

Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch

Flockungsmittel auf Aluminiumbasis**Analytische Methoden**

Deutsche Fassung EN 1302 : 1999

DIN
EN 1302

ICS 71.100.80

Chemicals used for treatment of water intended for human consumption —

Aluminium-based coagulants — Analytical methods;

German version EN 1302 : 1999

Produits chimiques utilisés pour le traitement de l'eau destinée à la consommation humaine —

Coagulants à base d'aluminium — Méthodes d'analyse;

Version allemande EN 1302 : 1999

Die Europäische Norm EN 1302 : 1999 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm EN 1302, die vom CEN/TC 164 „Wasserversorgung“ (Sekretariat: Frankreich) erarbeitet wurde, wurde vom CEN aufgrund der Ergebnisse der formellen Abstimmung angenommen.

Die Bearbeitung wurde von der Arbeitsgruppe „Chemikalien zur Wasseraufbereitung“ (WG 9) des CEN/TC 164 durchgeführt, deren Federführung in Frankreich liegt; für Deutschland war der Ausschuß NAW IV 2 „Wasseraufbereitung“ des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) an der Bearbeitung beteiligt.

Fortsetzung 24 Seiten EN

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

— Leerseite —

ICS 71.100.80

Deskriptoren:

Deutsche Fassung

Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch

**Flockungsmittel auf Aluminiumbasis
Analytische Methoden**

Chemicals used for treatment of water intended for human consumption — Aluminium-based coagulants — Analytical methods

Produits chimiques utilisés pour le traitement de l'eau destinée à la consommation humaine — Coagulants à base d'aluminium — Méthodes d'analyse

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 1. April 1999 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Zentralsekretariat oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
1 Anwendungsbereich	2
2 Normative Verweisungen	2
3 Probenvorbereitung	3
4 Analysemethoden	3
5 Angabe der Prüfergebnisse	4
Anhang A (normativ) Referenzmethoden für Analysen	4
Anhang B (informativ) Routinemethode	23
Anhang C (informativ) Literaturhinweise	24

Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 164 „Wasserversorgung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 1999, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 1999 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen:

Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm gilt für Flockungsmittel auf Aluminiumbasis zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch. Sie legt die zu verwendenden analytischen Methoden für die Produkte fest, die in EN 878, EN 881, EN 882, EN 883, prEN 885, prEN 886, prEN 887 und prEN 935 beschrieben sind.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische 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 Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

EN 878

Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch — Aluminiumsulfat

EN 881

Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch — Aluminiumchlorid, Aluminiumhydroxidchlorid und Aluminiumhydroxidchloridsulfat (monomer)

EN 882

Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch — Natriumaluminat

EN 883

Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch — Polyaluminiumchloridhydroxid und Polyaluminiumchloridhydroxidchlorsulfat

prEN 885

Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch — Polyaluminiumhydroxidchloridsilikat

prEN 886

Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch — Polyaluminiumhydroxidchloridsilikatsulfat

prEN 887

Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch — Aluminium-Eisen(III)-sulfat

prEN 935

Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch — Aluminium-Eisen(III)-chlorid und Aluminium-Eisen(III)hydroxidchlorid (monomer)

EN ISO 3696

Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696 : 1987)

ISO 5666-1 : 1983

Water quality — Determination of total mercury by flameless atomic absorption spectrometry — Part 1: Method after digestion with permanganate-peroxodisulfate

ISO 5725-2

Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method



Documents

Document Sharing Hub

- ISO 6206 : 1979
Chemical products for industrial use — Sampling — Vocabulary
- ISO 6227 : 1982
Chemical products for industrial use — General method for determination of chloride ions — Potentiometric method
- ISO 6382 : 1981
General method for determination of silicon content — Reduced molybdosilicate spectrophotometric method

3 Probenvorbereitung

3.1 Benennungen und Definitionen

Für die Anwendung dieser Europäischen Norm gelten die folgenden Definitionen:

3.1.1 Laborprobe

Probe in dem Aufbereitungszustand, in dem sie einem Labor zu Prüf- bzw. Testzwecken zugestellt wird [ISO 6206 : 1979].

3.1.2 Probe

Probe, die von einer Laborprobe stammt und der Testanteile zu Prüfzwecken entnommen werden [ISO 6206 : 1979].

3.1.3 Testanteil

Bestimmte Menge Prüfmaterial, das von einer Probe stammt (bzw. von der Laborprobe, wenn es sich um ein und dieselbe Probe handelt) und an der die Prüfung bzw. Beobachtung tatsächlich vorgenommen wird [ISO 6206 : 1979].

3.2 Durchführung

Probe aus einer Laborprobe bereiten. Feste Proben zu Korngrößen von weniger als 2,5 mm Durchmesser mahlen und homogenisieren. Flüssige Proben homogenisieren.

4 Analysemethoden

Die für die Analytik der Flockungsmittel auf Aluminiumbasis anzuwendenden Methoden und die Prinzipien jeder Methode sind in Tabelle 1 zusammengefaßt und für Referenzmethoden in Anhang A und für Routinemethoden in Anhang B beschrieben.

Die Methoden, die nur für einige in EN 878, EN 879, EN 881, EN 882, prEN 885, prEN 886, prEN 887 und prEN 935 beschriebenen Produkte anzuwenden sind, sind in Tabelle 2 zusammengefaßt.

Tabelle 1: Analysemethoden

Bestimmung des Gehalts von	Methode	Prinzip
Aluminium	A.1 ¹⁾	komplexometrische Titration mit EDTA
Aluminium	A.2	Abtrennung von Eisen, CDTA komplexometrische Titration
Eisen	A.3	Flammen-AAS
Eisen	A.4	potentiometrische Titration
Natrium	A.5	Flammen-AAS
Calcium	A.6	Flammen-AAS
Chlorid	A.7	potentiometrische Titration
Sulfat	A.8	Bariumsulfat-Gravimetrie
Silikat	A.9	Spektrometrie von reduziertem Molybdosilikat
Freie Säure	A.10	Acidimetrische Titration
Basizität	A.11	Acidimetrische Titration, Oxalatmethode
Basizität	A.12	Acidimetrische Titration, KF-Methode
Unlösliche Substanzen	A.13	Gravimetrie
Arsen	A.15	ICP/OES (Hydrid)
Cadmium	A.14	ICP/OES
Chrom	A.14	ICP/OES
Quecksilber	A.16	Flammenlose AAS
Nickel	A.14	ICP/OES
Blei	A.14	ICP/OES
Antimon	A.15	ICP/OES (Hydrid)
Selen	A.15	ICP/OES (Hydrid)

¹⁾ Nur zur Bestimmung von Aluminium in Produkten nach EN 881 bei Stoffen mit geringem Eisengehalt oder anderem Gehalt.

Tabelle 2: Anwendungsbereich der Analysemethoden

EN/prEN	878	881	882	883	885	886	887	935
Aluminium	A.1/A.2	A.2	A.1	A.2	A.2	A.2	A.2	A.2
Aluminium Fe/Al < 0,01 % (m/m)		A.1		A.1	A.1	A.1		A.1
Eisen	A.3/A.4	A.3	A.3	A.3	A.3	A.3	A.4	A.4
Natrium						A.5	A.5	
Calcium					A.6	A.6	A.6	
Chlorid		A.7		A.7	A.7			A.7
Sulfat	A.8	A.8		A.8		A.8	A.8	
Silikat						A.9	A.9	
Freie Säure	A.10	A.10					A.10	A.10
Basizität — Oxalat-Methode	A.11	A.11	A.11	A.11			A.11	A.11
— FK-Methode					A.12	A.12		

ANMERKUNG: Die in B.2 angegebene Methode sollte nur zur Bestimmung der Basizität durch Rechenverfahren nach EN 883, prEN 885 und prEN 886 angewendet werden.

5.2 Wiederholbarkeit

Jedes Labor hat die Wiederholbarkeit der Prüfmethode unter den jeweiligen Laborbedingungen nach der in ISO 5725-2 festgelegten Methode zu bestimmen.

5 Angabe der Prüfergebnisse

5.1 Aluminiumgehalt

Der Aluminiumgehalt ist als (Al) anzugeben. Die nachfolgende Gleichung (1) ergibt den Aluminiumgehalt, ausgedrückt als Aluminiumoxid (Al_2O_3).

$$(\text{Al}_2\text{O}_3) = (\text{Al}) \cdot \frac{102}{54} \quad (1)$$

Anhang A (normativ)

Referenzmethoden für Analysen

A.1 Bestimmung des Aluminiumgehalts (komplexometrische Titration mit EDTA)

A.1.1 Allgemeines

Diese Methode ist

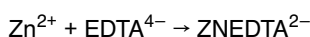
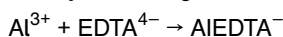
- als Referenzmethode für die in EN 878 (eisenfreie Produkte) und EN 882 beschriebenen Produkte;
- als Routinemethode für die in EN 878 (eisenarme Produkte), EN 881, EN 883, prEN 885, prEN 886 und prEN 935 beschriebenen Produkte, die nicht mehr als 10 g Eisen je Kilogramm Aluminium enthalten;

zur Bestimmung des Aluminiumgehalts in Flockungsmitteln auf Aluminiumbasis zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch anwendbar.

A.1.2 Prinzip

Bei festen Produkten Auflösen einer Probe in Wasser, bei gelösten Produkten Verdünnen einer Probe mit Wasser. Komplexieren des Aluminiums in einem heißen sauren Medium mit überschüssiger Lösung von Ethylendiamin-

tetraessigsäure (EDTA). Rücktitration des Überschusses an EDTA mit einer eingestellten Zinklösung in Gegenwart von Xylenolorange als Indikator.



A.1.3 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen von anerkannter Analysenqualität sein und das verwendete Wasser muß dem Grad 3 nach EN ISO 3696 entsprechen.

A.1.3.1 Natriumacetatlösung, 80 g/l.

A.1.3.2 Natriumhydroxidlösung, 100 g/l.

A.1.3.3 Salzsäure

1 Volumenteil Salzsäure (Dichte $\rho = 1,19$ g/ml) mit einem Volumenteil Wasser verdünnen.

A.1.3.4 Salzsäure, 36,5 g/l, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$

A.1.3.5 Dinatriummethylen-diamintetraacetatdihydrat (NaEDTA), Standardlösung, mit einer Konzentration $c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}) = 0,05 \text{ mol/l}$. 18,625 g NaEDTA auf 0,000 1 g einwiegen. In Wasser lösen, quantitativ in einen 1 000-ml-Meßkolben umfüllen. Auffüllen und homogenisieren.

ANMERKUNG: Die Verwendung von handelsüblichen Standardlösungen ist zulässig.

A.1.3.6 Zink-Standardlösung, $c(\text{Zn}) = 0,05 \text{ mol/l}$. 6,537 0 g (m) reines Zink (Mindest-Massenanteil 99,9%) auf 0,000 1 g einwiegen.

In 60 ml Salzsäure (A.1.3.3) lösen. Während der Reaktion das Becherglas mit einem Uhrglas abdecken. Gegen Ende der Reaktion die Lösung 10 min kochen und anschließend auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Auf etwa 500 ml verdünnen und Natriumacetatlösung (A.1.3.1) bis zu einem pH-Wert von $5,5 \pm 0,1$ zusetzen. Lösung quantitativ in einen 2 000-ml-Meßkolben umfüllen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und homogenisieren.

ANMERKUNG 1: Wenn die Masse des Zinks nicht exakt dem oben genannten Wert entspricht, ergibt sich die Zinkkonzentration nach Gleichung (2):

$$c(\text{Zn}) = \frac{m}{2 \cdot 65,37} \quad (2)$$

Dabei ist:

m die Masse des eingewogenen Zinks, in Gramm;

65,37 die relative Molekularmasse des Zinks;

$c(\text{Zn})$ die Stoffmengenkonzentration der Zinklösung in Mol je Liter auf 4 signifikante Stellen berechnet.

ANMERKUNG 2: Die Verwendung von handelsüblichen Standardlösungen ist zulässig.

A.1.3.7 Pufferlösung, pH = 5,5

50 g Natriumacetattri-hydrat ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$), wägen, in 500 ml Wasser lösen und Eisessig (CH_3COOH) zusetzen, bis ein pH-Wert von $5,5 \pm 0,1$ erreicht ist.

A.1.3.8 Xylenolorange

1,0 g Xylenolorange mit 99 g Kaliumnitrat in einem Mörtel verreiben bis eine homogene Masse entsteht.

A.1.4 Geräte

Übliche Laborgeräte, sowie wahlweise

A.1.4.1 automatischer Titrator und Photometer mit Glasfasersonde;

A.1.4.2 Mikrowellenherd.

A.1.5 Durchführung

A.1.5.1 Vorbereiten der Analysenlösung

Etwa 25 g der Probe (m_0) auf 0,001 g in ein 400-ml-Becherglas einwiegen.

Etwa 150 ml von auf 80 °C bis 90 °C erhitztem Wasser zufügen. Mit einem Glasrührer rühren, bis alles gelöst ist. Quantitativ in einen 500-ml-Meßkolben umfüllen, mit Wasser auffüllen und homogenisieren. Bei Bedarf mit Papierfilter (Größe der zurückgehaltenen Partikel: 2,5 µm) filtrieren (Prüflösung V_0).

V_1 ml dieser Lösung (siehe Tabelle A.1) in einen 200-ml-Meßkolben geben. Mit Wasser auffüllen und homogenisieren (verdünnte Prüflösung V_2).

Tabelle A.1: Aliquotvolumen V_1 zur Bestimmung von Al (EDTA-Methode)

Erwarteter Massenanteil Al g/kg	Volumen V_1 ml
< 27	100
27 bis 66	50
66 bis 133	20
133 bis 265	10

A.1.5.2 Blindprobe

Eine Blindprobe nach demselben Verfahren und mit denselben Reagenzmengen wie in A.1.5.3 angegeben herstellen. Das für die Titration verbrauchte Volumen (V_5) notieren.

A.1.5.3 Bestimmung

100,0 ml der Lösung (A.1.5.1) (V_3) in ein 250 ml-Becherglas umfüllen und mit Salzsäure (A.1.3.3) oder Natriumhydroxidlösung (A.1.3.2) auf einen pH-Wert von 5 bis 6 einstellen. 5 ml Salzsäure (A.1.3.4) und 50,0 ml der EDTA-Standardlösung (A.1.3.5) zusetzen. Mit einem Uhrglas abdecken. Die Lösung mindestens 20 min auf 80 °C bis 90 °C erhitzen und anschließend auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Das Uhrglas mit Wasser in das Becherglas abspülen. Mit Natriumacetatlösung (A.1.3.1) auf einen pH-Wert von 7 bis 7,5 einstellen und 10 ml der Pufferlösung (A.1.3.7) zusetzen.

30 mg bis 50 mg der Xylenolorange-Mischung (A.1.3.8) zusetzen. Mit der Standard-Zinklösung (A.1.3.6) titrieren, bis der Indikator von gelb nach rot umschlägt oder den Äquivalenzpunkt mit einem automatischen Titrator bestimmen. Das verbrauchte Volumen (V_4) notieren.

Wird ein Mikrowellenherd (A.1.4.2) verwendet, so kann das Volumen V_1 und das des aliquoten Teils (A.1.5.1) von den obengenannten Werten abweichen. Den aliquoten Teil in einen 250-ml-Erlenmeyerkolben umfüllen und mit Salzsäure (A.1.3.3) oder Natriumhydroxidlösung (A.1.3.2) auf einen pH-Wert von 5 bis 6 einstellen. 5 ml Salzsäure (A.1.3.4) und eine geeignete Menge der EDTA-Standardlösung (A.1.3.5) zusetzen. Die Lösung in den Mikrowellenherd stellen. Die Lösung im Mikrowellenherd 15 min auf 80 °C bis 90 °C erhitzen und anschließend auf Raumtemperatur abkühlen. Quantitativ in ein 250-ml-Becherglas oder in die automatische Titrationszelle umfüllen.

ANMERKUNG: Wird ein automatischer Titrator (A.1.4.1) verwendet, so können die Werte des aliquoten Teils (A.1.5.1) und der Reagenzien von den oben angegebenen Werten abweichen. Sie sollten jedoch so ausfallen, daß die geforderte Genauigkeit sichergestellt ist.

A.1.6 Angabe der Ergebnisse

Die Aluminiumgehalt X_1 , ausgedrückt in Gramm Aluminium je Kilogramm Produkt (Al g/kg), wird nach Gleichung (3) bestimmt:

$$X_1 = 0,02698 \cdot (V_5 - V_4) \cdot c \cdot \frac{V_2}{V_3} \cdot \frac{V_0}{V_1} \cdot \frac{1000}{m_0} \quad (3)$$

Dabei ist:

m_0 die Masse der Probe, in Gramm;

V_0 das Volumen der Prüflösung, in Milliliter;

V_1 das Volumen der auf V_2 verdünnten Prüflösung, in Milliliter;



Documents

Document Sharing Hub

- V_2 das Volumen der verdünnten Prüflösung, in Milliliter;
 V_3 das Volumen des für die Analyse abgenommenen aliquoten Teils, in Milliliter;
 V_4 das Volumen der für die Titration der Probe verbrauchten Standard-Zinklösung, in Milliliter;
 V_5 das Volumen der für die Titration der Blindprobe verbrauchten Standard-Zinklösung, in Milliliter;
 c die tatsächliche Stoffmengenkonzentration der Standard-Zinklösung, in Mol je Liter;
0,026 98 die Masse an Al, die 1 ml der Standard-Zinklösung mit $c(\text{Zn}) = 1 \text{ mol/l}$ entspricht, in Gramm.

Mit $V_0 = 500 \text{ ml}$, $V_2 = 200 \text{ ml}$, $V_3 = 100 \text{ ml}$ ergibt sich Gleichung (4):

$$X_1 = 26\,980 \cdot \frac{(V_5 - V_4) \cdot c}{V_1 m_0} \quad (4)$$

A.2 Bestimmung des Aluminiumgehalts (komplexometrische Methode mit CDTA nach dem Abscheiden von Eisen)

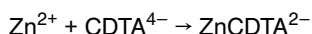
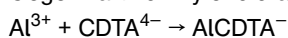
A.2.1 Allgemeines

Diese Methode ist als Referenzmethode für die in EN 878, (eisenarmes Produkt oder anderes Produkt) EN 881, EN 883, prEN 885, prEN 886, prEN 887 und prEN 935 beschriebenen Produkte auf die Bestimmung des Aluminiumgehalts in Flockungsmitteln auf Aluminiumbasis zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch anwendbar.

A.2.2 Prinzip

Bei festen Produkten Auflösen einer Probe in Wasser, bei gelösten Produkten Verdünnen einer Probe mit Wasser. Abscheiden des Eisens durch Ausfällen mit einer Natriumhydroxidlösung und Filtration des Niederschlages.

Komplexieren des Aluminiums in einem heißen, sauren Medium mit überschüssiger Lösung von 1,2-Cyclohexylendinitriltetraessigsäure (CDTA). Rücktitration des Überschusses an CDTA mit einer eingestellten Zinklösung in Gegenwart von Xylenolorange als Indikator.



A.2.3 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen von anerkannter Analysenqualität sein, und das verwendete Wasser muß dem Grad 3 nach EN ISO 3696 entsprechen.

A.2.3.1 Natriumacetatlösung, 80 g/l.

A.2.3.2 Natriumhydroxidlösung, 100 g/l.

A.2.3.3 Salzsäure

1 Volumenteil Salzsäure (Dichte $\rho = 1,19 \text{ g/ml}$) mit einem Volumenanteil Wasser verdünnen.

A.2.3.4 Salzsäure, 36,5 g/l, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/L}$.

A.2.3.5 Transcyclohexylendinitrilo-1,2-tetraessigsäuremonohydrat (CDTA), Standardlösung mit einer Stoffmengenkonzentration $c(\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_8\text{H}_2\text{O}) = 0,05 \text{ mol/L}$.

18,255 g des Produktes auf 0,000 1 g wägen. In 80 ml der Natriumhydroxidlösung (A.2.3.2) lösen, die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Meßkolben umfüllen. Mit Wasser auffüllen und homogenisieren.

A.2.3.6 Zink-Standardlösung, $c(\text{Zn}) = 0,05 \text{ mol/l}$

6,537 0 g (m) reines Zink (Mindest-Massenanteil 99,9%) auf 0,0001 g wägen und in 60 ml Salzsäure (A.2.3.3) lösen. Während der Reaktion das Becherglas mit einem Uhrglas abdecken, gegen Ende der Reaktion die Lösung 10 min kochen und anschließend auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Auf etwa 500 ml verdünnen und Natriumacetat (A.2.3.1) bis zu einem pH-Wert von $5,5 \pm 0,1$ zusetzen. Lösung quantitativ in einen 2 000-ml-Meßkolben umfüllen, bis zur Marke auffüllen und homogenisieren.

ANMERKUNG 1: Wenn die Masse des Zinks nicht exakt dem oben genannten Wert entspricht, ergibt sich die Zinkkonzentration nach Gleichung (5):

$$c(\text{Zn}) = \frac{m}{2 \cdot 65,37} \quad (5)$$

Dabei ist:

m die Masse des eingewogenen Zinks, in Gramm;

65,37 die relative Molekularmasse des Zinks;

$c(\text{Zn})$ die Stoffmengenkonzentration der Zinklösung in Mol je Liter, auf 4 signifikante Stellen berechnet.

ANMERKUNG 2: Die Verwendung von handelsüblichen Standardlösungen ist zulässig.

A.2.3.7 Pufferlösung, pH = 5,5

50 g Natriumacetattri-hydrat ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$) wägen, in 500 ml Wasser lösen und Eisessig (CH_3COOH) zusetzen, bis ein pH-Wert von $5,5 \pm 0,1$ erreicht ist.

A.2.3.8 Xylenolorange

1,0 g Xylenolorange mit 99 g Kaliumnitrat in einem Mörser verreiben, bis eine homogene Masse entsteht.

A.2.4 Gerät

Übliche Laborgeräte, sowie wahlweise.

A.2.4.1 automatischer Titrator und Photometer mit Glasfasersonde.

A.2.4.2 Mikrowellenherd

A.2.5 Durchführung

A.2.5.1 Vorbereiten der Prüflösung

Etwa 25 g der Probe (m_0) auf 0,001 g in ein 400-ml-Becherglas einwiegen.

Etwa 150 ml von auf 80°C bis 90°C erhitztem Wasser zufügen. Mit einem Glasrührer rühren, bis alles gelöst ist.

Tabelle A.2: Aliquotvolumen V_1 zur Bestimmung von Al (CDTA-Methode)

Erwarteter Massenanteil Al g/kg	Volumen V_1 ml
< 27	100
27 bis 66	50
66 bis 133	20
133 bis 265	10

