

Kationen (Gruppe E)Teil 33: Bestimmung von Mangan
mittels Atomabsorptionsspektrometrie (E 33)**DIN****38406-33**

ICS 13.060.50

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge — Cations (group E) — Part 33: Determination of manganese by atomic absorption spectrometry (E 33)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduelles et des boues — Cations (groupe E) — Partie 33: Dosage du manganèse par spectrométrie d'absorption atomique (E 33)

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 und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung zusätzlicher 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 Mangan in Wasser fest.

Das Verfahren nach Abschnitt 4 ist geeignet zur Bestimmung von Mangan in Wasser im Konzentrationsbereich von 0,1 mg/l bis 2 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 Mangan nach entsprechenden Aufschlussverfahren bestimmt werden (z. B. DIN 38414-7).

Das Verfahren nach Abschnitt 5 ist geeignet zur Bestimmung von Mangan in Wasser im Konzentrationsbereich von 1 µg/l bis 10 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 Mangan bestimmt werden sollen,

Fortsetzung Seite 2 bis 16

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

ist das Verfahren nach Abschnitt 4 zu bevorzugen. Alle Angaben zu Störungen und zum Arbeitsbereich beziehen sich auf ein Dosiervolumen von 20 µl. In Schlämmen und Sedimenten kann das Mangan nach entsprechenden Aufschlussverfahren bestimmt werden (z. B. DIN 38414-7).

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 Definitionen nach DIN 51401-1 und nach DIN 51401-2.

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

4.1 Grundlage des Verfahrens

Die Messlösung wird in die Luft-Acetylen-(Ethin-)Flamme eines Atomabsorptionsspektrometers gesprüht. Die Extinktion wird bei einer Wellenlänge von 279,5 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.

ANMERKUNG: Mangan hat neben der Absorptionslinie bei 279,5 nm noch zwei weitere mit geringerer Empfindlichkeit bei 279,8 nm und 280,1 nm.

4.2 Störungen

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

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

Kombinationen der genannten Ionen können bereits bei niedrigeren Massenkonzentrationen zu Störungen führen. Magnesium und Calcium können auch abhängig von dem verwendeten Zerstäubersystem schon bei niedrigeren Konzentrationen stören.

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.

4.3 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung von Mangan mittels Atomabsorptionsspektrometrie (E 33) in der Luft-Acetylen-Flamme (1):

Verfahren DIN 38406 — E 33 — 1

4.4 Geräte

- Atomabsorptionsspektrometer mit Untergrundkorrektur und Strahlungsquelle für die Manganbestimmung;
- Gasversorgung mit Luft und Acetylen; bei Acetylen-Flaschen muss der Restgasdruck mindestens 5 bar betragen;
- Luft-Acetylen-Brenner;
- Messkolben, Nennvolumen 10, 100 und 1 000 ml, z. B. Messkolben ISO 1042 — A10 — C nach DIN EN ISO 1042;
- Vollpipetten, Nennvolumen 1, 2, 3, 4, 5, 6, 10, 20, 30 und 40 ml, z. B. Pipette DIN 12691 — VPAS 1;
- Mikroliterpipetten oder Diluter;
- Bechergläser, Nennvolumen 250 ml, z. B. Becher DIN 12331 — H 250;
- Heizquelle, z. B. elektrische Heizplatte.

Die Glasgeräte unmittelbar vor Gebrauch mit warmer verdünnter Salpetersäure, $c(\text{HNO}_3)$ etwa 2 mol/l, reinigen und anschließend mit Wasser (siehe 4.5.1) spülen. Pipettenspitzen und Einweggefäße aus Kunststoff sind chargenweise auf Verunreinigung durch Mangan zu prüfen.

4.5 Reagenzien

4.5.1 Allgemeines

Als Reagenzien sind mindestens solche des Reinheitsgrades „zur Analyse“, als Wasser ist bidestilliertes oder Wasser gleichen Reinheitsgrades zu verwenden. Der Gehalt des Wassers und der Reagenzien an Mangan muss im Vergleich zur geringsten zu bestimmenden Konzentration vernachlässigbar sein.

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

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

4.5.4 Mangan-Stammlösung, $\rho(\text{Mn}) = 1\,000\text{ mg/l}$

- Ein handelsüblicher Mangan-Standard, der $1,000\text{ g} \pm 0,002\text{ g}$ Mangan enthält, in einen 1 000-ml-Messkolben geben und unter Zugabe von 10 ml Salpetersäure (siehe 4.5.2) mit Wasser (siehe 4.5.1) bis zur Marke auffüllen.

Diese Stammlösung kann auch unter Verwendung von Mangan-Metall hergestellt werden. Dazu $1,000\text{ g} \pm 0,002\text{ g}$ Mangan mit 10 ml Salpetersäure (siehe 4.5.2) und 10 ml Wasser (siehe 4.5.1) in einem 1 000-ml-Messkolben lösen. Die Lösung mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

4.5.5 Mangan-Standardlösung, $\rho(\text{Mn}) = 10,0\text{ mg/l}$

- 1,0 ml der Mangan-Stammlösung (siehe 4.5.4) in einen 100-ml-Messkolben pipettieren. 1 ml Salpetersäure (siehe 4.5.2) zugeben; die Lösung mit Wasser (siehe 4.5.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist mindestens einen Monat haltbar.

4.5.6 Mangan-Bezugslösungen

Entsprechend den zu erwartenden Mangan-Konzentrationen der Messlösungen Bezugslösungen herstellen.

Für den Bereich von 0,2 mg/l bis 0,6 mg/l z. B. wie folgt vorgehen:

- In je einen 100-ml-Messkolben 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml und 6 ml der Mangan-Standardlösung (siehe 4.5.5) pipettieren.
- Jeder Lösung 1 ml Salpetersäure (siehe 4.5.2) zufügen.
- Die Lösungen mit Wasser (siehe 4.5.1) bis zur Marke auffüllen und durchmischen.

Die Bezugslösungen enthalten 0,2 mg/l, 0,3 mg/l, 0,4 mg/l, 0,5 mg/l bzw. 0,6 mg/l Mangan. Die Bezugslösungen sind wenige Tage haltbar.

Die Anwendung von Dilutern ist zulässig.

4.5.7 Blindwertlösung

- In einen 100-ml-Messkolben 1 ml Salpetersäure (siehe 4.5.2) pipettieren und mit Wasser (siehe 4.5.1) bis zur Marke auffüllen.

Wird die Probe aufgeschlossen, ist auch für die Blindwertlösung die gleiche Vorbehandlung (siehe 4.6.2) notwendig.

4.5.8 Nullwertlösung

Als Nullwertlösung Wasser (siehe 4.5.1) verwenden.

4.6 Probenahme und Probenvorbehandlung

4.6.1 Probenahme

Bei der Probenahme von Wasser sind die Vorschriften nach DIN 38402-11 bis DIN 38402-15 zu berücksichtigen.

- Probe in Glas-, Quarzglas- oder Kunststoffbehälter nehmen.

Bei der Untersuchung von Schlamm und Sediment sind die Vorschriften nach DIN EN ISO 5667-13 und DIN 38414-7 zu beachten.