

ICS 13.060.50

**Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und
Schlammuntersuchung –
Anionen (Gruppe D) –
Teil 35: Bestimmung von Arsen – Verfahren mittels
Graphitrohrofen-Atomabsorptionsspektrometrie
(GF-AAS) (D 35)**

German standard methods for the examination of water, waste water
and sludge –

Anions (group D) –

Part 35: Determination of arsenic – Method by graphite furnace atomic
absorption spectrometry (GF-AAS) (D 35)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux
résiduelles et des boues –

Anions (groupe D) –

Partie 35: Dosage de l'arsenic – Méthode par spectrométrie
d'absorption atomique utilisant four de graphite (GF-AAS) (D 35)

Gesamtumfang 21 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Begriffe	5
4 Grundlage des Verfahrens	5
5 Störungen	5
6 Bezeichnung	6
7 Reagenzien	6
8 Geräte	8
9 Probenahme	9
10 Probenvorbehandlung	9
11 Durchführung	12
12 Auswertung	14
13 Angabe des Ergebnisses	14
14 Analysenbericht	15
15 Verfahrenskennndaten	15
Anhang A (informativ) Handelsnamen geeigneter Materialien für Druckaufschlussgefäße nach 10.2.3	18
Anhang B (informativ) Messwellenlänge und Modifier für die Messung von Arsen mittels Graphitrohr-AAS bei Anwesenheit von Aluminium in Gehalten > 50 mg/l (siehe Tabelle 1)	19
Anhang C (informativ) Erläuterungen	20
Literaturhinweise	21

Vorwort

Diese Norm wurde gemeinsam mit der Wasserchemischen Gesellschaft — eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker — aufgestellt (siehe Anhang C).

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

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

Zu DIN 38405 „*Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Anionen (Gruppe D)*“ gehören weitere Teile. Eine Übersicht der Gruppen A bis T der „Deutschen Einheitsverfahren“ enthält Anhang C.

Die Anhänge A bis C sind informativ.

Einleitung

Arsen kann in den Wertigkeitsstufen -3 , 0 , $+3$ und $+5$ vorliegen. In Wasser kommt Arsen in organischen und anorganischen Verbindungen vor.

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

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Arsen in Wasser im Konzentrationsbereich von $2\text{ }\mu\text{g/l}$ bis $100\text{ }\mu\text{g/l}$ bei einem Dosiervolumen von $20\text{ }\mu\text{l}$ fest. Die Bestimmungsgrenze liegt oft niedriger und muss aus Kalibrierexperimenten laborspezifisch ermittelt werden. Durch Verdünnen oder durch Wahl kleinerer Probenvolumina können auch höhere Konzentrationen bestimmt werden. In Schlämmen und Sedimenten kann das Arsen nach entsprechenden Aufschlussverfahren bestimmt werden (siehe DIN EN 13346).

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 Überarbeitun-

gen 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 (einschließlich Änderungen).

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 38402-51, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Kalibrierung von Analysenverfahren, Auswertung von Analyseergebnissen und lineare Kalibrierfunktionen für die Bestimmung von Verfahrenskenngrößen (A 51)*

DIN 51401-1, *Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) — Teil 1: Begriffe*

DIN 51401-1 Beiblatt 1, *Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) — Teil 1: Begriffe, Erläuterungen*

DIN EN 13346, *Charakterisierung von Schlämmen — Bestimmung von Spurenelementen und Phosphor — Extraktionsverfahren mit Königswasser; Deutsche Fassung EN 13346:2000*

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

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Proben (ISO 5667-3:2003); Deutsche Fassung EN ISO 5667-3:2003*

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*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987*

DIN ISO 8466-2, *Wasserbeschaffenheit — Kalibrierung und Auswertung analytischer Verfahren und Beurteilung von Verfahrenskennndaten — Teil 2: Kalibrierstrategie für nichtlineare Kalibrierfunktionen zweiten Grades (ISO 8466-2:2001)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gelten die in DIN 51401-1, DIN 51401-1 Blatt 1 angegebenen Begriffe.

4 Grundlage des Verfahrens

Die Messlösung und ein Modifier (7.7) werden in ein elektrisch aufheizbares Graphitrohr eines im Atomabsorptionsspektrometer eingebauten Graphitrohr-Ofens injiziert, thermisch vorbehandelt und atomisiert.

Die zeitintegrierte Extinktion (Peakfläche) wird bei einer Wellenlänge von 193,7 nm und einer Spaltbreite < 1 nm gemessen.

5 Störungen

Störungen durch unspezifische Absorption lassen sich durch Einsatz eines Untergrundkompensators unter Ausnutzung des Zeeman-Effekts oder unter Verwendung eines Kontinuumstrahlers weitgehend vermeiden.

Folgende Ionen stören je nach Art der Untergrundkorrektur die Bestimmung nicht, sofern die in der Tabelle 1 dargestellten Massenkonzentrationen nicht überschritten werden:

Tabelle 1 — Maximale Massenkonzentrationen einzelner Ionen, die unter Messbedingungen keine signifikanten Störungen hervorrufen

Störion	Zeeman- Untergrundkorrektur mg/l	Kontinuumstrahler- Untergrundkorrektur mg/l
Calcium	1 000	1 000
Chlorid	1 000	1 000
Kalium	1 000	1 000
Kupfer	1 000	1 000
Magnesium	1 000	1 000
Natrium	1 000	1 000
Sulfat	1 000	1 000
Zink	1 000	1 000
Chrom	500	100
Cobalt	500	100
Eisen	500	100
Nickel	500	100
Phosphat	500	100
Aluminium	50	10

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

Bei Proben, deren Matrixeinfluss nicht genau bekannt ist, muss das Standardadditionsverfahren nach 11.3 angewendet werden.

ANMERKUNG Spektrale Störungen, z. B. durch Chrom, Cobalt, Eisen, Nickel, Phosphat und Aluminium, lassen sich auch durch das Additionsverfahren nicht beseitigen, wenn zur Untergrundkorrektur ein Kontinuumsstrahler eingesetzt wird. Die Störung durch Aluminium lässt sich durch eine Messung bei einer anderen Wellenlänge und mit einem anderen Modifier umgehen (siehe Anhang B).

6 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung von Arsen mittels Graphitrohr-Atomabsorptionsspektrometrie (D 35):

Verfahren DIN 38405 — D 35

7 Reagenzien

7.1 Allgemeines

Für die Probenvorbereitung sowie den Ansatz von Lösungen nur Reagenzien mit dem Reinheitsgrad „zur Analyse“ und nur Wasser der Qualität 1 nach ISO 3696 verwenden.

Der Arsen-Gehalt des Wassers und der Reagenzien muss im Vergleich zur geringsten zu bestimmenden Konzentration vernachlässigbar klein sein.

7.2 Salzsäure, $\rho(\text{HCl}) = 1,16 \text{ g/ml}$

7.3 Salpetersäure, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$

7.4 Salpetersäure, $c(\text{HNO}_3) = 0,2 \text{ mol/l}$

7.5 Wasserstoffperoxid (Dihydrogendioxid), $w(\text{H}_2\text{O}_2) = 30 \%$

7.6 Natriumhydroxid, NaOH

7.7 Modifier

7.7.1 Palladiumnitrat-Lösung

— 300 mg Palladium, Pd, Metallpulver, in 1 ml Salpetersäure (7.3) und 10 μl Salzsäure (7.2) unter vorsichtigem Erwärmen lösen und mit Wasser (7.1) auf 100 ml auffüllen.

7.7.2 Magnesiumnitrat-Lösung

— 200 mg wasserfreies Magnesiumnitrat, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, in Wasser lösen und mit Wasser (7.1) auf 100 ml auffüllen.

7.7.3 Gebrauchsfertiger Modifier

- Den gebrauchsfertigen Modifier durch Mischen gleicher Volumina der Palladiumnitrat-Lösung (7.7.1) und Magnesiumnitrat-Lösung (7.7.2) herstellen.

10 µl dieser Lösung enthalten 15 µg Palladium und 10 µg Magnesiumnitrat.

Dieser Modifier darf auch unter Verwendung handelsüblicher Konzentrate hergestellt werden.

ANMERKUNG Je nach Art des Graphitrohrofens können erheblich geringere Massen an Modifizierreagenzien verwendet werden.

7.8 Arsen-Stammlösung I, $\rho(\text{As}) = 1\,000\text{ mg/l}$

- Den zu verdünnenden Inhalt einer Ampulle eines handelsüblichen Arsen-Standards [Endkonzentration: $(1,000 \pm 0,002)\text{ g/l Arsen}$] quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, mit 5 ml Salzsäure (7.2) versetzen und mit Wasser (7.1) bis zur Marke auffüllen. Die Lösung anschließend in einer Polyethen- oder Borosilicatflasche aufbewahren.

Sie ist mindestens ein Jahr haltbar.

Handelsübliche gebrauchsfertige Arsen-Standards $[(1,000 \pm 0,002)\text{ g/l Arsen}]$ dürfen ebenfalls verwendet werden. Die Angaben des Herstellers zur Haltbarkeit der Lösungen sind in beiden Fällen zu beachten.

Die Arsen-Stammlösung darf auch unter Verwendung von Arsenoxid hergestellt werden.

- 1,534 g Diarsenpentoxid (As_2O_5) oder 1,320 g Diarsentrioxid (As_2O_3) in einen 1 000-ml-Messkolben geben und unter Zusatz von 2 g Natriumhydroxid (7.6) in Wasser lösen und mit Wasser (7.1) bis zur Marke auffüllen. Die Lösung in einer Polyethen- oder Borosilicatflasche aufbewahren.

Sie ist mindestens ein Jahr haltbar.

7.9 Arsen-Stammlösung II, $\rho(\text{As}) = 100\text{ mg/l}$

- 10 ml Arsen-Stammlösung I (7.8) in einen 100-ml-Messkolben pipettieren.
- 1 ml Salzsäure (7.2) zufügen und mit Wasser (7.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Verwendung kleinerer Volumina ist ebenfalls zulässig. Die Lösung ist einige Wochen haltbar.

7.10 Arsen-Standardlösung I, $\rho(\text{As}) = 1\,000\text{ µg/l}$

- 1 ml Arsen-Stammlösung II (7.9) in einen 100-ml-Messkolben pipettieren.
- 1 ml Salzsäure (7.2) zufügen und mit Wasser (7.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Verwendung kleinerer Volumina ist ebenfalls zulässig. Die Lösung ist für einige Wochen haltbar.