

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

Kationen (Gruppe E)

Teil 32: Bestimmung von Eisen mittels Atomabsorptionsspektrometrie (E 32)

DIN

38406-32

ICS 13.060.50

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge — Cations (group E) — Part 32: Determination of iron by atomic absorption spectrometry (E 32)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues — Cations (groupe E) — Partie 32: Dosage du fer par spectrométrie d'absorption atomique (E 32)

Vorwort

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

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.

Zu DIN 38406 „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Kationen (Gruppe E)“ gehören weitere Teile. Eine Übersicht der Gruppen A bis T der „Deutschen Einheitsverfahren“ enthält Anhang A.

Anhang A ist informativ.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt zwei Verfahren zur Bestimmung von Eisen in Wasser fest.

Das Verfahren nach Abschnitt 4 ist geeignet zur Bestimmung von Eisen in Wasser im Konzentrationsbereich von 0,2 mg/l bis 5 mg/l. Nach Verdünnen der Wasserprobe können auch höhere Konzentrationen bestimmt werden. Durch schonendes Eindampfen der mit Salpetersäure angesäuerten Wasserprobe kann der Anwendungsbereich zu kleineren Gehalten hin erweitert werden. In Schlämmen und Sedimenten kann das Eisen nach entsprechenden Aufschlussverfahren bestimmt werden (z. B. DIN 38414-7).

Das Verfahren nach Abschnitt 5 ist geeignet zur Bestimmung von Eisen in Wasser im Konzentrationsbereich von 2 µg/l bis 20 µg/l bei einem Dosiervolumen von 20 µl. Durch Verdünnen oder durch Wahl kleinerer Volumina kann der Anwendungsbereich zu höheren Konzentrationen erweitert werden. Wenn allerdings wesentlich höhere Konzentrationen an Eisen bestimmt werden sollen, ist das Verfahren nach Abschnitt 4 zu bevorzugen. Alle Angaben zu Störungen und zum Arbeitsbereich beziehen sich auf ein Dosiervolumen von 20 µl.

Fortsetzung Seite 2 bis 15

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 12331

Laborgeräte aus Glas — Becher

DIN 12691

Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten mit einer Marke, schnellablaufend, Wartezeit 15 Sekunden, Klasse AS

DIN 38402-11

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 11: Probenahme von Abwasser (A 11)

DIN 38402-12

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme aus stehenden Gewässern (A 12)

DIN 38402-13

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme aus Grundwasserleitern (A 13)

DIN 38402-14

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme von Rohwasser und Trinkwasser (A 14)

DIN 38402-15

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme aus Fließgewässern (A 15)

DIN 38414-7

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Schlamm und Sedimente (Gruppe S) — Aufschluss mit Königswasser zur nachfolgenden Bestimmung des säurelöslichen Anteils von Metallen (S 7)

DIN 51401-1

Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) — Begriffe

DIN 51401-2

Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) — Aufbau von Atomabsorptionsspektrometern

DIN EN ISO 1042

Laborgeräte aus Glas — Messkolben (ISO 1042 : 1998); Deutsche Fassung EN ISO 1042 : 1999

DIN EN ISO 5667-13

Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 13: Anleitung zur Probenahme von Schlämmen aus Abwasserbehandlungs- und Wasseraufbereitungsanlagen (ISO 5667-13 : 1997); Deutsche Fassung EN ISO 5667-13 : 1997

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gelten die Begriffe nach DIN 51401-1 und nach DIN 51401-2.

4 Bestimmung von Eisen mittels Atomabsorptionsspektrometrie in der Luft-Acetylen (Ethin)-Flamme

4.1 Grundlage des Verfahrens

Die Messlösung wird in die Luft-Acetylen-Flamme eines Atomabsorptionsspektrometers gesprüht. Die Extinktion wird bei einer Wellenlänge von 248,3 nm mit einer Spaltbreite von 0,2 nm gemessen. Werden kleine abgemessene Volumina der Messlösungen eingesprüht, z. B. bei der Fließinjektion, ist es von Vorteil, die zeitintegrierte Extinktion zu messen.

4.2 Störungen

Folgende Ionen stören die Bestimmung nicht, wenn ihre Massenkonzentrationen in der Wasserprobe die folgenden Werte nicht überschreiten:

Sulfat	10 000 mg/l	Chrom	500 mg/l
Chlorid	10 000 mg/l	Magnesium	500 mg/l
Phosphat	5 000 mg/l	Calcium	1 000 mg/l
Fluorid	5 000 mg/l	Zink	3 000 mg/l
Natrium	5 000 mg/l	Cadmium	3 000 mg/l
Kalium	5 000 mg/l	Cobalt	500 mg/l
Kupfer	5 000 mg/l	Blei	10 000 mg/l
Nickel	1 000 mg/l	Mangan	100 mg/l

Kombinationen der genannten Ionen können bereits bei niedrigeren Massenkonzentrationen zu Störungen führen.

Weiterhin können sich die angegebenen Störgrenzen in Abhängigkeit vom verwendeten Zerstäubersystem ändern.

Die Gesamt-Massenkonzentration an Elektrolyt in der Messlösung sollte 15 g/l oder die elektrische Leitfähigkeit der nicht angesäuerten Wasserprobe 20 mS/cm nicht überschreiten. Bei Proben, deren Matrixeinfluss nicht bekannt ist, muss dieser geprüft und gegebenenfalls kompensiert werden, z. B. durch Verdünnen der Probe.