

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

Kationen (Gruppe E)

Bestimmung von Nickel
mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) (E 11)

DIN
38 406
Teil 11

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; cations (group E); determination of nickel by atomic absorption spectrometry (AAS) (E 11)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues; cations (groupe E); dosage du nickel avec la spectrométrie d'absorption atomique (AAS) (E 11)

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

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

2 Bestimmung von Nickel mittels Atomabsorptionsspektrometrie in der Luft-Acetylen-Flamme

2.1 Anwendungsbereich

Das Verfahren ist geeignet für die Bestimmung von Nickel in Wasser in Massenkonzentrationen von 0,2 bis 2,0 mg/l. Nach Verdünnen der Wasserprobe können auch höhere Massenkonzentrationen bestimmt werden. Durch schonendes Eindampfen der mit Salpetersäure angesäuerten Wasserprobe kann der Anwendungsbereich zu kleineren Gehalten hin erweitert werden. In Schlämmen und Sedimenten kann Nickel nach entsprechenden Aufschlußverfahren bestimmt werden (z. B. nach DIN 38 414 Teil 7).

2.2 Grundlage des Verfahrens

Die Meßlösung (vorbehandelte Wasserprobe nach Abschnitt 2.7) wird in die Luft-Acetylen-Flamme eines Atomabsorptionsspektrometers gesprüht. Die Extinktion wird bei einer Wellenlänge von 232,0 nm gemessen. In diesem Wellenlängenbereich besitzt Nickel mehrere Absorptionslinien (siehe Abschnitt 2.8).

Fortsetzung Seite 2 bis 13

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

2.3 Störungen

Folgende Ionen können die Bestimmung stören, wenn die hier angegebenen Massenkonzentrationen überschritten werden:

Sulfat	10 000 mg/l
Chlorid	10 000 mg/l
Phosphat	10 000 mg/l
Natrium	10 000 mg/l
Kalium	10 000 mg/l
Magnesium	5 000 mg/l
Calcium	1 000 mg/l
Eisen	5 000 mg/l
Kupfer	1 000 mg/l
Cobalt	1 000 mg/l
Cadmium	1 000 mg/l
Blei	1 000 mg/l

Der Gesamtsalzgehalt der Meßlösung sollte 15 g/l oder die elektrische Leitfähigkeit 20 mS/cm nicht überschreiten. Bei Proben, deren Matrixeinfluß nicht bekannt ist, muß dieser überprüft und gegebenenfalls kompensiert werden, z.B. durch Verdünnen der Probe oder durch Anwendung des Additionsverfahrens [1].

2.4 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung von Nickel mittels Atomabsorptionsspektrometrie (E 11) in der Luft-Acetylen-Flamme (1):

Verfahren DIN 38 406 — E 11 — 1

2.5 Geräte

- Die Glasgeräte unmittelbar vor Gebrauch mit warmer verdünnter Salpetersäure reinigen und anschließend mit Wasser (nach Abschnitt 2.6) spülen. Pipettenspitzen und Einweggefäße aus Kunststoff sind chargenweise auf Verunreinigung durch Nickel zu überprüfen.
- Atomabsorptionsspektrometer mit Untergrundkompensation und Strahlungsquelle für die Nickelbestimmung
- Gasversorgung mit Luft und Acetylen

Bei Acetylen-Flaschen muß der Restgasdruck mindestens 5 bar betragen.

- Luft-Acetylen-Brenner
- Meßkolben, Nennvolumen 10, 100 und 1000 ml, z.B. Meßkolben DIN 12 664 — MS A 10
- Vollpipetten, Mikroliterpipetten oder Diluter, z.B. Pipetten nach DIN 12 691
- Bechergläser, Nennvolumen 250 ml, z.B. Becher DIN 12 331 — 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 und der Reagenzien an Nickel muß im Vergleich zur geringsten zu bestimmenden Konzentration vernachlässigbar klein sein.

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

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

2.6.3 Nickel-Stammlösung, $\beta(\text{Ni}) = 1000 \text{ mg/l}$

- $(1,000 \pm 0,002)\text{g}$ Nickel mit 10 ml Salpetersäure (nach Abschnitt 2.6.1) und 10 ml Wasser in einem Meßkolben, Nennvolumen 1000 ml, lösen; die Lösung mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

Diese Stammlösung kann auch unter Verwendung eines handelsüblichen Nickel-Standards, der $(1,000 \pm 0,002)\text{g}$ Nickel enthält, hergestellt werden.

2.6.4 Nickel-Standardlösung, $\beta(\text{Ni}) = 10 \text{ mg/l}$

- 10 ml der Nickel-Stammlösung (nach Abschnitt 2.6.3) in einen Meßkolben, Nennvolumen 1000 ml, pipettieren.
- 10 ml Salpetersäure (nach Abschnitt 2.6.1) zugeben; die Lösung mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist mindestens einen Monat haltbar. Die Verwendung einer Mikroliterpipette erlaubt auch die Herstellung von 100 ml Standardlösung. Der Einsatz von Dilutern ist ebenfalls zulässig.

2.6.5 Nickel-Bezugslösungen

Entsprechend der zu erwartenden Nickel-Konzentrationen in den Meßlösungen sind Bezugslösungen herzustellen.

Für den Bereich von z.B. 0,2 bis 2,0 mg/l kann man folgendermaßen vorgehen:

- In je einen Meßkolben, Nennvolumen 100 ml, 2, 5, 10, 15 und 20 ml der Nickel-Standardlösung (nach Abschnitt 2.6.4) pipettieren.
- Jeder Lösung 1 ml Salpetersäure (nach Abschnitt 2.6.1) zufügen.
- Die Lösungen mit Wasser bis zur Marke auffüllen und durchmischen.

Die Bezugslösungen enthalten 0,2; 0,5; 1,0; 1,5 und 2,0 mg/l Nickel; sie sind nur wenige Tage haltbar.

2.6.6 Blindwertlösung

- In einen Meßkolben, Nennvolumen 100 ml, 1 ml Salpetersäure (nach Abschnitt 2.6.1) pipettieren und mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

Wird die Probe aufgeschlossen, ist für die Blindwertlösung die gleiche Vorbehandlung (siehe Abschnitt 2.7) notwendig.

2.6.7 Nullwertlösung

— Als Nullwertlösung Wasser (nach Abschnitt 2.6) verwenden.

Die Blindwertlösung (nach Abschnitt 2.6.6) kann als Nullwertlösung verwendet werden, wenn ihr Gehalt an Nickel vernachlässigbar klein ist.

2.7 Probenahme und Probenvorbehandlung

Grundsätzlich sind bei der Probenahme von Wasser die Vorschriften nach DIN 38402 Teil 11 bis Teil 15 zu berücksichtigen.

— Probe in Glas-, Kieselglas- oder Kunststoffbehälter nehmen.

Bei der Probenahme von Schlamm und Sediment sind die Vorschriften nach DIN 38414 Teil 1 und Teil 7 zu beachten.

2.7.1 Vorbehandlung bei der Bestimmung des Gehalts an gelöstem Nickel

— Die Wasserprobe möglichst bald nach der Probenahme (nach Abschnitt 2.7) durch ein Membranfilter, Porenweite 0,45 µm, filtrieren.

— Zur Stabilisierung des Filtrats mit 10 ml Salpetersäure (nach Abschnitt 2.6.1) je l Wasserprobe ansäuern.

Der pH-Wert muß < 2 sein, gegebenenfalls ist die Säurezugabe zu erhöhen.

2.7.2 Vorbehandlung bei der Bestimmung des Gesamtgehalts an Nickel

— Die Wasserprobe je 1000 ml sofort nach der Probenahme mit 1 ml Salpetersäure (nach Abschnitt 2.6.1) versetzen.

Der pH-Wert muß < 2 sein, gegebenenfalls ist die Säurezugabe zu erhöhen.

— 100 ml der homogenisierten Probe in einem Becherglas, Nennvolumen 250 ml, mit 1 ml Salpetersäure (nach Abschnitt 2.6.1) und 1 ml Wasserstoffperoxid (nach Abschnitt 2.6.2) versetzen.

— Das Gemisch bis zu einem noch feuchten Rückstand einengen.

Eine vollständige Trocknung kann zu Minderbefunden führen.

Bei starker organischer Belastung der Wasserprobe kann eine Wiederholung der Wasserstoffperoxidzugabe erforderlich sein.

— Den Rückstand mit 1 ml Salpetersäure (nach Abschnitt 2.6.1) und etwas Wasser aufnehmen und in einem Meßkolben mit Wasser auf 100 ml auffüllen.

Bei Anwendung anderer Probenvolumina sind die Geräte und Reagenzien den Volumenverhältnissen anzupassen.

Auf einen Aufschluß kann verzichtet werden, wenn auch ohne diese Vorbehandlung Nickel vollständig erfaßt wird. Die Wasserprobe muß dann lediglich angesäuert werden.

2.8 Durchführung

— Vor Beginn der Messung die apparativen Parameter nach der Betriebsanleitung des Geräteherstellers einstellen.

— Den Nullpunkt des Gerätes durch Einsprühen der Nullwertlösung (nach Abschnitt 2.6.7) in die Flamme abgleichen.