösung  $c(\text{NaHCO}_3) = 0,75 \text{ mmol/l}$  mischen.

##### 5.2.2.1.3.2 Verdünnte Schwefelsäure, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,025 \text{ mol/l}$ , als Regenerierlösung.

##### 5.2.2.1.3.3 Heliumgas, hochrein, zum Entgasen der Eluent- und Regenerier(mittel)lösungen.

##### 5.2.2.1.3.4 Natriumchlorat-Stammlösung von 1 g/l.

0,255 1 g  $\text{NaClO}_3$  auf 0,000 1g einwiegen und in 200 ml Wasser (Qualität 1 nach EN ISO 3696) lösen.

#### 5.2.2.1.4 Geräte

Übliche Labor- und Glasgeräte sowie Folgendes:

##### 5.2.2.1.4.1 Ionenchromatograph.

##### 5.2.2.1.4.2 Leitfähigkeitsdetektor mit chemischer Suppression.

##### 5.2.2.1.4.3 Anionentrennsäule und -vorsäule.

Harz bestehend aus 15  $\mu\text{m}$  granuliertem Polystyrol/Divinylbenzol-Substrat mit aminiertem Anionenaustauscherlatex.

##### 5.2.2.1.4.4 Datenerfassungssystem/Plotter zur Aufzeichnung und Anzeige der chromatographischen Peakhöhen.



**5.2.2.1.4.5 Gerät zur Erzeugung von Wasser (Qualität 1 nach EN ISO 3696).****5.2.2.1.5 Chromatographische Bedingungen**

- Durchfluss des Eluenten: 2 ml/min;
- Durchfluss des Regenerationsmittels: 2,5 ml/min;
- Messskala der Leitfähigkeit: 30 mS;
- Restleitfähigkeit: < 18 mS;

**5.2.2.1.6 Durchführung****5.2.2.1.6.1 Herstellung der Kalibrierlösungen**

Durch Verdünnen genau abgemessener Volumen der Natriumchlorat-Stammlösung (5.2.2.1.3.4) mit der Eluentlösung (5.2.2.1.3.1) Kalibrierlösungen in Messkolben nach Tabelle 2 herstellen.

**Tabelle 2 — Kalibrierlösungen zur Bestimmung des Chloratgehalts**

Lösung	$\text{ClO}_3^-$ mg/l	$\text{NaClO}$ mg/l
1	3,75	4,78
2	7,5	9,57
3	11,25	14,35
4	15	19,13

ANMERKUNG Die Kalibrierung ist linear für Chlorationenkonzentrationen der verdünnten Lösung zwischen 3,75 mg/l und 15 mg/l

**5.2.2.1.6.2 Herstellung der Prüflösung**

250 mg der Laborprobe auf 0,1 mg in einen 100,0-ml-Messkolben einwiegen (Masse  $m_2$  in Milligramm aufzeichnen), mit Eluentlösung (5.2.2.1.3.1) auffüllen und die Prüflösung durch vorsichtiges Schütteln des verschlossenen Kolbens homogenisieren.

**5.2.2.1.6.3 Messung der Kalibrier- und Prüflösungen**

Jede Kalibrierlösung und Prüflösung dreimal messen, wobei ein konstantes Injektionsvolumen entsprechend den Erfordernissen des jeweiligen Ionenchromatographen zu wählen ist. Für jede Lösung muss die relative Wiederholstandardabweichung weniger als 0,5 % betragen.

**5.2.2.1.7 Angabe der Ergebnisse**

Der Natriumchloratgehalt der Prüflösung ( $y$  in mg/l) wird mit der mittels linearer Regression aus der Fünf-Stufen-Kalibrierung (vier Chloratlösungen und eine Blindwertlösung) erhaltenen Kalibrierfunktion berechnet.

Der Natriumchloratgehalt  $C_2$  ( $\text{NaClO}_3$ ) in der Laborprobe, angegeben in Gramm je Kilogramm, wird nach Gleichung (3) berechnet:

$$C_2 = (y \times V_2) / m_2 \quad (3)$$

Dabei ist

- $y$  die mittels der linearen Regressionsfunktion der Kalibrierung bestimmte Konzentration der Prüflösung, in Milligramm je Liter;
- $V_2$  das Volumen der Prüflösung (5.2.2.1.6.2), in Milliliter;
- $m_2$  die Masse der Laborprobe (5.2.2.1.6.2), in Milligramm.

Der Gehalt an Natriumchlorat ( $\text{NaClO}_3$ ) der Laborprobe,  $C_3$ , angegeben als Massenanteil in %, bezogen auf den Aktivchlorgehalt, wird nach Gleichung (4) berechnet:

$$C_3 = \frac{(C_2 \times 10)}{C_1} \quad (4)$$

Dabei ist

- $C_2$  der Gehalt an Natriumchlorat ( $\text{NaClO}_3$ ) der Laborprobe, in g/kg;
- $C_1$  der Gehalt an Aktivchlor ( $\text{Cl}_2$ ), angegeben als Massenanteil in % (5.2.1.6).

#### 5.2.2.1.8 Wiederholgrenze

Die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Prüfergebnissen, die unter Wiederholbedingungen erhalten wurden, darf nicht größer sein als die Wiederholgrenze  $r$ , die mit der Gleichung (5) berechnet wird:

$$r = 0,001 z \quad (5)$$

Dabei ist

- $z$  der Mittelwert der beiden Ergebnisse, angegeben als Massenanteil in %.

ANMERKUNG Wiederholbedingungen sind Bedingungen, unter denen vom selben Analytiker im selben Laboratorium mit derselben Ausrüstung nach demselben Verfahren innerhalb kurzer Zeitspannen an identischem Prüfmaterial voneinander unabhängige Ergebnisse erhalten werden.

#### 5.2.2.2 Bestimmung des Natriumbromatgehalts ( $\text{NaBrO}_3$ )

##### 5.2.2.2.1 Allgemeines

Das Verfahren wird zur Bestimmung des Bromatgehalts handelsüblicher Natriumhypochloritlösungen im Konzentrationsbereich von 2 mg/l bis 1 000 mg/l angewendet.

##### 5.2.2.2.2 Kurzbeschreibung

Direkte Bestimmung der Bromationen in einer verdünnten Natriumhypochloritlösung mittels Ionenchromatographie mit Leitfähigkeitsdetektion mit Suppressorsystem.

Der Messbereich kann durch die analytische Säulenkapazität eingeschränkt sein. Dementsprechend kann eine Verdünnung der Probe auf eine Konzentration innerhalb des Messbereiches notwendig sein. Eine angemessene Vorbehandlung der Probe kann erforderlich sein (zum Beispiel zum Entfernen von Chlorid, Sulfat, Carbonat oder Metallen).

ANMERKUNG Die direkte Bestimmung des Bromats durch Ionentrennung und indirekte UV-Detektion kann ebenfalls durchgeführt werden. Das gesamte analytische Verfahren ist in Anhang D beschrieben.

### 5.2.2.2.3 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen in anerkannter Analysenqualität vorliegen und das verwendete Wasser muss eine Leitfähigkeit von 0,056  $\mu\text{S}/\text{cm}$  (entsprechend der Qualität 1 nach EN ISO 3696) haben.

**5.2.2.2.3.1 Verdünnte Schwefelsäure**,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,025 \text{ mol/l}$ , als Regenerierlösung.

**5.2.2.2.3.2 Heliumgas**, hochrein, zum Entgasen der Eluent- und Regenerier(mittel)lösungen.

**5.2.2.2.3.3 Natriumcarbonat-Stammlösung**,  $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,5 \text{ mol/l}$ .

53 g wasserfreies Natriumcarbonat in einem 1 000-ml-Messkolben mit 800 ml Wasser (Qualität 1 nach EN ISO 3696) lösen und mit Wasser (Qualität 1 nach EN ISO 3696) auf das Maßvolumen auffüllen.

Die Lösung bei 2 °C bis 6 °C in einer Polyethylen- oder Glasflasche aufbewahren und alle 6 Monate frisch herstellen.

**5.2.2.2.3.4 Natriumcarbonat-Eluentlösung**,  $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,009 \text{ mol/l}$ .

In einen 2 000-ml-Messkolben 36 ml der Natriumcarbonat-Stammlösung von 0,5 mol/l (5.2.2.2.3.3) geben und mit Wasser (Qualität 1 nach EN ISO 3696) auf das Maßvolumen auffüllen.

Die Lösung bei 2 °C bis 6 °C in einer Polyethylen- oder Glasflasche aufbewahren und jede Woche frisch herstellen.

Die Lösung vor der Verwendung entsprechend den Herstelleranweisungen mit Helium (5.2.2.2.3.2) entgasen.

ANMERKUNG Der Eluent sollte unter Heliumschutzgas aufbewahrt und gehandhabt werden, um eine Verunreinigung mit Carbonat zu vermeiden.

**5.2.2.2.3.5 Bromat-Standardstammlösung**,  $w(\text{BrO}_3^-) = 1\,000 \text{ mg/l}$ .

1,5 g Kaliumbromat für mindestens 1 h bei 105 °C trocknen. Das getrocknete Produkt in einem Exsikkator aufbewahren. Vom getrockneten Kaliumbromat 1,305 7 g auf 0,000 1 g einwiegen und in einen 1 000-ml-Messkolben geben. Die Einwaage mit 800 ml Wasser (Qualität 1 nach EN ISO 3696) lösen und mit Wasser (Qualität 1 nach EN ISO 3696) auf das Maßvolumen auffüllen. Die Lösung in einer Polyethylen- oder Glasflasche bei 2 °C bis 6 °C aufbewahren und alle 12 Monate frisch herstellen.

Eine handelsübliche Standardstammlösung mit der geforderten Konzentration darf ebenfalls verwendet werden.

**5.2.2.2.3.6 Bromat-Standardlösung**,  $w(\text{BrO}_3^-) = 10 \text{ mg/l}$ .

In einen 100-ml-Messkolben 1 ml der Bromat-Standardstammlösung (5.2.2.2.3.5) geben. Diese mit Wasser (Qualität 1 nach EN ISO 3696) auf das Maßvolumen auffüllen.

Die Lösung bei 2 °C bis 6 °C in einer Polyethylen- oder Glasflasche aufbewahren und alle 3 Monate frisch herstellen.

### 5.2.2.2.4 Geräte

Übliche Labor- und Glasgeräte sowie Folgendes:

**5.2.2.2.4.1 Ionenchromatograph.**

**5.2.2.2.4.2 Leitfähigkeitsdetektor mit chemischer oder elektrochemischer Suppression.**

**5.2.2.2.4.3 Anionentrennsäule und -vorsäule.**

Harz bestehend aus 15 µm granuliertem Polystyrol/Divinylbenzol-Substrat mit aminiertem Anionenaustauscherlatex.

**5.2.2.2.4.4 Vorbehandlungskartuschen.**

- Kationenaustauscher der Ag-(Silber-)Form (Kartusche);
- Kationenaustauscher der H-(Wasserstoff-)Form (Kartusche).

Erforderlichenfalls dürfen Kationenaustauscher der Ba-(Barium-)Form (Kartusche) zum Unterdrücken von Sulfatstörungen angewendet werden.

**5.2.2.2.4.5 Gerät zur Erzeugung von Wasser (Qualität 1 nach EN ISO 3696)**

**5.2.2.2.5 Chromatographische Bedingungen**

- Durchfluss des Eluenten: 1 ml/min;
- Durchfluss des Regenerationsmittels: 2,5 ml/min oder elektrochemische Regeneration;
- empfohlene Größe der Probenaufgabeschleife: 50 µl bis 100 µl;

**5.2.2.2.6 Durchführung**

**5.2.2.2.6.1 Herstellung der Kalibrierlösungen**

Durch Verdünnen genau abgemessener Volumen der Bromat-Standardstammlösung (5.2.2.2.3.5) mit der Natriumcarbonat-Eluentlösung (5.2.2.2.3.4) Kalibrierlösungen in Messkolben nach Tabelle 3 herstellen.

**Tabelle 3 — Kalibrierlösungen zur Bestimmung des Bromatgehalts**

Lösung	BrO <sub>3</sub> <sup>-</sup> mg/l	NaBrO <sub>3</sub> mg/l
1	0,2	0,236
2	0,5	0,59
3	1	1,18
4	2	2,36

ANMERKUNG 1 Die Kalibrierung ist linear für Bromationenkonzentrationen der verdünnten Lösung zwischen 0,2 mg/l und 2 mg/l.

ANMERKUNG 2 Die Lösungen am Tag der Verwendung frisch herstellen.

#### 5.2.2.2.6.2 Probenvorbereitung (falls erforderlich)

Wenn eine Vorbereitung notwendig ist (Chlorid- und/oder Carbonatgehalt in der Probe ist so groß, dass die Bromatbestimmung gestört werden kann), müssen die Kalibrier- und die Prüflösungen folgendermaßen behandelt werden:

- Hintereinanderschalten (in Reihe) der Kationenaustauscher (Kartuschen) in der Reihenfolge Ag-Form und H-Form;
- Spülen der Kartuschen mit 10 ml Wasser mit Hilfe einer Injektionsspritze;
- Füllen einer 10-ml-Injektionsspritze mit der Probe und Anbringen dieser am Kartuschensatz;
- Spülen mit 5 ml Probe;
- Fortsetzen der Probeninjektion durch die Kartuschen und Auffangen der nächsten 5 ml behandelte Probe für die Analyse;
- Begasen der behandelten Probe mit Heliumgas für 5 min, um das Restcarbonat zu entfernen.

ANMERKUNG Erforderlichenfalls kann eine Ba-Form-Kartusche zum Entfernen von Sulfat hinzugefügt werden; die drei Vorbereitungskartuschen sollten in diesem Fall in folgender Reihenfolge angebracht werden: Ba-Form, Ag-Form und H-Form.

#### 5.2.2.2.6.3 Herstellen der Prüflösungen

250 mg der Laborprobe auf 0,1 mg in einen 100,0-ml-Messkolben einwiegen (Masse  $m_2$  in Milligramm aufzeichnen), mit Eluentlösung (5.2.2.2.3.4) auffüllen und die Prüflösung durch vorsichtiges Schütteln des verschlossenen Kolbens homogenisieren.

#### 5.2.2.2.6.4 Messung der Kalibrier- und der Prüflösungen

Jede Kalibrierlösung und Prüflösung dreimal messen, wobei ein konstantes Injektionsvolumen entsprechend den Erfordernissen des jeweiligen Ionenchromatographen zu wählen ist. Für jede Lösung muss die relative Wiederholstandardabweichung weniger als 0,5 % betragen.

#### 5.2.2.2.7 Angabe der Ergebnisse

Der Natriumbromatgehalt der Prüflösung ( $y'$  in mg/l) wird mit der mittels linearer Regression aus der Fünf-Stufen-Kalibrierung (vier Bromatlösungen und eine Blindwertlösung) erhaltenen Kalibrierfunktion berechnet.

Der Gehalt  $C'_2$  an Natriumbromat ( $\text{NaBrO}_3$ ) in der Laborprobe, angegeben in Milligramm je Kilogramm, wird nach Gleichung (6) berechnet:

$$C'_2 = y' \times V'_2 \times 10 / m'_2 \quad (6)$$

Dabei ist

$y'$  die mittels der linearen Regressionsfunktion der Kalibrierung bestimmte Konzentration der Prüflösung, in Milligramm je Liter;

$V'_2$  das Volumen der Prüflösung (5.2.2.6.3), in Milliliter;

$m'_2$  die Masse der Laborprobe (5.2.2.6.3), in Milligramm.

## EN 901:2007 (D)

Der Gehalt an Natriumbromat ( $\text{NaClO}_3$ ) der Laborprobe,  $C_3$ , angegeben als Massenanteil bezogen auf den Aktivchlorgehalt, wird nach Gleichung (7) berechnet:

$$C_3 = (C_2' \times 10) / C_1 \quad (7)$$

Dabei ist

$C_2'$  der Gehalt an Natriumbromat ( $\text{NaBrO}_3$ ) der Laborprobe in mg/kg;

$C_1$  der Gehalt an Aktivchlor ( $\text{Cl}_2$ ), angegeben als Massenanteil in % (5.2.1.6).

### 5.2.2.2.8 Wiederholgrenze

Die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Prüfergebnissen, die unter Wiederholbedingungen erhalten wurden, darf nicht größer sein als die Wiederholgrenze  $r$ , die nach Gleichung (8) berechnet wird:

$$r = 0,005 z \quad (8)$$

Dabei ist

$z$  der Mittelwert der beiden Ergebnisse, angegeben als Massenanteil in %.

ANMERKUNG Wiederholbedingungen sind Bedingungen, unter denen vom selben Analytiker im selben Laboratorium mit derselben Ausrüstung nach demselben Verfahren innerhalb kurzer Zeitspannen an identischem Prüfmaterial voneinander unabhängige Ergebnisse erhalten werden.

## 5.2.3 Chemische Parameter

### 5.2.3.1 Bestimmung von Antimon (Sb), Arsen (As), Cadmium (Cd), Chrom (Cr), Blei (Pb), Nickel (Ni) und Selen (Se)

#### 5.2.3.1.1 Kurzbeschreibung

Die Elemente Arsen, Antimon, Cadmium, Chrom, Blei, Nickel und Selen werden durch Atomabsorptionsspektrometrie bestimmt.

#### 5.2.3.1.2 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen in anerkannter Analysenqualität vorliegen, und das verwendete Wasser muss der Qualität 2 nach EN ISO 3696 entsprechen.

**5.2.3.1.2.1** Konzentrierte Salpetersäure, Dichte  $\rho = 1,42$  g/ml.

#### 5.2.3.1.3 Durchführung

##### 5.2.3.1.3.1 Prüfmenge

In ein Becherglas 20 g ( $m_2$ ) der Laborprobe auf 0,001 g einwiegen.

##### 5.2.3.1.3.2 Prüflösung

Die Prüfmenge bis zum Erhalt eines feuchten Rückstands eindampfen, mit 1 ml Salpetersäure (5.2.3.1.2.1) versetzen und mit wenigen Millilitern Wasser verdünnen und die gesamte Lösung in einen 100-ml-Messkolben überführen und mit Wasser auf das Maßvolumen auffüllen und durchmischen.

Das Eindampfen muss vorsichtig und darf nicht bis zur Trockne erfolgen, damit mögliche Arsen- und Selenverluste vermieden werden.

#### 5.2.3.1.3.3 Bestimmung

Den Gehalt an Elementen in der Prüflösung (5.2.3.1.3.2) nach folgenden Verfahren bestimmen:

- Cd, Ni und Pb: nach ISO 8288:1986, Verfahren A;
- Cr: nach EN 1233;
- As, Se und Sb: nach dem in Anhang C angegebenen Verfahren.

Diese Verfahren liefern ein Zwischenergebnis ( $y$ ) in Milligramm je Liter, das zum Erhalt der Endkonzentration nach der Gleichung in 5.2.3.1.3.4 umgerechnet werden muss.

#### 5.2.3.1.3.4 Angabe der Ergebnisse

Aus den bestimmten Zwischenergebnissen ( $y$ ) (siehe 5.2.3.1.3.3) wird der Gehalt  $C_4$  jedes Elements in der Laborprobe, angegeben in Milligramm je Kilogramm Aktivchlor, nach Gleichung (9) erhalten:

$$C_4 = y \times \frac{V_3}{m_2} \times \frac{100}{C_1} \quad (9)$$

Dabei ist

- $y$  das Zwischenergebnis (5.2.3.1.3.3);
- $V_3$  das Volumen (hier  $V_3 = 100$  ml) der Prüflösung (5.2.3.1.3.2), angegeben in Milliliter;
- $m_2$  die Masse der Prüfmenge, angegeben in Gramm;
- $C_1$  der Gehalt an Aktivchlor ( $\text{Cl}_2$ ) (5.2.1.6), als Massenanteil in %.

### 5.2.3.2 Bestimmung des Quecksilbergehalts (Hg)

#### 5.2.3.2.1 Kurzbeschreibung

Das Element Quecksilber wird durch flammenlose Atomabsorptionsspektrometrie nach EN 1483 bestimmt.

#### 5.2.3.2.2 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen in anerkannter Analysenqualität vorliegen und das verwendete Wasser muss der Qualität 3 nach EN ISO 3696 entsprechen.

**5.2.3.2.2.1 Salpetersäure**, Massenanteil 65 %.

**5.2.3.2.2.2 Schwefelsäure**, Massenanteil 30 %.

**5.2.3.2.2.3 Hydroxylammoniumchloridlösung**, ( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ), Massenanteil 10 %.

**5.2.3.2.2.4 Zinn(II)chloridlösung**, Massenanteil 10 %.

### 5.2.3.2.3 Durchführung

#### 5.2.3.2.3.1 Prüfmenge

Mit einer Pipette 10,0 g ( $m_3$ ) der Laborprobe unter Vermeidung von Spritzverlusten zu 70 ml Wasser geben.

#### 5.2.3.2.3.2 Prüflösung

Die Prüfmenge vollständig in eine Gaswaschflasche mit einem Nennvolumen von 250 ml überführen, deren Gaseinlass mit einer (porösen) Sinterglasfritte versehen ist. Den Gaswaschflascheninhalt mit Wasser auf ein Gesamtvolumen von 100 ml verdünnen. Diese Lösung in einen Messkolben überführen (Lösung A).

Genau 5 ml Natriumhypochlorit (Lösung A) mittels Pipette entnehmen und in einer 250-ml-Gaswaschflasche mit Gradierung verdünnen. Unter vorsichtigem Schütteln nacheinander 30 ml Hydroxylammoniumchloridlösung (5.2.3.2.2.3), 5 ml Salpetersäure (5.2.3.2.2.1) und 2 ml Zinn(II)chloridlösung (5.2.3.2.2.4) hinzufügen. Die Gaswaschflasche sofort mit dem mit einer (porösen) Sinterglasflasche versehenen Gaseinlass verschließen.

#### 5.2.3.2.3.3 Bestimmung

Weiter verfahren, wie in EN 1483 beschrieben.

#### 5.2.3.2.3.4 Angabe der Ergebnisse

Das Zwischenergebnis für den Quecksilbergehalt ( $y$ ), angegeben in Milligramm je Liter, wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$y = y_A \times \frac{V_T}{10} \quad (10)$$

Dabei ist

$y_A$  das für die Quecksilberkonzentration in Lösung A erhaltene Ergebnis, in Milligramm je Liter;

$V_T$  das Volumen der Prüflösung, in Milliliter.

Der Gehalt  $C_5$  an Quecksilber, angegeben in Milligramm je Kilogramm Aktivchlor, wird nach Gleichung (11) berechnet:

$$C_5 = y \times \frac{10}{m_3} \times \frac{100}{C_1} \quad (11)$$

Dabei ist

$m_3$  die Masse der Prüfmenge, in Gramm;

$C_1$  der Gehalt an Aktivchlor (5.2.1.6), als Massenanteil in %.

## 6 Kennzeichnung — Transport — Lagerung

### 6.1 Lieferformen

Natriumhypochlorit muss folgendermaßen geliefert werden:

- in Behältern aus Polyethylen (PE) oder Polyvinylchlorid (PVC) mit äußerer Glasfaserverstärkung (GFK);
- in Kesselwagen mit Stahltank, der mit Gummi oder geeignetem Kunststoff ausgekleidet ist.



Die Behälter müssen so verschlossen sein, dass sich innen kein Überdruck aufbauen kann und dass kein Entweichen der Flüssigkeit möglich ist. Der Verschluss muss vor unbeabsichtigtem Öffnen geschützt sein.

Damit die Reinheit des Produktes nicht beeinträchtigt wird, dürfen die Gebinde zuvor für kein anderes Produkt verwendet oder sie müssen vor Gebrauch besonders gereinigt und vorbereitet worden sein.

## 6.2 Gefahren- und Sicherheitskennzeichnung nach EG-Richtlinien<sup>4)</sup>

Für die Kennzeichnung von Natriumhypochlorit gelten zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Europäischen Norm die folgenden Anforderungen:

Tabelle 4

Massenanteil an Aktivchlor %	Gefahrensymbol und -bezeichnung	Bezeichnungen der besonderen Gefahren	Sicherheitsratschläge
> 25	C: Ätzend N: Umweltgefährlich	R 31-34-50	S 1/2-28.1-45-50.1-61
10 bis 25	C: Ätzend	R 31-34	S 1/2-28.1-45-50.1-61
5 bis 10	Xi: Reizend	R 31-36/38	S 1/2-28.1-45-50.1-61

**Legende**

R 31: Entwickelt bei Berührung mit Säure giftige Gase.  
R 34: Verursacht Verätzungen.  
R 36/38: Reizt die Augen und die Haut.  
R 50: Sehr giftig für Wasserorganismen.  
S 1/2: Unter Verschluss und für Kinder unzugänglich aufbewahren.  
S 28.1: Bei Berührung mit der Haut sofort mit viel Wasser abwaschen.  
S 45: Bei Unfall oder Unwohlsein sofort Arzt hinzuziehen (wenn möglich, dieses Etikett vorzeigen).  
S 50.1: Nicht mischen mit Säuren.  
S 61: Freisetzung in die Umwelt vermeiden. Besondere Anweisungen einhalten/Sicherheitsdatenblatt zu Rate ziehen.

ANMERKUNG 1 Anhang 1 der Richtlinie 67/548/EWG zur Einstufung, Verpackung und Kennzeichnung gefährlicher Substanzen und deren Ergänzungen und Änderungen für die Europäische Union enthält eine Auflistung durch die EU eingestufte Substanzen. Substanzen, die nicht in Anhang 1 aufgeführt sind, sollten auf Basis ihrer spezifischen Eigenschaften der Richtlinie entsprechend von derjenigen Person eingestuft werden, die für den Vertrieb der Substanz verantwortlich ist.

ANMERKUNG 2 Die oben aufgeführten Angaben zur Kennzeichnung sind der 29. ATP (technischen Anpassung, engl. adaptation to technical progress) der entsprechenden EG-Richtlinie<sup>4)</sup> entnommen.

4) Siehe [2].

### **6.3 Transportvorschriften und -kennzeichnung**

Natriumhypochlorit wird unter der UN-Nummer 1791<sup>5)</sup> geführt.

RID<sup>6)</sup>, ADR<sup>7)</sup>: Klasse 8, Klassifizierungscode C9, Verpackungsgruppe II oder Verpackungsgruppe III.

IMDG<sup>8)</sup>: Klasse 8.

IATA<sup>9)</sup>: Klasse 8.

### **6.4 Produktkennzeichnung**

Die Produktkennzeichnung muss Folgendes enthalten:

- Bezeichnung „Natriumhypochlorit“, Handelsname, Qualität und Typ;
- Nettomasse;
- Name und Adresse des Lieferanten und/oder Herstellers;
- Angabe „Dieses Produkt entspricht EN 901“.

### **6.5 Lagerung**

#### **6.5.1 Allgemeines**

Natriumhypochlorit muss gegen Licht, insbesondere gegen direkte Sonneneinstrahlung geschützt werden. Es muss in Behältern aus Metall mit Innenauskleidung oder aus geeigneten Kunststoffen kühl gelagert werden. Um Metallbehälter vor Korrosion zu schützen, müssen sie entweder gummiert oder kunststoffbeschichtet sein.

ANMERKUNG Ein Druckaufbau in den Behältern sollte durch eine geeignete Druckentlastungseinrichtung verhindert werden.

#### **6.5.2 Langzeitstabilität**

Die Stabilität wird durch Wärme, Licht, pH-Wert und die Gegenwart von Schwermetallionen stark beeinflusst. Die Lösung zersetzt sich allmählich unter Verminderung der Aktivchlorkonzentration und der Freisetzung von Sauerstoffgas. Dabei erhöht sich die Chloratkonzentration.

#### **6.5.3 Unzulässige Lagerungsbedingungen**

In Gegenwart von Säuren oder sauren Salzen: Bildung von Chlorgas.

In Gegenwart hoher Konzentrationen von Ammoniak, Ammoniumsalzen und deren Derivaten sowie Isocyanurat-Derivaten: heftige Reaktion unter Bildung von hochexplosivem Stickstofftrichlorid.

---

5) United Nations Number.

6) Ordnung für die internationale Eisenbahnbeförderung gefährlicher Güter.

7) Europäisches Übereinkommen über die internationale Beförderung gefährlicher Güter auf der Straße.

8) Internationaler Code für die Beförderung von gefährlichen Gütern mit Seeschiffen.

9) Internationaler Lufttransportverband.

## Anhang A (informativ)

### Allgemeine Angaben zu Natriumhypochlorit

#### A.1 Herkunft

##### A.1.1 Rohstoffe

Natriumhypochlorit wird aus Chlor ( $\text{Cl}_2$ ) und Natriumhydroxid ( $\text{NaOH}$ ) hergestellt.

##### A.1.2 Herstellungsverfahren

Natriumhypochlorit wird durch Reaktion von Chlorgas mit einer Natriumhydroxidlösung hergestellt.

#### A.2 Anwendung

##### A.2.1 Funktion

Natriumhypochlorit dient in der Wasseraufbereitung zur Entfernung von Ammoniumverbindungen, zur Oxidation von Sulfiden, zur Oxidation von Eisen(II) zu Eisen(III) und als Desinfektionsmittel.

##### A.2.2 Anwendungsform des Produktes

Es wird in Lieferform oder, in Abhängigkeit von der benötigten Dosis, erforderlichenfalls verdünnt eingesetzt.

##### A.2.3 Dosiermenge

Die Dosiermenge hängt von der Beschaffenheit des Rohwassers ab. Es sollte darauf geachtet werden, die maximale Aktivchlorkonzentration in der Wasserversorgung, üblicherweise einige Zehntel von 1 mg/l, nicht zu überschreiten.

##### A.2.4 Dosiermittel

Natriumhypochlorit wird mit einer Dosierpumpe, einem Spezialinjektor oder einem Tropfdosiergerät zugegeben.

##### A.2.5 Nebeneffekte

Zu den Nebeneffekten gehören:

- leichter Anstieg des pH-Wertes;
- geringfügige Erhöhung des Chloridgehalts;
- Oxidation organischer Verbindungen, die Bildung von halogenierten organischen Substanzen, insbesondere von Trihalogenmethanen, ist möglich;
- örtliche Niederschlagsbildung von Carbonat an der Einspritzstelle.

##### A.2.6 Entfernen des überschüssigem Produktes

Das praktischste Verfahren ist die Anwendung von Reduktionsmitteln wie Schwefeldioxidgas oder einer wässrigen Lösung einer Sulfitverbindung. Alternative Verfahren beruhen auf dem Einsatz von Aktivkohle oder Wasserstoffperoxid.

## **Anhang B** (normativ)

### **Allgemeine Sicherheitsregeln**

#### **B.1 Regeln für die sichere Handhabung und Verwendung**

Der Lieferant muss die geltenden Sicherheitsinformationen zur Verfügung stellen.

#### **B.2 Verhalten im Notfall**

##### **B.2.1 Erste Hilfe**

Bei Berührung mit der Haut mit reichlich Wasser spülen und die verunreinigte Kleidung ablegen.

Bei Berührung mit den Augen unverzüglich mindestens 15 min mit reichlich Wasser spülen und einen Arzt konsultieren.

##### **B.2.2 Unbeabsichtigte Freisetzung**

Nicht in das Abwassersystem entsorgen. Austretende Flüssigkeit in Kunststoffbehältern sammeln. Verschüttete Flüssigkeit mit absorbierendem Material (Kieselguhr, Universalbinder usw. – keine Sägespäne verwenden!) aufnehmen. Verunreinigte Rückstände in Kunststoffbehältern sammeln. Verunreinigtes Werkzeug durch Spülen mit viel Wasser reinigen.

Mit Wasser verdünnen und die Lösung entweder mit Natriumsulfit, Natriumhydrogensulfit, Wasserstoffperoxid oder Natriumthiosulfat reduzieren.

Die Entsorgung muss nach den örtlichen Bestimmungen durchgeführt werden.

##### **B.2.3 Brandbekämpfung**

Das Produkt ist nicht brennbar, birgt jedoch eine zusätzliche Gefährdung bei Feuer.

Feuergefährdete Behälter mit Wasser kühlen.

Zum Löschen von Bränden geeignete Löschmittel verwenden.

## Anhang C (normativ)

### Bestimmung von Arsen, Antimon und Selen (Atomabsorptionsspektrometrie, Hydridtechnik)

#### C.1 Kurzbeschreibung

**SICHERHEITSVORKEHRUNGEN — Arsen, Antimon, Selen und deren Hydride sind giftig. Die Handhabung muss mit Vorsicht erfolgen.**

Arsenige Säure, antimonige und selenige Säure, d. h. die Oxidationszustände As(III), Sb(III) und Se(IV) des Arsens, Antimons und Selens, werden durch Natriumborhydrid-Reagenz in saurer Lösung sofort in ihre flüchtigen Hydride überführt. Die Hydride werden durch Argon oder Stickstoff kontinuierlich in einen geeigneten Atomisator eines Atomabsorptionsspektrometers gespült und dort als Atome in die Gasphase überführt. Durch die rasche Erzeugung der Elementhydride in einer geeigneten Reaktionszelle begrenzt das Reduktionsmittel Natriumborhydrid die Verdünnung der Hydride durch das Trägergas auf ein Mindestmaß und erlaubt schnelle, empfindliche Bestimmungen des Arsens, Antimons und Selens.

Die Probe wird aufgeschlossen, um partikuläres As, Sb und Se löslich zu machen. Die aufgeschlossenen Lösungen werden für die Bestimmung des As, Sb und Se getrennt behandelt, um die Oxidationszahl (III) für As und Sb bzw. (IV) für Se zu erhalten.

#### C.2 Störungen

Die Störungen sind auf ein Mindestmaß begrenzt, da die Hydride des As, Sb und Se aus der Lösung entfernt werden, die die meisten potenziellen Störsubstanzen enthält. Bei Änderung der Säurematrizes treten geringe Ansprechschwankungen auf. Diese Schwankungen sind durch gleiches Behandeln der Standardlösungen und Proben zu kontrollieren. Geringe Konzentrationen der Edelmetalle (etwa 100 µg/l Ag, Au, Pt, Pd usw.) und größere Konzentrationen von Cu, Ni und Pb als 1 mg/l sowie Konzentrationen hydridbildender Elemente (Bi, Sn und Te) zwischen 0,1 mg/l und 1 mg/l können das Ansprechen der Hydride des As, Sb und Se auf Grund der Bildung von As-Sb- oder -Se-Mischmetallverbindungen unterdrücken. Die Gegenwart von As, Sb und Se in Matrizes eines anderen dieser drei Elemente kann eine ähnliche Unterdrückung hervorrufen. Aus dem HNO<sub>3</sub>-Aufschluss stammende reduzierte Stickoxide und Nitrit können auch das instrumentelle Ansprechen für alle Elemente unterdrücken. Hohe Iodidkonzentrationen stören die Se-Bestimmung durch Reduktion des Se zu elementarem Selen. Glasgeräte, die für die Reduktion von As(V) mit Iodid benutzt worden sind, dürfen nicht für die Se-Bestimmung verwendet werden.

#### C.3 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen in anerkannter Analysenqualität vorliegen und das verwendete Wasser muss der Qualität 3 nach EN ISO 3696 entsprechen.

##### C.3.1 Natriumtetrahydroborat (Natriumborhydrid).

8 g NaBH<sub>4</sub> in 200 ml NaOH,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , lösen. Die Lösung täglich frisch herstellen.

##### C.3.2 Natriumiodid, Vorreduktionslösung.

50 g NaI in 500 ml Wasser lösen. Die Lösung täglich frisch herstellen.

##### C.3.3 Schwefelsäure, Lösung, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 9 \text{ mol/l}$ .

**C.3.4 Schwefelsäure**, Lösung,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,25 \text{ mol/l}$ .

35 ml Schwefelsäure, Dichte ( $\rho$ ) 1,84 g/ml, vorsichtig zu etwa 400 ml Wasser geben und die Lösung nach dem Abkühlen auf 500 ml auffüllen.

**C.3.5 Salpetersäure**, Dichte ( $\rho$ ) = 1,42 g/ml.

**C.3.6 Perchlorsäure**, Dichte ( $\rho$ ) = 1,66 g/ml.

**C.3.7 Salzsäure**, Dichte ( $\rho$ ) = 1,16 g/ml.

**C.3.8 Argon (oder Stickstoff)**, handelsübliche Reinheit.

**C.3.9 Wasserstoff**, handelsübliche Reinheit.

**C.3.10 Arsen(III)-Lösungen:**

- As(III)-Stammlösung: 1,320 g Arsentrioxid,  $\text{As}_2\text{O}_3$ , in Wasser lösen, das 4 g NaOH enthält. Die Lösung vollständig in einen 1 000-ml-Messkolben mit einer Marke überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und durchmischen; 1,00 ml enthält 1,00 mg As(III);
- As(III)-Zwischenlösung: In einem 1 000-ml-Messkolben 10 ml der As(III)-Stammlösung mit Wasser, das 5 ml Salzsäure (C.3.7) enthält, bis zur Marke verdünnen und durchmischen; 1,00 ml enthält 10,0  $\mu\text{g}$  As(III);
- As(III)-Standardlösung: In einem 1 000-ml-Messkolben 10 ml der As(III)-Zwischenlösung mit Wasser, das die gleiche Säurekonzentration wie zur Probenstabilisierung enthält (2 ml bis 5 ml Salpetersäure (C.3.5)), bis zur Marke verdünnen und durchmischen; 1,00 ml enthält 0,100  $\mu\text{g}$  As(III). Die verdünnten Lösungen täglich frisch herstellen.

**C.3.11 Arsen(V)-Lösungen:**

- As(V)-Stammlösung: 1,543 g Arsenpentoxid,  $\text{As}_2\text{O}_5$ , in Wasser lösen, das 4 g NaOH enthält. Die Lösung vollständig in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und durchmischen; 1,00 ml enthält 1,00 mg As(V);
- As(V)-Zwischenlösung: Herstellung wie oben stehend bei As(III); 1,00 ml enthält 10,0  $\mu\text{g}$  As(V);
- As(V)-Standardlösung: Herstellung wie oben stehend bei As(III); 1,00 ml enthält 0,100  $\mu\text{g}$  As(V).

**C.3.12 Selen(IV)-Lösungen:**

- Se(IV)-Stammlösung: 2,190 g Natriumselenit,  $\text{Na}_2\text{SeO}_3$ , in Wasser lösen, das 10 ml Salzsäure (C.3.7) enthält, die Lösung vollständig in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und durchmischen; 1,00 ml enthält 1,00 mg Se(IV);
- Se(IV)-Zwischenlösung: In einem 1 000-ml-Messkolben 10 ml der Se(IV)-Stammlösung mit Wasser, das 10 ml Salzsäure (C.3.7) enthält, bis zur Marke verdünnen und durchmischen; 1,00 ml enthält 10,0  $\mu\text{g}$  Se(IV);
- Se(IV)-Standardlösung: In einem 1 000-ml-Messkolben 10 ml der Se(IV)-Zwischenlösung mit Wasser, das die gleiche Säurekonzentration wie zur Probenstabilisierung enthält (2 ml bis 5 ml Salpetersäure (C.3.5)), bis zur Marke verdünnen und durchmischen; Die Lösung jeden Tag frisch ansetzen, wenn das Äquivalent der Instrumentenanzeige für Se(IV) und Se(VI) überprüft wird; 1,00 ml enthält 0,100  $\mu\text{g}$  Se(IV).

**C.3.13 Selen(VI)-Lösungen:**

- Se(VI)-Stammlösung: 2,393 g Natriumselenat,  $\text{Na}_2\text{SeO}_4$ , in Wasser lösen, das 10 ml Salpetersäure (C.3.5) enthält. Dann die Lösung vollständig in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und durchmischen; 1,00 ml enthält 1,00 mg Se(VI);
- Se(VI)-Zwischenlösung: Herstellung wie oben stehend bei Se(IV); 1,00 ml enthält 10,0 µg Se(VI);
- Se(VI)-Standardlösung: Herstellung wie oben stehend bei Se(IV); 1,00 ml enthält 0,100 µg Se(VI);

**C.3.14 Antimonlösungen:**

- Sb-Stammlösung: 2 g Kaliumantimonyltartrat, Hemihydrat (Antimonykaliumtartrat) ( $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_7\text{SbK} \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ ) 1 h bei 100 °C trocknen. Davon 1,669 g in Wasser lösen und die Lösung vollständig in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und durchmischen; 1,00 ml enthält 1,00 mg Sb;
- Sb-Zwischenlösung: In einem 1 000-ml-Messkolben 10 ml der Sb-Stammlösung mit Wasser, das 10 ml Salzsäure (C.3.7) enthält, bis zur Marke auffüllen und durchmischen; 1,00 ml enthält 10,0 µg Sb;
- Sb-Standardlösung: In einem 1 000-ml-Messkolben 10 ml der Sb-Zwischenlösung mit Wasser, das die gleiche Säurekonzentration wie zur Probenstabilisierung enthält (2 ml bis 5 ml Salpetersäure (C.3.5)), bis zur Marke verdünnen und durchmischen; 1,00 ml enthält 0,100 µg Sb. Die Lösung täglich frisch herstellen.

**C.4 Geräte**

Übliche Labor- und Glasgeräte sowie Folgendes:

**C.4.1 Atomabsorptionsspektrometer**, ausgestattet mit Gasdurchflusszählern für Argon (oder Stickstoff) und Wasserstoff, elektrodenlosen As-, Sb- und Se-Entladungslampen, einer Korrektur des Hintergrundrauschens bei den Messwellenlängen und einem geeigneten Bandschreiber.

ANMERKUNG Für die Anwendung mit Natriumborhydrid-Reagenz sind im Handel besondere Atomisatoren und Hydrid-Reaktionszellen für die Atomabsorptionsspektrometrie erhältlich.

**C.4.2 Atomisator.**

Es ist einer der Folgenden zu verwenden:

- Brennerkopf vom Boling-Typ<sup>10)</sup> für mit Argon (oder Stickstoff) und Luft mitgeführter Wasserstoffflamme;
- zylindrische Quarzzelle, Länge 10 cm bis 20 cm, durch einen äußeren Ni-Cr-Heizdraht auf 800 °C bis 900 °C elektrisch erhitzt;
- zylindrische Quarzzelle mit einer internen brennstoffreichen Wasserstoff-Sauerstoff-(Luft-)Flamme.

Die Empfindlichkeit (Transparenz) der Quarzzellen verschlechtert sich über mehrere Monate der Benutzung. Die Empfindlichkeit kann durch Behandlung mit 40%iger Flußsäure (HF) wieder hergestellt werden.

**SICHERHEITSVORKEHRUNGEN** — HF ist mit großer Vorsicht handzuhaben, da es eine giftige und ätzende Substanz ist, und ein längerer Kontakt zwischen Quarz und HF ist zu vermeiden.

---

10) Boling ist der Name des Erfinders dieses Brennertyps zur schnellen Verbrennung von Hydriden.

**C.4.3 Reaktionszelle zur Erzeugung der As-, Sb- und Se-Hydride**

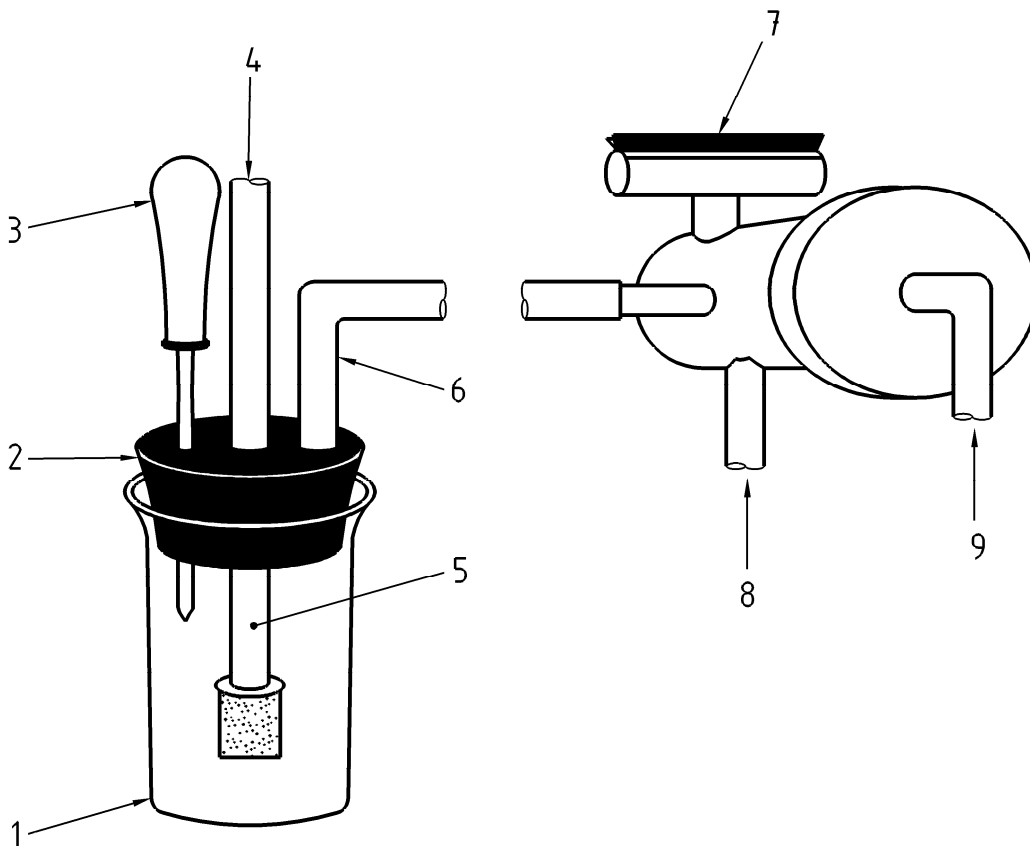
Ein Beispiel einer Reaktionszelle zeigt Bild C.1.

ANMERKUNG Ein handelsübliches System ist zulässig, wenn dieses flüssige Natriumborhydrid-Reagenzien verwendet, wenn es für die nach C.5.3 aufgeschlossenen Proben und 4 mol/l bis 6 mol/l (HCl) geeignet ist und wenn es wirksam und präzise durch das Spülgas und/oder einen Magnetrührer durchmischt wird.

Unabhängig vom ausgewählten Hydridreaktionszellen-Atomisator-System muss dieses folgende Bedingungen der Qualitätskontrolle erfüllen:

- a) es muss eine genaue und reproduzierbare Kalibrierkurve zwischen 0 µg/l und 20 µg/l As, Sb oder Se liefern und die Nachweisgrenze muss zwischen 0,1 µg/l und 0,5 µg/l As, Sb oder Se betragen;
- b) bei der Durchführung müssen die Oxidationsstufenpaare [As(III)-As(V) oder Se(IV)-Se(VI)] über den gesamten Ablauf das gleiche Ansprechverhalten des Messinstruments hervorrufen;
- c) der Probenaufschlusses muss eine Wiederfindungsrate von 90 % des eingesetzten As(III), As(V), Se(IV), Se(VI) bzw. Sb oder größer ergeben.

**C.4.4 Tropfenzähler und Spritze**, mit denen 0,5 ml bis 3,0 ml Natriumborhydrid-Reagenz dosiert werden können. Die genaue und reproduzierbare Zugabe ist erforderlich, damit die Erzeugung des Wasserstoffgases während der Bestimmungen nicht wesentlich schwankt.



**Legende**

- |   |                           |   |             |
|---|---------------------------|---|-------------|
| 1 | 250-ml-Becherglas         | 6 | Auslassrohr |
| 2 | Gummistopfen              | 7 | Brenner     |
| 3 | Tropfenzähler             | 8 | Wasserstoff |
| 4 | Spülstickstoff            | 9 | Stickstoff  |
| 5 | Begasungs(filter)röhrchen |   |             |

**Bild C.1 — Reaktionszelle zur Erzeugung der As-, Sb- und Se-Hydride**



## C.5 Durchführung

### C.5.1 Vorbereitung der Geräte

Den Einlass der Reaktionszelle an die mit Durchflusszähler versehene Spülgasversorgung anschließen. Wenn zwischen der Reaktionszelle und dem Atomisator eine Trocknungszelle erforderlich ist, darf lediglich wasserfreies  $\text{CaCl}_2$  und kein  $\text{CaSO}_4$  verwendet werden, da Letzteres  $\text{SeH}_2$  zurückhalten kann. Vor der Benutzung des Hydrierzeugungs-Analysen-Systems die Betriebsparameter optimieren. Zum einfacheren Einstellen des Atomisators wässrige As-, Sb- und Se-Lösungen direkt in die Flamme ansaugen. Die Quarzatomisatoren so ausrichten, dass die höchstmögliche Extinktion erreicht wird. Den Durchfluss des Spülgases, die Konzentration und Zuflussgeschwindigkeit des Natriumborhydrid-Reagenzes, das Volumen der Lösung und die Rührfrequenz so einstellen, dass das bestmögliche instrumentelle Ansprechen auf die zu analysierende chemische Substanz erreicht wird. Bei Verwendung eines Quarzzerstäubers die Zelltemperatur optimieren. Wenn das Natriumborhydrid-Reagenz zu rasch zugegeben wird, bringt die schnelle Wasserstoffentwicklung das System aus dem Gleichgewicht. Ist das Volumen der eingespülten Lösung zu groß, wird ein verringertes Absorptionssignal erhalten. Die empfohlenen Wellenlängen für As, Sb und Se sind 193,7 nm, 196,0 nm und 217,6 nm.

### C.5.2 Herstellung der Kalibrierlösungen

Jeweils 0,00 ml, 1,00 ml, 2,00 ml, 5,00 ml, 10,00 ml, 15,00 ml und 20,00 ml der Standardlösungen des As(III), Se(IV) bzw. Sb in 100-ml-Messkolben geben und auf das Volumen mit Wasser, das die gleiche Säurekonzentration wie zur Probestabilisierung aufweist (üblicherweise 2 ml bis 5 ml Salpetersäure (C.3.5.)), auffüllen. Dies ergibt Kalibrierlösungen mit As-, Se- bzw. Sb-Konzentrationen von 0 µg/l, 1 µg/l, 2 µg/l, 5 µg/l, 10 µg/l, 15 µg/l und 20 µg/l. Die Lösungen täglich frisch ansetzen.

### C.5.3 Herstellung der Prüflösungen und Standardlösungen

In ein 250-ml-Becherglas 50 ml der Probe bzw. der Standardlösung des As(III), Se(VI) oder Sb geben. Alternativ Standardlösungen durch direkte Zugabe aliquoter Mengen von Lösungen, die 5 µg As, Se oder Sb enthalten, in Bechergläser und Verdünnen auf 50 ml herstellen, wodurch Lösungen mit einer Konzentration von jeweils 100 µg/l erhalten werden. 7 ml Schwefelsäure,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 9 \text{ mol/l}$  (C.3.3) und 5 ml Salpetersäure (C.3.5) zugeben. Erforderlichenfalls einen kleinen Siedestein bzw. Glasperlen zugeben. Die Lösung bis zu  $\text{SO}_3$ -Entwicklung eindampfen. Die oxidierenden Bedingungen über die gesamte Zeit durch Zugabe geringer Mengen Salpetersäure aufrechterhalten, um das Schwärzen der Lösung zu verhindern.

Den Überschuss an Salpetersäure bis zur vollständigen Zersetzung der organischen Substanz aufrechterhalten. Der vollständige Aufschluss wird üblicherweise durch eine hell gefärbte Lösung angezeigt. Nach leichtem Abkühlen 25 ml Wasser und 1 ml Perchlorsäure (C.3.6) zugeben und die Lösung zum Austreiben der Stickoxide erneut bis zur  $\text{SO}_3$ -Entwicklung eindampfen.

Die Wirksamkeit des angewendeten Aufschlussverfahrens ist durch Zugabe von jeweils 5 ml einer Arsen-Standardlösung, 5 ml einer Selen-Standardlösung bzw. 5 ml einer Antimon-Standardlösung zu 50 ml der Probe und Messen der Wiederfindungsraten zu kontrollieren. Die mittleren Wiederfindungsraten müssen größer als 90 % sein. Alternativ sind für den Aufschluss des gesamten wiederfindbaren Arsens, Selens oder Antimons 100-ml-Kjeldahlkolben zu verwenden, wodurch die Aufschlusswirksamkeit verbessert wird. Nach dem abschließenden Abdampfen der  $\text{SO}_3$ -Dämpfe ist für die Arsenbestimmungen auf 50 ml und für die Selen- und Antimonbestimmungen auf 30 ml zu verdünnen.

### C.5.4 Bestimmung des Arsens mit Natriumborhydrid

Zu 50 ml der in einem 250-ml-Becherglas (siehe Bild C.1) befindlichen aufgeschlossenen Standard- oder Prüflösung 5 ml Salzsäure (C.3.7) geben und mischen. 5 ml Natriumiodidvorreduktionslösung (C.3.2) zugeben, durchmischen und 30 min warten.

ANMERKUNG Für bestimmte Modelle von Hydridreaktionszellen erwies sich die Zugabe von Natriumiodid als nicht notwendig, wenn ein Geräteempfindlichkeitsverlust von 20 % bis 30 % unbedeutend ist und die Parameter der sauren Bedingungen, der Temperatur und der Volumina der Lösung zur Erzeugung des As(V) und des Arsins genau kontrolliert werden können. Dies kann ein automatisches Zufuhrsystem erfordern.

Ein Becherglas zuerst mit dem Gummistopfen versehen, der das Begasungsröhrchen für das Spülgas, den Zulauf des Natriumborhydrid-Reagenzes und den Auslass zum Atomisator aufnimmt. Dann den Bandschreiber einschalten und solange warten, bis sich die auf dem Spülgas beruhende Grundlinie eingestellt hat und die gesamte Luft aus der Reaktionszelle verdrängt wurde. 0,5 ml Natriumborhydrid-Reagenz (C.3.1) zugeben. Nachdem die Extinktion des Instrumentes einen Höchstwert erreicht hat und wieder zur Grundlinie zurückgekehrt ist, das Becherglas entfernen, das Begasungsrohr mit Wasser spülen und mit der nächsten Prüf- oder Standardlösung fortfahren. Die As(III)- und As(V)-Standardkurven regelmäßig vergleichen, um die Stetigkeit des Ansprechens zu überprüfen. Durch Behandeln einer aufgeschlossenen Probe mit 10 µg/l As(III) oder As(V) (je nach Probe) überprüfen, ob chemische Störsubstanzen vorhanden sind, die das Ansprechen des Messgerätes auf Arsin unterdrücken. Die mittleren Wiederfindungsraten dürfen nicht weniger als 90 % betragen.

ANMERKUNG Siehe auch Literaturhinweis [3].

### C.5.5 Bestimmung des Selens mit Natriumborhydrid

Zu 30 ml der in einem 250-ml-Becherglas befindlichen aufgeschlossenen Standard- oder Prüflösung bzw. zu 30 ml der nicht aufgeschlossenen Standardlösung oder der Probe 15 ml Salzsäure (C.3.7) geben und mischen. Die Lösung für eine vorbestimmte Dauer auf eine Temperatur zwischen 90 °C und 100 °C erhitzen. Alternativ dazu die Lösungen in verschlossenen Behältern in einem Autoklaven 60 min bei 121 °C behandeln oder in offenen Reagenzglaschen für eine vorbestimmte Dauer mit einem Warmwasserbad oder Aluminiumheizblock auf 90 °C bis 100 °C erhitzen. Die Wirksamkeit der ausgewählten Heizmethode durch gleiches Ansprechverhalten des Instrumentes bei den entweder mit Se(IV)- oder Se(VI)-Standardlösungen erstellten Kalibrierkurven nachweisen. Bei Verwendung offener Becher- oder Reagenzgläser beträgt die wirksame Heizdauer zum Überführen des Se(VI) in Se(IV) ohne Se(IV)-Verluste zwischen 5 min und 60 min. Die für diese Überprüfung der Gleichwertigkeit verwendeten Se(IV)- oder Se(VI)-Standardlösungen nicht aufschließen. Nach der Vorreduktion des Se(VI) und Se(IV) die Bechergläser einzeln an den Spülapparat anschließen. Bei jedem Becherglas den Bandschreiber einschalten und das Einstellen der Grundlinie abwarten. 0,50 ml Natriumborhydrid-Reagenz (C.3.1) zugeben. Nachdem die Extinktion des Instrumentes einen Höchstwert erreicht hat und wieder zur Grundlinie zurückgekehrt ist, das Becherglas entfernen, das Begasungsrohr mit Wasser spülen und mit der nächsten Prüf- oder Standardlösung fortfahren. Durch Behandeln einer aufgeschlossenen Probe mit 10 µg/l Se(IV) überprüfen, ob chemische Störsubstanzen vorhanden sind, die das Ansprechen des Messgerätes auf Selenhydrid unterdrücken. Die mittleren Wiederfindungsraten dürfen nicht weniger als 90 % betragen.

ANMERKUNG Siehe auch Literaturhinweis [4].

### C.5.6 Bestimmung des Antimons mit Natriumborhydrid

Zu 30 ml der in einem 250-ml-Becherglas befindlichen aufgeschlossenen Standard- oder Prüflösung bzw. zu 30 ml der nicht aufgeschlossenen Standardlösung oder der Prüflösung 15 ml Salzsäure (C.3.7) geben und mischen. Die Lösung für eine vorbestimmte Dauer (zwischen 5 min und 60 min) auf eine Temperatur zwischen 90 °C und 100 °C erhitzen. Nach der Vorreduktion des Sb die Bechergläser einzeln an den Spülapparat anschließen. Bei jedem Becherglas den Bandschreiber einschalten und das Einstellen der Grundlinie abwarten. 0,50 ml Natriumborhydrid-Reagenz (C.3.1) zugeben. Nachdem die Extinktion des Instrumentes einen Höchstwert erreicht hat und wieder zur Grundlinie zurückgekehrt ist, das Becherglas entfernen, das Begasungsrohr mit Wasser spülen und mit der nächsten Prüf- oder Standardlösung fortfahren. Durch Behandeln einer aufgeschlossenen Probe mit 10 µg/l Sb überprüfen, ob chemische Störsubstanzen vorhanden sind, die das Ansprechen des Messgerätes auf Antimonhydrid unterdrücken. Die mittleren Wiederfindungsraten dürfen nicht weniger als 90 % betragen.

## C.6 Berechnung

Die Kalibrierkurve durch Auftragen der Peakhöhen der Standardlösungen gegen die jeweilige Konzentration erstellen. Die Peakhöhen der Proben messen und die Konzentrationen aus der Kalibrierkurve ablesen. Wenn die Probe vor dem Probenaufschluss verdünnt (oder aufkonzentriert) wurde, den entsprechenden Faktor berücksichtigen.

Die Absolutdifferenz zwischen zwei Einzelergebnissen, die unter Wiederholbedingungen erhalten wurden, darf nicht größer als die Wiederholgrenze  $r$  sein, die folgendermaßen berechnet wird:

$$r = 0,001 z \quad (\text{C.1})$$

Dabei ist

$z$  der Mittelwert der beiden Ergebnisse, angegeben als Massenanteil in %.

**ANMERKUNG** Wiederholbedingungen sind Bedingungen, unter denen innerhalb kurzer Zeitspannen nach demselben Verfahren an identischem Prüfmaterial im selben Laboratorium vom selben Prüfer mit derselben Ausrüstung voneinander unabhängige Prüfergebnisse erhalten werden.

## Anhang D (normativ)

### Bestimmung des Bromationengehalts in Natriumhypochlorit durch Ionenchromatographie und UV-Detektion

#### D.1 Allgemeines

Dieser Anhang legt ein Verfahren zur Bestimmung des in Natriumhypochlorit gelösten Bromats ( $\text{BrO}_3^-$ ) im Messbereich von 2 mg/l bis 1 000 mg/l fest.

Dieses Verfahren erfordert keine Vorbehandlung der Probe.

Die Verdünnungsrate der Probe vermeidet sowohl alle Sättigungsprobleme hinsichtlich der Säulenionenkapazität als auch eine übermäßige Erschöpfung des Reduktionsvermögens des nach der Säule eingesetzten Reagenzes.

#### D.2 Störungen

Die Gegenwart von Chlorit mit der in Natriumhypochlorit auftretenden Konzentration stört die Bromatbestimmung nicht.

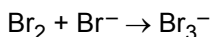
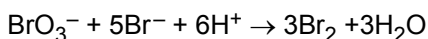
Keines der üblicherweise in Natriumhypochlorit zu findenden Anionen behindert die Bromatbestimmung.

#### D.3 Kurzbeschreibung

Eine Probe des Natriumhypochlorits wird auf ein 10 000stel der Ausgangskonzentration verdünnt.

Die Probe wird unter Verwendung einer Natriumcarbonatlösung durch eine Trennsäule eluiert.

Die eluierten Bromationen werden durch eine Nachsäulenreaktion mit Bromid und Nitrit unter sauren Bedingungen bei einer Temperatur von 60 °C in Tribromidionen ( $\text{Br}_3^-$ ) überführt.



Die Bestimmung des Tribromidions wird mit einer UV-spektrometrischen Detektion bei 267 nm durchgeführt.

Dieses Gerät wird einem klassischen Ionenchromatographiesystem in Reihe nachgeschaltet.

#### D.4 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen in anerkannter Analysenqualität vorliegen und das verwendete Wasser muss der Qualität 1 nach EN ISO 3696 entsprechen.

**D.4.1 Kaliumbromat**,  $\text{KBrO}_3$ .

**D.4.2 Schwefelsäure**,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 18 \text{ mol/l}$ .

**D.4.3 Natriumcarbonat**,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

**D.4.4 Natriumbromid**,  $\text{NaBr}$ .

**D.4.5 Natriumnitrit**,  $\text{NaNO}_2$ .

**D.4.6 Helium**, 99,999 %.

**D.4.7 Bromatstandard-Stammlösung**, 1 000 mg/l.

1,5 g Kaliumbromat 1 h bei 105 °C trocknen. In einem Exsikkator aufbewahren.

Vom getrockneten Kaliumbromat ( $1,3057 \pm 0,01$ ) g in einem 1 000-ml-Messkolben in 800 ml Wasser lösen und auf das Maßvolumen auffüllen.

Die Lösung in Polyethylen- oder Glasflaschen bei 2 °C bis 6 °C aufbewahren und alle 12 Monate frisch herstellen.

**D.4.8 Bromatstandardlösung**, 10 mg/l (Bromat).

In einen 100-ml-Messkolben 1,00 ml der Standard-Stammlösung (D.4.7) pipettieren.

Dann mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung in Polyethylen- oder Glasflaschen bei 2 °C bis 6 °C aufbewahren und alle 3 Monate frisch herstellen.

**D.4.9 Regenerationsmittellösung für den Suppressor**,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,025$  mol/l.

7,0 ml Schwefelsäure mit 5 l Wasser mischen.

**D.4.10 Schwefelsaure Nachreaktionslösung**,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,750$  mol/l.

In einem 5-l-Messkolben vorsichtig 210 ml Schwefelsäure mit Wasser mischen.

Anschließend mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

**D.4.11 Nitritlösung**, 10,0 g/l.

In einem 100-ml-Messkolben 1,5 g Natriumnitrit in 80 ml Wasser lösen und mit Wasser auf das Maßvolumen auffüllen.

Die Lösung am Tag der Verwendung herstellen.

**D.4.12 Nach(säulen)reaktionslösung**,  $c(\text{Br}^-) = 0,5$  mol/l,  $c(\text{NO}_2^-) = 0,00043$  mol/l.

In einem 2-l-Messkolben 102,9 g Natriumbromid mit 500 ml Wasser lösen.

In denselben Messkolben 4 ml der Nitritlösung pipettieren.

Nach dem Durchmischen mit Wasser auf das Maßvolumen auffüllen.

Die Lösung am Tag der Verwendung herstellen.

## EN 901:2007 (D)

### D.4.13 Carbonat-Eluentlösung, $c(\text{CO}_3^-) = 0,5 \text{ mol/l}$ .

In einem 1 000-ml-Messkolben 53,0 g wasserfreies Natriumcarbonat in 800 ml Wasser lösen und mit Wasser auf das Maßvolumen auffüllen.

Die Lösung in Polyethylen- oder Glasflaschen bei 2 °C bis 6 °C aufbewahren und alle 6 Monate frisch herstellen.

### D.4.14 Carbonat-Eluentlösung, $c(\text{CO}_3^-) = 0,009 \text{ mol/l}$ .

In einem 2 000-ml-Messkolben 36 ml der Natriumcarbonatlösung von 0,5 mol/l (D.4.13) pipettieren und mit Wasser auf das Maßvolumen auffüllen.

Die Lösung in Polyethylen- oder Glasflaschen bei 2 °C bis 6 °C aufbewahren und jede Woche frisch herstellen.

Den Eluent durch einen Sinterglasfilter (-fritte) mit einer Porengröße von 0,45 µm filtrieren.

Vor der Verwendung die Lösung 5 min mit Helium bei einer Durchflussmenge von 3 l/min begasen.

## D.5 Geräte

Übliche Labor- und Glasgeräte sowie Folgendes:

### D.5.1 Ionenchromatographie-System:

- Eluent-Vorratsbehälter;
- Pumpe für die isokratische Arbeitsweise;
- Probenaufgabegerät, einschließlich Injektionssystem mit eingebauter Probenschleife geeigneten Volumens (z. B. 750 µl);
- Säulenumschaltventile einschließlich einem Gerät zur zeitlichen Steuerung und zur Regelung der Ventile und Pumpe;
- Trennsäule hoher Kapazität, die speziell für die Bestimmung von Oxidhalogeniden ausgelegt ist;
- Vorsäule zum Schutz der Trennsäule;
- Leitfähigkeitsdetektor mit einer Anionensuppressor-Geräteanordnung (Detektor, der nicht für die Bromatbestimmung verwendet wird) und ein UV-Detektor.

### D.5.2 Nachsäuleneinrichtung:

- Reagenzgemisch-Vorratsbehälter und Pumpe zum Einspeisen des Reagenzes durch einen chemischen Suppressor;
- Nachsäulenreaktor;
- UV-Detektor (267 nm).

## D.6 Durchführung

### D.6.1 Herstellung der Kalibrierlösungen

Der Kalibrierbereich hängt von der in der Probe erwarteten Bromatkonzentration ab. In den meisten Fällen beträgt die Konzentration im Natriumhypochlorit weniger als 1 000 mg/l.

Die Kalibrierlösungen zum Beispiel entsprechend Tabelle D.1 herstellen.

**Tabelle D.1 — Kalibrierlösungen für die Bestimmung des Bromatgehalts**

Lösung	$\text{BrO}_3^-$ µg/l	$\text{NaBrO}_3$ µg/l
1	10	11,8
2	20	23,6
3	40	47,19
4	60	70,78
5	80	94,37
6	100	118

Die Kalibrierlösungen am Tag der Verwendung herstellen.

### D.6.2 Herstellung der Prüflösungen

Auf Grund der sehr hohen Empfindlichkeit des Verfahrens muss die Probe 10 000fach verdünnt werden.

Wenn die Chlorkonzentration des Natriumhypochlorits 150 g/l überschreitet, eine weitere zweifache Verdünnung durchführen, um einen übermäßigen Verbrauch des Bromid-Nitrit-Reagenzes zu vermeiden.

### D.6.3 Messung der Kalibrier- und Prüflösungen

Jede Kalibrierlösung dreimal messen, und für jede Lösung muss die relative Wiederholstandardabweichung weniger als 0,5 % betragen.

Jede Prüflösung zweimal messen, um die relative Wiederholstandardabweichung auf höchstens 0,5 % zu halten.

### D.6.4 Angabe der Ergebnisse

Der Bromatgehalt der Prüflösung wird aus der mit den Kalibrierstufenergebnissen in der Natriumhypochloritlösung erhaltenen Regressionsgerade ermittelt.

Der Gehalt  $C_{11}$  der Laborprobe an Natriumbromat ( $\text{NaBrO}_3$ ), angegeben in mg/l, wird nach Gleichung (D.1) berechnet:

$$C_{11} = yd \quad (\text{D.1})$$

Dabei ist

- $y$  die aus der Kalibrierkurve bestimmte Konzentration ( $\text{NaBrO}_3$ ), in mg/l;
- $d$  der Verdünnungsfaktor der zu analysierenden Probe.

## EN 901:2007 (D)

Der Gehalt  $C_{12}$  der Laborprobe an Natriumbromat ( $\text{NaBrO}_3$ ), angegeben als Massenanteil in % des Aktivchlors, wird nach Gleichung (D.2) berechnet:

$$C_{12} = \frac{C_{11}}{C_1 \times 10} \quad (\text{D.2})$$

Dabei ist

$C_1$  der Gehalt an Aktivchlor ( $\text{Cl}_2$ ), angegeben in g/l (5.2.1.6).

### D.6.5 Wiederholgrenze

Die Absolutdifferenz zwischen zwei Einzelergebnissen, die unter Wiederholbedingungen erhalten wurden, darf nicht größer als die Wiederholgrenze  $r$  betragen, die nach Gleichung (D.3) berechnet wird:

$$r = 0,005 z \quad (\text{D.3})$$

Dabei ist

$z$  der Mittelwert der beiden Ergebnisse, angegeben als Massenanteil in %.

**ANMERKUNG** Wiederholbedingungen sind Bedingungen, unter denen innerhalb kurzer Zeitspannen nach demselben Verfahren an identischem Prüfmaterial im selben Laboratorium vom selben Prüfer mit derselben Ausrüstung voneinander unabhängige Prüfergebnisse erhalten werden.



## Anhang E (informativ)

### Ergebnisse des Ringversuches zur Bestimmung des Natriumbromats in handelsüblichen Natriumhypochloritlösungen

Im Jahr 2002 wurde ein Ringversuch mit Laboratorien in Frankreich, Belgien, Norwegen und den Niederlanden durchgeführt. Der Natriumbromatgehalt wurde durch ionenchromatographische Verfahren (mit Leitfähigkeits- oder UV-Detektion) bestimmt.

Die Probenmatrix ist in Tabelle E.1 beschrieben (siehe auch Literaturhinweis [5]).

Die statistische Auswertung der Ergebnisse nach ISO 5725-2 ist in Tabelle E.2 beschrieben.

**Tabelle E.1 — Beschreibung der Probenmatrix**

Probenmatrix	1	2	3
Aktivchlor (g/l)	≈ 160	≈ 160	≈ 160
Natriumchlorid (g/l)	130 bis 140	130 bis 140	130 bis 140
Natriumbromat (mg/l)	Blindwert	590 (Aufstockung)	1 180 (Aufstockung)

**Tabelle E.2 — Statistische Auswertung der Natriumbromatbestimmung**

Probe	$n$	$l$	$KA_1$ %	$X_{\text{ref}}$ mg/l	$X$ mg/l	$RR$ %	$s_R$ mg/l	$VC_R$ %	$s_r$ mg/l	$VC_r$ %
1	27	10	3,6	Blindwert	38,9	–	9,4	24	3,1	7,9
2	42	15	8,7	590	620	98,4	26	4,4	11,8	2
3	42	15	8,7	1 180	1 217	99,8	63,7	5,4	20	1,7
$n$	Anzahl der Analysenwerte (ohne Ausreißer)									
$l$	Anzahl der teilnehmenden Laboratorien									
$KA_1$	Prozentzahl der Ausreißer									
$X_{\text{ref}}$	theoretischer Bromatgehalt der Probe									
$X$	Mittelwert des Ringversuches									
$RR$	Wiederfindungsrate									
$s_R$	Vergleichstandardabweichung									
$VC_R$	relative Vergleichstandardabweichung									
$s_r$	Wiederholstandardabweichung									
$VC_r$	relative Wiederholstandardabweichung									

## **Anhang F** (informativ)

### **Umwelt-, gesundheits- und sicherheitsrelevante Vorsichtsmaßnahmen in chemischen Laboren**

Bei der Zusammenstellung der für die Anwendung dieser Europäischen Norm benötigten Analysenverfahren ist darauf geachtet worden, die sich aus der Durchführung der Analysenverfahren ergebenden Umwelteinflüsse so gering wie möglich zu halten.

Der Anwender ist verantwortlich für den sicheren und angemessenen Umgang mit Geräten und Chemikalien im Rahmen der in dieser Europäischen Norm festgelegten Analysenverfahren.

Die folgende Auflistung ist nicht vollständig, sie kann dem Anwender der in dieser Europäischen Norm genannten Analysenverfahren aber als Leitfaden für sicheres und korrektes Arbeiten dienen. Danach sollten diese:

- prüfen, ob europäische Richtlinien, umgesetzte europäische sowie nationale Gesetze, Vorschriften und Bestimmungen gelten;
- Hersteller/Lieferanten zu spezifischen Einzelheiten wie Sicherheitsdatenblätter und andere Empfehlungen konsultieren;
- zum Schutz der mit der Durchführung betrauten Personen sichere Geräte/Einrichtungen verwenden sowie in allen Laborbereichen für das zu prüfende Produkt und die für die Durchführung benötigten Chemikalien geeignete Schutzkleidung, üblicherweise Schutzbrillen und Kittel, tragen;
- vorsichtig sein im Umgang mit brennbaren Stoffen sowie giftigen und/oder Krebs erzeugenden Substanzen und generell beim Transport, Umfüllen, Verdünnen und im Falle von Verschüttungen;
- während der Herstellung von Lösungen mit organischen Lösemitteln unter dem Abzug arbeiten;
- Chemikalien in sicherer und umweltgerechter Weise lagern, handhaben und entsorgen, einschließlich der Chemikalien für die Laborversuche, die Proben, überschüssiger Lösemittel und zu entsorgender Reagenzien.

## Literaturhinweise

- [1] 98/83/EG, *Richtlinie des Rates vom 3. November 1998 über die Qualität von Wasser für den menschlichen Gebrauch*
- [2] 67/548/EWG, *Richtlinie des Rates vom 27. Juni 1967 zur Angleichung der Rechts- und Verwaltungsvorschriften für die Einstufung, Verpackung und Kennzeichnung gefährlicher Stoffe sowie ihre Änderungen und Anpassungen*
- [3] EN ISO 11969, *Water quality — Determination of arsenic — Atomic absorption spectrometric method (hydride technique) (ISO 11969:1996)*
- [4] ISO 9965, *Water quality — Determination of selenium — Atomic absorption spectrometric method (hydride technique)*
- [5] ISO 5725-2, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*
- [6] prEN 14805, *Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch — Natriumchlorid zur elektrochemischen Erzeugung von Chlor*