

DIN 38406-8

ICS 13.060.50

Ersatz für
DIN 38406-8:1980-10

**Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und
Schlammuntersuchung –
Kationen (Gruppe E) –
Teil 8: Bestimmung von Zink – Verfahren mittels
Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) in der
Luft-Ethin-Flamme (E 8)**

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

Cations (group E) –

Part 8: Determination of zinc – Method by atomic absorption
spectrometry (AAS) using an air-ethine flame (E 8)

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

Cations (groupe E) –

Partie 8: Dosage du zinc – Méthodes par spectrométrie d'absorption
atomique (AAS) avec une flamme air ethine (E 8)

Gesamtumfang 20 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	5
4 Grundlage des Verfahrens	5
5 Störungen	6
6 Bezeichnung	6
7 Reagenzien	6
8 Geräte	8
9 Probenahme	9
10 Probenvorbehandlung	10
11 Durchführung	12
12 Auswertung	13
13 Angabe des Ergebnisses	15
14 Analysenbericht	15
15 Verfahrenskenndaten	15
Anhang A (informativ) Handelsnamen geeigneter Materialien für Druckaufschlussgefäße nach 10.2.2.1	18
Anhang B (informativ) Erläuterungen	19
Literaturhinweise	20

Vorwort

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

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 B.

Die Anhänge A und B sind informativ.

Änderungen

Gegenüber DIN 38406-8:1980-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aufnahme des Mikrowellenaufschlusses für die Probenvorbereitung;
- b) Streichung des Extraktionsverfahrens mit Hexamethylenammonium-Hexamethyldithiocarbamat HMDC (Chelatbildung);
- c) das Verfahren wurde an den gegenwärtigen Stand der Technik angepasst.

Frühere Ausgaben

DIN 38406-8: 1980-10

Einleitung

Zink ist in Wasser weit verbreitet. Es kommt sowohl in gelöster Form als Zink(II)-Ion als auch in ungelöster Form, z. B. als Zinksulfid, -carbonat oder -phosphat vor. Die Zinkkonzentration in Trinkwasser, das nicht durch Materialien der Hausinstallation beeinflusst wurde, liegt bei etwa 10 µg/L. Zink ist ein essentielles Spurenelement. Der Tagesbedarf für den Menschen liegt bei 2 mg bis 5 mg [1]. Über den Harn werden täglich etwa 0,5 mg ausgeschieden [2].

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 Zink in natürlichen Wässern und Abwässern mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) in der Luft-Ethin-Flamme im Arbeitsbereich zwischen 0,01 mg/l und 2 mg/l Zink fest. Nach Verdünnung können auch höhere Konzentrationen bestimmt werden. Die Bestimmungsgrenze liegt oft niedriger und kann beispielsweise aus Kalibrierexperimenten laborspezifisch ermittelt werden.

Enthält ein Wasser ungelöstes Zink, so wird die Probe entsprechend aufgeschlossen, oder es wird je nach Aufgabenstellung nur der gelöste Anteil bestimmt, indem die Probe vor der Stabilisierung filtriert wird.

Der Gehalt an Gesamtzink in Schlämmen und Sedimenten kann nach entsprechendem Aufschluss 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 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 (einschließlich Änderungen).

DIN 12691, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten mit einer Marke, schnellablaufend, Wartezeit 15 Sekunden, Klasse AS*.

DIN 32645, *Chemische Analytik — Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze — Ermittlung unter Wiederholbedingungen — Begriffe, Verfahren, Auswertung*.

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 Analyseverfahren, 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 Verfahrenskennwerten — Teil 2: Kalibrierstrategie für nichtlineare Kalibrierfunktionen zweiten Grades (ISO 8466-2:2001)*.

ISO 8466-1, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gelten die in DIN 51401-1 sowie die in DIN 51401-1 Beiblatt 1 angegebenen Begriffe.

4 Grundlage des Verfahrens

Die Messlösung wird mit einem pneumatischen Zerstäuber mit Prallkugel und Mischflügel oder mit einem pneumatischen Zerstäuber mit Mischflügel in ein Aerosol überführt, das in die Luft-Ethin-Flamme eines Atomabsorptionsspektrometers eingebracht wird. Als Strahlungsquelle dient eine Zink-Hohlkathodenlampe (HKL) oder eine elektrodenlose Entladungslampe (EDL). Die Messung wird unter Verwendung eines Untergrundkorrektors durchgeführt, wobei üblicherweise Kontinuumstrahler eingesetzt werden.

Die Extinktion wird auf der Hauptnachweislinie von Zink bei $\lambda = 213,8 \text{ nm}$ bei einer spektralen Spaltbreite von $< 1 \text{ nm}$ bestimmt.

5 Störungen

Die folgenden Ionen stören die Bestimmung nicht, wenn ihre Massenkonzentrationen die folgenden Werte nicht überschreiten. Die Angaben in der Tabelle 1 gelten für Zerstäuber mit Mischflügel, die mit oder ohne Prallkugel ausgestattet sind.

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

Ion	Konzentration mg/l	Ion	Konzentration mg/l
Sulfat	10 000	Eisen	1 000
Chlorid	10 000	Nickel	1 000
Natrium	10 000	Kupfer	1 000
Kalium	10 000	Kobalt	1 000
Magnesium	10 000	Chrom	100
Calcium	10 000		

Der Gesamtsalzgehalt der Messlösung darf nicht 15 g/l und die elektrische Leitfähigkeit darf nicht 2 000 mS/m überschreiten. Bei Proben, deren Matrixeinfluss nicht bekannt ist, muss dieser geprüft und gegebenenfalls kompensiert werden, entweder durch Verdünnen oder durch Anwendung des Standardadditionsverfahrens (11.2.3).

6 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung von Zink — Verfahren mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) in der Luft-Ethin-Flamme (E 8):

Verfahren DIN 38406 — E 8

7 Reagenzien

7.1 Allgemeines

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

Der Gehalt der Reagenzien an Zink sowie der unter Versuchsbedingungen lösbarer Anteil an Zink in den Siedesteinchen (8.9) muss im Vergleich zur geringsten zu bestimmenden Konzentration vernachlässigbar klein sein.