

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

Anionen (Gruppe D)
Teil 23: Bestimmung von Selen mittels
Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) (D 23)

DIN
38405-23

ICS 13.060.40

Deskriptoren: Einheitsverfahren, Wasser, Abwasser, Gehaltsbestimmung, Selen

German standard methods for the examination of water, waste water, and sludge — Anions (group D) — Part 23: Determination of selenium by atomic absorption spectrometry (D 23)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues — Anions (groupe D) — Partie 23: Dosage du sélénium par spectrométrie d'absorption atomique (D 23)

Diese Norm wurde gemeinsam mit der Fachgruppe Wasserchemie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker aufgestellt (siehe Erläuterungen).

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

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

1 Allgemeine Angaben

Selen kann in den Wertigkeitsstufen -2, 0, 4 und 6 vorliegen. In Wasser kommt Selen in organischen und anorganischen Verbindungen vor.

Begriffe zur Atomabsorptionsspektrometrie siehe DIN 51401-1, Aufbau von Atomabsorptionsspektrometern siehe DIN 51401-2.

2 Bestimmung von Selen mittels Atomabsorptionsspektrometrie im Graphitrohrfen

2.1 Anwendungsbereich

Das Verfahren ist geeignet zur Bestimmung von Selen in Wasser in Massenkonzentrationen von 5 bis 50 µg/l bei einem Dosiervolumen von 20 µl. Durch Verdünnen oder durch Wahl kleinerer Probenvolumina kann der Anwendungsbereich zu höheren Massenkonzentrationen erweitert werden.

2.2 Grundlage des Verfahrens

Die Wasserprobe und eine Isoformierungslösung werden in das Graphitrohr eines im Atomabsorptionsspektrometer eingebauten Graphitrohrfensters injiziert. Die zeitintegrierte Extinktion (Peakfläche) wird bei einer Wellenlänge von 196,0 nm gemessen.

Fortsetzung Seite 2 bis 19

Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

2.3 Störungen

Folgende Ionen stören die Bestimmung nicht, sofern ihre Massenkonzentrationen 100 mg/l nicht überschreiten: Blei, Cadmium, Chrom, Kupfer, Nickel und Zink.

Bei Verwendung einer Untergrundkorrektur mit einem Kontinuumsstrahler können Eisen und Cobalt die Selenbestimmung stören, wenn ihre Massenkonzentrationen 10 mg/l überschreiten.

Bei Verwendung einer Untergrundkorrektur unter Ausnutzung des Zeeman-Effektes stören Eisen und Cobalt bis 100 mg/l nicht.

Für Sulfat wurden bis 300 mg/l keine Störungen beobachtet.

Für Natrium, Kalium, Calcium, Magnesium, Chlorid und Phosphat wurden bei Massenkonzentrationen bis 1 000 mg/l keine Störungen beobachtet.

Kombinationen der genannten Ionen können bereits bei niedrigen Massenkonzentrationen zu Meßwerterniedrigungen oder -erhöhungen führen. Ebenso kann eine Reihe weiterer Ionen bereits in niedrigen Konzentrationen Störungen hervorrufen, so daß das Additionsverfahren (nach Abschnitt 2.8.2) vorzuziehen ist. Bei Proben, deren Matrixeinfluß nicht genau bekannt ist, muß das Additionsverfahren angewandt werden. Störungen durch Untergrundabsorption lassen sich durch Einsatz eines Untergrundkompensators weitgehend vermeiden.

2.4 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung von Selen mittels Atomabsorptionsspektrometrie (D 23) im Graphitrohrföfen (1):

Verfahren DIN 38405 — D 23-1

2.5 Geräte

Die Glasgeräte unmittelbar vor Gebrauch mit warmer, verdünnter Salpetersäure, etwa 0,2 mol/l, reinigen und anschließend mit Wasser (nach Abschnitt 2.6) spülen.

— Atomabsorptionsspektrometer mit Untergrundkompensator und Strahlungsquelle für die Selenbestimmung

ANMERKUNG: Die Verwendung eines Untergrundkompensators unter Ausnutzung des Zeeman-Effektes ist vorteilhaft.

— Graphitrohrföfen mit Steuergerät

— Pyrolytisch beschichtetes Graphitrohr mit Plattform

— Gasversorgung mit Argon

— Meßkolben, Nennvolumen 10, 100 und 1 000 ml,
z. B. Meßkolben DIN 12664 — MSA 10

— Vollpipetten, Nennvolumen 5, 10, 20, 30 und 50 ml,
z. B. Pipette DIN 12691 — VPAS 5

— Mikroliterpipetten oder Diluter

— Becherglas, Nennvolumen 250 ml, z. B. Becher DIN 12331 — H 250

— Heizquelle, z. B. elektrische Heizplatte

2.6 Chemikalien

Als Chemikalien werden mindestens solche des Reinheitsgrades "zur Analyse", als Wasser wird bidestilliertes oder Wasser gleichen Reinheitsgrades verwendet.

Der Gehalt des Wassers bzw. der Reagenzien an Selen muß im Vergleich zur geringsten zu bestimmenden Konzentration vernachlässigbar klein sein.

2.6.1 Salzsäure, ρ (HCl) = 1,16 g/ml

2.6.2 Salpetersäure, ρ (HNO₃) = 1,40 g/ml

2.6.3 Wasserstoffperoxid (Dihydrogendioxid), w (H₂O₂) = 30%

2.6.4 Natriumhydroxid, NaOH

2.6.5 Isoformierungslösung

— 300 mg Palladium, Pd, Metallpulver, in 1 ml Salpetersäure (nach Abschnitt 2.6.2) und 10 µl Salzsäure (nach Abschnitt 2.6.1) unter vorsichtigem Erwärmen lösen und die Lösung mit Wasser auf 100 ml auffüllen.

— 200 mg Magnesiumnitrat, Mg(NO₃)₂, in Wasser lösen und auf 100 ml auffüllen.

Die Isoformierungslösung kann auch unter Verwendung handelsüblicher Konzentrate hergestellt werden.

2.6.6 Selen-Stammlösung I, ρ (Se) = 1 000 mg/l

— 1,405 3 g Selendioxid, SeO₂, in einen 1 000-ml-Meßkolben geben, 2 g Natriumhydroxid (nach Abschnitt 2.6.4) zufügen und in wenig Wasser lösen.

— Mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

Diese Stammlösung kann auch unter Verwendung eines handelsüblichen Selen-Standards, der (1,000 ± 0,002)g Selen enthält, hergestellt werden.

2.6.7 Selen-Stammlösung II, ρ (Se) = 100 mg/l

— 10 ml der Selen-Stammlösung I (nach Abschnitt 2.6.6) in einen 100-ml-Meßkolben pipettieren, der Lösung 1 ml Salpetersäure (nach Abschnitt 2.6.2) zufügen und die Lösung mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

2.6.8 Selen-Standardlösung I, ρ (Se) = 1 000 µg/l

— 10 ml der Selen-Stammlösung II (nach Abschnitt 2.6.7) in einen 1 000-ml-Meßkolben pipettieren, 10 ml Salpetersäure (nach Abschnitt 2.6.2) zufügen und die Lösung mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

Die Verwendung einer Mikroliterpipette erlaubt auch die Herstellung von 100 ml Standardlösung.