

ICS 13.060.30

Ersatz für Ausgabe 1981-05

Deskriptoren: Einheitsverfahren, Wasseruntersuchung, Bleigehalt, AAS,
Atomabsorptionsspektrometrie

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge — Cations (group E) — Part 6: Determination of lead by atomic absorption spectrometry (AAS) (E 6)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues — Cations (groupe E) — Partie 6: Dosage du plomb par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) (E 6)

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.

Änderungen

Gegenüber der Ausgabe Mai 1981 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Anwendungsbereich erweitert;
- b) Verfahren an die technische Weiterentwicklung angepaßt.

Frühere Ausgaben

DIN 38406-6: 1981-05

1 Anwendungsbereich

Das Verfahren nach Abschnitt 4 ist geeignet zur Bestimmung von Blei in Wasser in Massenkonzentrationen von 0,5 mg/l bis 10 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 Massenkonzentrationen erweitert werden. In Schlämmen und Sedimenten kann das Blei nach entsprechenden Aufschlußverfahren (z. B. DIN 38414-7) bestimmt werden.

Fortsetzung Seite 2 bis 15

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

Das Verfahren nach Abschnitt 5 ist geeignet zur Bestimmung von Blei in Wasser in Massenkonzentrationen von 5 µg/l bis 50 µg/l bei einem Dosiervolumen von 20 µl. Durch Verdünnen oder durch Wahl kleinerer Volumina kann der Anwendungsbereich zu höheren Massenkonzentrationen erweitert werden. In Schlämmen und Sedimenten kann das Blei 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 12664-1

Laborgeräte aus Glas — Meßkolben mit einer Marke — Meßkolben mit Bördelrand, Kegelhülse und Kegelschliffverbindung

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 38414-1

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Schlamm und Sedimente (Gruppe S) — Probenahme von Schlämmen (S 1)

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

[1] Welz, B.: Atomabsorptionsspektrometrie. 4. Auflage, VCH Verlag, 1995.

3 Definitionen

Für die Anwendung dieser Norm gelten die Begriffe zur Atomabsorptionsspektrometrie nach DIN 51401-1 und die Begriffe zu Atomabsorptionsspektrometern nach DIN 51401-2.

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

4.1 Grundlage des Verfahrens

Die Probenlösung (Meßlösung) wird in die Luft-Ethin-(Acetylen-)Flamme eines Atomabsorptionsspektrometers gesprüht. Die Extinktion wird bei einer Wellenlänge von 283,3 nm gemessen. Bei 217,0 nm besitzt Blei eine weitere Analysenlinie mit höherer Empfindlichkeit, aber ungünstigerem Signal-zu-Rauschen-Verhältnis.

4.2 Störungen

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

Sulfat	10 000 mg/l	Eisen	1 000 mg/l
Chlorid	3 000 mg/l	Kupfer	10 000 mg/l
Natrium	10 000 mg/l	Nickel	2 000 mg/l
Kalium	10 000 mg/l	Cobalt	1 000 mg/l
Magnesium	1 000 mg/l	Chrom	5 000 mg/l
Calcium	5 000 mg/l		

Die Gesamt-Massenkonzentration an Elektrolyten in der Probenlösung 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 Blei (E 6) mittels Atomabsorptionsspektrometrie in der Luft-Ethin-(Acetylen-)Flamme (1):

Verfahren DIN 38406 — E 6-1

4.4 Geräte

Die Glasgeräte unmittelbar vor Gebrauch mit warmer verdünnter Salpetersäure, etwa 2 mol/l, reinigen und anschließend mit Wasser (siehe 4.5.1) spülen. Pipettenspitzen und Einweggefäße aus Kunststoff sind chargenweise auf Verunreinigung durch Blei zu prüfen.

- Atomabsorptionsspektrometer mit Untergrundkorrektur und Strahlungsquelle für die Bleibestimmung
- Gasversorgung mit Luft und Ethin(Acetylen); bei Acetylen-Flaschen muß der Restgasdruck mindestens 5 bar betragen
- Luft-Ethin-(Acetylen-)Brenner
- Meßkolben, Nennvolumen 10 ml, 100 ml und 1000 ml, z. B. Meßkolben DIN 12664 — MS A 10
- Vollpipetten, Nennvolumen 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml, 10 ml, 20 ml 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

4.5 Reagenzien

4.5.1 Allgemeines

Als Reagenzien mindestens solche des Reinheitsgrades „zur Analyse“, als Wasser bidestilliertes oder Wasser gleichen Reinheitsgrades verwenden. Die Konzentration des Wassers und der Reagenzien an Blei muß im Vergleich zur geringsten zu bestimmenden Konzentration vernachlässigbar klein sein.

4.5.2 Salpetersäure, ρ (HNO_3) = 1,40 g/ml

4.5.3 Wasserstoffperoxid (Dihydrogendioxid), w (H_2O_2) = 30 %

4.5.4 Blei-Stammlösung, ρ (Pb) = 1000 mg/l

- 1,000 g $\pm$ 0,002 g Blei mit 10 ml HNO_3 (siehe 4.5.2) und 10 ml Wasser in einem 1000-ml-Meßkolben lösen; die Lösung mit Wasser bis zur Marke auffüllen

Diese Stammlösung kann auch unter Verwendung eines handelsüblichen Blei-Standards, der 1,000 g $\pm$ 0,002 g Blei enthält, hergestellt werden.

4.5.5 Blei-Standardlösung, ρ (Pb) = 10 mg/l

- 10 ml der Blei-Stammlösung (siehe 4.5.4) in einen 1000-ml-Meßkolben pipettieren; 10 ml Salpetersäure (siehe 4.5.2) zugeben; die Lösung mit Wasser bis zur Marke auffüllen

Die Lösung ist mindestens einen Monat haltbar. Die Herstellung kleinerer Volumina ist zulässig.

4.5.6 Blei-Bezugslösungen

Entsprechend den zu erwartenden Blei-Massenkonzentrationen der Probenlösungen Bezugslösungen herstellen.

Für den Bereich von z. B. 0,5 mg/l bis 4,0 mg/l wie folgt vorgehen:

- in je einen 100-ml-Meßkolben 5 ml, 10 ml, 20 ml, 30 ml bzw. 40 ml der Blei-Standardlösung (siehe 4.5.5) pipettieren;
- jeder Lösung 1 ml Salpetersäure (siehe 4.5.2) zufügen;
- die Lösungen mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

Die Bezugslösungen enthalten 0,5 mg/l, 1,0 mg/l, 2,0 mg/l, 3,0 mg/l bzw. 4,0 mg/l Blei. Die Bezugslösungen sind wenige Tage haltbar.

4.5.7 Blindwertlösung

- In einen 100-ml-Meßkolben 1 ml Salpetersäure (siehe 4.5.2) pipettieren und mit Wasser 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. Die Blindwertlösung (siehe 4.5.7) darf als Nullwertlösung verwendet werden, wenn ihre Massenkonzentration an Blei vernachlässigbar klein ist.

4.6 Probenahme und Probenvorbehandlung

4.6.1 Probenahme

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

- Probe in Glas-, Quarz- oder Kunststoffbehälter nehmen

Bei der Untersuchung von Schlamm und Sediment sind die Festlegungen nach DIN 38414-1 und DIN 38414-7 zu berücksichtigen.

4.6.2 Vorbehandlung und Herstellung der Probenlösung

4.6.2.1 Vorbehandlung bei der Bestimmung der Massenkonzentration an gelöstem Blei

- Die Wasserprobe möglichst bald nach der Probenahme (siehe 4.6.1) durch ein Membranfilter, Porenweite 0,45 μm , filtrieren
- Zur Stabilisierung das Filtrat je 1000 ml mit 10 ml Salpetersäure (siehe 4.5.2) ansäuern
- Der pH-Wert muß < 2 sein, gegebenenfalls die Säurezugabe erhöhen