

Wasserbeschaffenheit
Bestimmung von Quecksilber
 Deutsche Fassung EN 1483 : 1997

DIN
EN 1483

ICS 13.060.01

 Ersatz für
 DIN 38406-12 : 1980-07

Deskriptoren: Wasserbeschaffenheit, Quecksilber, Bestimmung

Water quality — Determination of mercury;
 German version EN 1483 : 1997
 Qualité de l'eau — Détermination du mercure;
 Version allemande EN 1483 : 1997

Die Europäische Norm EN 1483 : 1997 hat den Status einer Deutschen Norm.

Diese Norm ist Bestandteil der Reihe

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

Kationen (Gruppe E)

und beschreibt das Verfahren

Bestimmung von Quecksilber (E 12)

Nationales Vorwort

Die Europäische Norm EN 1483, die vom CEN/TC 230 "Wasseranalytik" (Sekretariat: Deutschland) erarbeitet wurde, wurde vom CEN aufgrund der Ergebnisse der formellen Abstimmung angenommen.

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.

Die als DIN-Normen veröffentlichten Einheitsverfahren sind beim Beuth Verlag einzeln oder zusammengefaßt erhältlich. Außerdem werden die genormten Einheitsverfahren in der Loseblatt-Sammlung "Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung" gemeinsam vom Beuth Verlag GmbH und von der VCH Verlagsgesellschaft publiziert.

Die für das Wasserhaushaltsgesetz (WHG) und für das Abwasserabgabengesetz (AbwAG) relevanten Einheitsverfahren sind zusammen mit dem WHG und allen bisher erschienenen Abwasserverwaltungsvorschriften als DIN-Taschenbuch (DIN-TAB 230) herausgegeben worden.

Fortsetzung Seite 2
 und 20 Seiten EN

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

Normen oder Norm-Entwürfe mit dem Gruppentitel „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ sind in folgende Gebiete (Haupttitel) aufgeteilt:

Allgemeine Angaben (Gruppe A)	(DIN 38402)
Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)	(DIN 38404)
Anionen (Gruppe D)	(DIN 38405)
Kationen (Gruppe E)	(DIN 38406)
Gemeinsam erfaßbare Stoffgruppen (Gruppe F)	(DIN 38407)
Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)	(DIN 38408)
Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)	(DIN 38409)
Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)	(DIN 38410)
Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)	(DIN 38411)
Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)	(DIN 38412)
Einzelkomponenten (Gruppe P)	(DIN 38413)
Schlamm und Sedimente (Gruppe S)	(DIN 38414)
Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)	(DIN 38415)

Außer den in der Reihe DIN 38402 bis DIN 38415 genormten Untersuchungsverfahren liegen eine Reihe Europäischer und Internationaler Normen als DIN EN-, DIN EN ISO- und DIN ISO-Normen vor, die ebenfalls Bestandteil der „Deutschen Einheitsverfahren“ sind.

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Telefon (0 30) 26 01 – 24 23, oder der Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin, Postanschrift 10772 Berlin, Auskunft.

Änderungen

Gegenüber DIN 38406-12 : 1980-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

Inhalt geändert hinsichtlich Durchführung, Aufbau und Darstellung des Analysenverfahrens.

Frühere Ausgaben

DIN 38406-12: 1980-07

ICS 13.060.30

Deskriptoren: Wasseruntersuchung, Oberflächenwasser, Grundwasser, Abwasser, chemische Analyse, Gehaltsbestimmung, Reduktionsverfahren, Natriumtetrahydroborat, Zinnchlorid

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit

Bestimmung von Quecksilber

Water quality — Determination of mercury

Qualité de l'eau — Détermination du mercure

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 1997-04-06 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, Tschechische Republik und dem Vereinigten Königreich.

CEN

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

Inhalt	Seite
Einleitung	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	4
3 Allgemeine Störungen	4
4 Bestimmung von Quecksilber nach Reduktion mit Zinn(II)-chlorid ohne Anreicherung	5
4.1 Grundlage des Verfahrens	5
4.2 Störungen	5
4.3 Reagenzien	6
4.4 Geräte	8
4.5 Probenahme und Probenvorbehandlung	8
4.6 Aufschlußverfahren mit Kaliumpermanganat/Kaliumperoxodisulfat	10
4.7 Durchführung	10
4.8 Auswertung	12
4.9 Angabe der Ergebnisse	12
4.10 Analysenbericht	13
5 Bestimmung von Quecksilber nach Reduktion mit Natriumtetrahydroborat ohne Anreicherung	13
5.1 Grundlage des Verfahrens	13
5.2 Störungen	13
5.3 Reagenzien	13
5.4 Geräte	14
5.5 Probenahme und Probenvorbehandlung	15
5.6 Aufschluß mit Kaliumpermanganat und Kaliumperoxodisulfat	15
5.7 Durchführung	15
5.8 Auswertung	16
5.9 Angabe der Ergebnisse	15
5.10 Analysenbericht	16
6 Verfahrenskenndaten	17
Anhang A (informativ) Ultraschall-Aufschlußverfahren	18
Anhang B (informativ) Autoklaven-Aufschlußverfahren	18
Anhang C (informativ) Mikrowellen-Aufschlußverfahren	19

Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 230 "Wasseranalytik" erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm enthält drei informative Anhänge.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 1997, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 1997 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.

Einleitung

Bei Anwendung der Norm sollte im Einzelfall je nach Aufgabenstellung geprüft werden, ob und inwieweit die Festlegung zusätzlicher Randbedingungen notwendig ist.

Es ist absolut wichtig, daß Untersuchungen nach dieser Norm von ausreichend qualifiziertem Personal durchgeführt werden.

In natürlichen Gewässern sind Quecksilberverbindungen im allgemeinen in nur sehr geringen Konzentrationen von weniger als 0,1 µg/l enthalten. Höhere Konzentrationen können z. B. in Abwässern auftreten.

Quecksilber kann sowohl in anorganischer als auch in organischer Bindung vorliegen. In Sedimenten und Schlamm kann sich Quecksilber anreichern.

Um alle organische Quecksilberverbindungen vollständig zu zersetzen, ist ein Aufschlußverfahren erforderlich. Auf einen Aufschluß kann nur dann verzichtet werden, wenn sichergestellt ist, daß auch ohne diese Vorbehandlung Quecksilber erfaßt wird.

Für Messungen im niedrigen Konzentrationsbereich sind Reagenzien von höchster Reinheit, saubere Reaktionsgefäße, quecksilberfreie Laborluft und sehr stabile Meßsysteme unabdingbare Voraussetzung.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt zwei Verfahren zur Bestimmung von Quecksilber fest. Im Verfahren nach Abschnitt 4 wird Zinn(II)-chlorid als Reduktionsmittel verwendet. Im Abschnitt 5 wird Natriumtetrahydroborat als Reduktionsmittel eingesetzt. Die Wahl des Verfahrens richtet sich nach der zur Verfügung stehenden Ausrüstung und der Matrix (siehe Abschnitt 3). Beide Verfahren eignen sich zur Bestimmung von Quecksilber in Wässern, beispielsweise in Grund- Oberflächen- und Abwässern im Konzentrationsbereich von 0,1 µg/l bis 10 µg/l. Höhere Konzentrationen lassen sich nach entsprechender Verdünnung der Wasserprobe bestimmen.

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 25667-1 : 1993

Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Aufstellung von Probenahmeprogrammen (ISO 5667-1 : 1980)

EN 25667-2 : 1993

Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 2: Anleitung zur Probenahmetechnik (ISO 5667-2 : 1991)

EN ISO 5667-3 : 1995

Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Proben (ISO 5667-3 : 1994)

3 Allgemeine Störungen

Bei der Bestimmung von Quecksilber kann es besonders leicht zu einer Adsorption und Desorption an den Reaktionsgefäßwänden kommen (siehe 4.4). Quecksilberdampf kann durch verschiedene Kunststoffe diffundieren; diese Eigenschaft muß bei der Auswahl des Schlauchmaterials in Betracht gezogen werden. Glasrohre oder spezielle Kunststoffschläuche, z. B. FEP-Schläuche, können verwendet werden. (FEP = Fluoriertes Ethylen-Propylen-Polymerisat). Siliconschläuche z. B. sind ungeeignet.

Flüchtige organische Substanzen können im UV-Bereich absorbieren und auf diese Weise Quecksilber vortäuschen. Die störenden organischen Substanzen werden in den meisten Fällen durch die Zugabe von Kaliumpermanganat bis zur bleibenden Rotfärbung der Lösung und, vor der Reduktion der Quecksilberverbindung, durch 10minütiges Ausblasen mit einem Inertgas entfernt. Oft kann eine derartige nichtspezifische Absorption durch ein Untergrundkompensations-System eliminiert werden.

Alle Lösungen müssen vor Entfernung des Quecksilberdampfes auf die gleiche Anfangstemperatur (< 25°C) gebracht werden. Wasserkondensation auf den Zellenfenstern kann durch Beheizen der Zelle z. B. mit einer Infrarotlampe verhindert werden.

Die Störungen durch andere in der Matrix vorhandene Elemente hängen von der Wahl des Reduktionsmittels ab. Elemente, die in höherer Konzentration vorhanden sind als in Tabelle 1 aufgeführt, können zu Minderbefunden führen.

Bei Verwendung von Zinn(II)-chlorid anstelle von Natriumtetrahydroborat als Reduktionsmittel sind die Störungen durch Schwermetalle weniger stark. Werden Fließanalysensysteme eingesetzt, so können die Störeinflüsse kleiner sein als in der Tabelle 1 angegeben.

**Tabelle 1: Zulässige Konzentrationen einiger Matrixelemente
in einer Meßlösung in Milligramm je Liter**

Reduktionsmittel Technik Medium	NaBH ₄ direkt 0,5 mol/l HCl	NaBH ₄ direkt 5 mol/l HCl + 0,2 g/l Fe(III)	SnCl ₂ direkt 0,5 mol/l HCl
Element			
Cu(II)	10	10	500
Ni(II)	1	500	500
Ag(I)	0,1	10	1
I ⁻	100	10	0,1
As(V)	0,5	0,5	0,5
Bi(III)	0,05	0,5	0,5
Sb(III)	0,5	0,5	0,5
Se(IV)	0,005	0,05	0,05

Durch die Verwendung von Zinn(II)-chlorid wird die Apparatur so stark mit Zinn verunreinigt, daß bei der nachfolgenden Verwendung von Natriumtetrahydroborat erhebliche Störungen auftreten können. Aus diesem Grund müssen jeweils eigene Systeme für die Reduktion mit Zinn(II)-chlorid bzw. mit Natriumtetrahydroborat verwendet werden.

WARNHINWEIS: Quecksilber und Quecksilberverbindungen sind stark toxisch. Bei der Handhabung von Proben, die Quecksilber enthalten oder enthalten können, sollte äußerste Vorsicht geboten sein.

4 Bestimmung von Quecksilber nach Reduktion mit Zinn(II)-chlorid ohne Anreicherung

4.1 Grundlage des Verfahrens

Ein- oder zweiwertiges Quecksilber wird im sauren Medium durch Zinn(II)-chlorid als Reduktionsmittel zur elementaren Form reduziert. Das elementare Quecksilber wird dann mit Hilfe eines Inertgasstroms oder eines quecksilberfreien Luftstroms ausgetrieben und als atomares Gas in eine Küvette transportiert. Die Extinktionen werden bei einer Wellenlänge von 253,7 nm im Strahlengang eines Atomabsorptionsspektrometers bestimmt. Die Konzentrationen werden mit Hilfe einer Bezugskurve ermittelt.

4.2 Störungen (Siehe auch Abschnitt 3).

Iodidkonzentrationen > 0,1 mg/l stören die Bestimmung durch die Bildung von Quecksilberkomplexen. In diesem Fall ist es notwendig, ein anderes Verfahren, z. B. die Reduktion mit Natriumtetrahydroborat, anzuwenden (siehe Abschnitt 5).