

	Bodenbeschaffenheit Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)	DIN ISO 11047
--	---	---

ICS 13.080.10

Soil quality — Determination of cadmium, chromium, cobalt, copper, lead, manganese, nickel and zinc in aqua regia extracts of soil — Flame and electrothermal atomic absorption spectrometric methods (ISO 11047:1998)

Qualité du sol — Dosage du cadmium, chrome, cobalt, cuivre, plomb, manganèse, nickel et zinc dans les extraits de sol à l'eau régale — Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme et atomisation électrothermique (ISO 11047:1998)

Die Internationale Norm ISO 11047:1998-05-01, „Soil quality — Determination of cadmium, chromium, cobalt, copper, lead, manganese, nickel and zinc in aqua regia extracts of soil — Flame and electrothermal atomic absorption spectrometric methods“, ist unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden.

Nationales Vorwort

Diese Norm wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Bodenbeschaffenheit“ aufgestellt. Für Deutschland war der NAW I 2 „Boden- und Abfalluntersuchung“ an der Bearbeitung beteiligt.

Zu den in dieser Norm zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden DIN-Normen verwiesen:

ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 5725-1	siehe DIN ISO 5725-1
ISO 11465	siehe DIN ISO 11465
ISO 11466	siehe DIN ISO 11466

Fortsetzung Seite 2 bis 23

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

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987.*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe (ISO 5725-1:1994).*

DIN ISO 11465, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung der Trockensubstanz und des Wassergehaltes auf Grundlage der Masse — Gravimetrisches Verfahren (ISO 11465:1993).*

DIN ISO 11466, *Bodenbeschaffenheit — Extraktion in Königswasser löslichen Spurenmetallen (ISO 11466:1995).*

Deutsche Übersetzung

Bodenbeschaffenheit

Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt

Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	6
3 Verfahren A — Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink mit der Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie	6
3.1 Grundlagen.....	6
3.2 Reagenzien.....	7
3.3 Herstellung von Stamm- und Standardlösungen von einzelnen Elementen	8
3.4 Geräte	10
3.5 Durchführung.....	10
3.6 Messung der Probe	13
3.7 Berechnung.....	13
3.8 Präzision des Verfahrens.....	14
3.9 Angabe der Ergebnisse	14
3.10 Prüfbericht.....	14
4 Verfahren B – Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink mit der elektrothermischen Atomabsorptionsspektrometrie.....	14
4.1 Grundlagen.....	14
4.2 Reagenzien.....	15
4.3 Stamm- und Standardlösungen	15
4.4 Geräte	17
4.5 Durchführung.....	18
4.6 Kalibrierung und Bestimmung	20
4.7 Erstellen der Kurve.....	20
4.8 Berechnung aus einer Kalibrierkurve	20
4.9 Angabe der Ergebnisse	21
4.10 Präzision des Verfahrens.....	21
4.11 Prüfbericht.....	21
Anhang A (informativ) Ergebnisse von Laboratoriumsvergleichuntersuchungen	22

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitglieds Körperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitglieds Körperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt. Die ISO arbeitet bei allen Angelegenheiten der elektrotechnischen Normung eng mit der Internationalen Kommission (IEC) zusammen.

Die von den Technischen Komitees verabschiedeten internationalen Norm-Entwürfe werden den Mitglieds Körperschaften zur Abstimmung vorgelegt. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert Zustimmung von mindestens 75 % der abstimmenden Mitglieds Körperschaften.

Die Internationale Norm ISO 11047 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 „Bodenbeschaffenheit“, Unterkomitee SC 3 „Chemische Bodenuntersuchungsverfahren und Bodenkennwerte“, erarbeitet.

Anhang A dieser Internationalen Norm ist nur zur Information.

WARNUNG — Die Arbeitsabläufe in dieser Internationalen Norm sollten von kompetentem ausgebildetem Personal durchgeführt werden. Einige der Arbeitstechniken und Reagenzien, einschließlich der Verwendung der Geräte, sind potentiell sehr gefährlich. Die Anwender dieser Internationalen Norm, die die potentiellen Gefahren und zugehörigen Sicherheitsmaßnahmen nicht genau kennen, sollten vor Beginn eines Arbeitsganges den Rat eines Fachmanns einholen.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt zwei Verfahren für die Bestimmung eines oder mehrerer der Elemente Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink in einem nach ISO 11466 hergestellten Königswasserextrakt mit der Atomabsorptionsspektrometrie fest. Die Wahl des Verfahrens für ein Element hängt von dem erwarteten Elementgehalt in der Probe ab, und beide Verfahren können notwendig sein, um alle Elemente in einer Probe zu erfassen. Die Verfahren sind anwendbar, wenn der extrahierbare Elementgehalt entweder oberhalb oder unterhalb der in Tabelle 1 angegebenen Werte (in mg/kg Trockenmasse) liegt. Die beiden Verfahren beschreiben gesondert Folgendes:

Verfahren A – Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink mit der Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie.

Verfahren B – Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink mit der elektrothermischen Atomabsorptionsspektrometrie.

Viele Arbeitsabläufe und Reagenzien werden in beiden Verfahren und für unterschiedliche Elemente innerhalb eines Verfahrens gleichermaßen eingesetzt. Den Anwendern wird jedoch geraten, die gesamte Norm vor Beginn eines der Arbeitsabläufe sorgfältig zu lesen.

Tabelle 1 — Orientierungswerte für Anwendungsgrenzen der Verfahren für die nach ISO 11466 in Königswasser extrahierbaren Elementgehalte (in mg/kg Trockenmasse)

Element	Verfahren A	Verfahren B
Cadmium	> 2	< 2
Chrom	> 12	< 12
Cobalt	> 12	< 12
Kupfer	> 5	< 5
Blei	> 15	< 15
Mangan	> 2	< 2
Nickel	> 12	< 12
Zink	> 2	< 2

ANMERKUNG 1 Die in Tabelle 1 angegebenen Orientierungswerte gelten für die zur Zeit der Veröffentlichung dieser Internationalen Norm verfügbaren Geräte und Techniken. Technische Verbesserungen können diesen Status in Zukunft ändern.

ANMERKUNG 2 Diese Internationale Norm bezieht sich speziell auf die Anwendung der Atomabsorptionsspektrometrie. Anwender dieser Internationalen Norm sollten ihre Laboratorien nach anerkannten Qualitätssicherungsverfahren führen. Zertifizierte Referenzmaterialien (ZRM) sollten für die Festlegung der Menge der entsprechenden Elemente in hauseigenen Referenzmaterialien verwendet werden. Letztere können für die Routinequalitätskontrolle der in dieser Internationalen Norm angegebenen Arbeitsabläufe verwendet werden. Es sollten keine Ergebnisse akzeptiert werden, die außerhalb einer vereinbarten Grenze liegen. Qualitätskontrollmaßnahmen, die auf üblichen statistischen Verfahren beruhen, sollten für die Festlegung solcher Grenzen herangezogen werden, um sicherzustellen, dass die Werte stabil sind und keiner Langzeit-Drift unterliegen. Zertifizierte Referenzmaterialien sollten regelmäßig eingesetzt werden, um die Integrität der hauseigenen Referenzmaterialien und somit das Qualitätskontrollsystem aufrechtzuerhalten.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil dieser Internationalen Norm sind. Bei datierten Verweisungen gelten spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nicht. Anwender dieser Internationalen Norm werden jedoch gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, die jeweils neuesten Ausgaben der nachfolgend angegebenen Dokumente anzuwenden. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen normativen Dokuments. Mitglieder von ISO und IEC führen Verzeichnisse der gültigen Internationalen Normen.

ISO 3696:1987, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*.

ISO 5725-1:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions*.

ISO 11465:1993, *Soil quality — Determination of dry matter and water content on a mass basis — Gravimetric method*.

ISO 11466:1994, *Soil quality — Extraction of trace elements soluble in aqua regia*.

3 Verfahren A — Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink mit der Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie

3.1 Grundlagen

Das Verfahren beruht auf der atomabsorptionsspektrometrischen Messung des Elementgehalts in einem nach ISO 11466 hergestellten Königswasserextrakt der Probe unter den in Tabelle 2 angegebenen geräte-technischen Bedingungen.

Tabelle 2 — Allgemeine analytische Bedingungen für die Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie

Element	Wellenlänge (nm)	Flammentyp	Lanthanchlorid	Störungen	Untergrundkorrektur
Cadmium	228,8	Luft, oxidierend/Acetylen	Nein	Fe	Deuterium
Chrom	357,9	Luft, reduzierend/Acetylen oder Acetylen/N ₂ O	Ja Nein	Fe, Al Ca, Mg	Halogen
Cobalt	240,7	Luft, oxidierend/Acetylen	Nein		Deuterium
Kupfer	324,8	Luft, oxidierend/Acetylen	Nein		Deuterium
Blei	217,0	Luft, oxidierend/Acetylen	Nein		Deuterium
Mangan	279,5	Luft, oxidierend/Acetylen oder Acetylen/N ₂ O	Ja Nein	Fe, Si	Deuterium
Nickel	232,0	Luft, oxidierend/Acetylen	Nein	Fe	Deuterium
Zink	213,9	Luft, oxidierend/Acetylen	Nein		Deuterium

ANMERKUNG Die jeweils empfindlichsten Wellenlängen sind angegeben. Störungen werden im Allgemeinen stark verringert, wenn die Distickstoffoxidflamme verwendet wird. Anwender sollten beachten, dass kleine Änderungen der Gasströmungsverhältnisse bedeutende Auswirkungen auf die Intensität des analytischen Signals haben können, und

sich auch die Linearität der Kalibrierfunktion ändern kann. Auch Unterschiede der Säurekonzentration, die sich von Extrakt zu Extrakt geringfügig ändern kann, haben bei einigen Elementen in Verbindung mit einigen Messgeräten Auswirkungen, insbesondere wenn keine Untergrundkorrektur durchgeführt wird. Anwender sollten sich daher mit den Leistungsmerkmalen ihrer Geräte vertraut machen.

3.2 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen dem Reinheitsgrad „zur Analyse“ entsprechen. Es ist entionisiertes oder destilliertes Wasser aus einer Glasapparatur zu verwenden, das der Qualität 2 nach ISO 3696 entspricht.

Das für die Blindwertbestimmungen und die Herstellung der Reagenzien und Standardlösungen verwendete Wasser darf nur eine Elementkonzentration aufweisen, die, verglichen mit der in den Probenlösungen zu bestimmenden niedrigsten Konzentration, vernachlässigbar ist.

3.2.1 Salzsäure, 37 %, $\rho \sim 1,18 \text{ g/ml}$

Während der Durchführung des Verfahrens ist dieselbe Charge Salzsäure zu verwenden.

3.2.2 Salpetersäure, 65 %, $\rho \sim 1,42 \text{ g/ml}$

Während der Durchführung des Verfahrens ist dieselbe Charge Salpetersäure zu verwenden.

3.2.3 Salpetersäure, verdünnt im Volumenverhältnis 1 + 3

250 ml Salpetersäure (3.2.2) sind zu 500 ml Wasser in einen Messkolben, Nennvolumen 1 000 ml, zuzugeben und mit Wasser bis zur Marke aufzufüllen.

3.2.4 Schwefelsäure, 98 %, $\rho \sim 1,84 \text{ g/ml}$

Während der Durchführung des Verfahrens ist dieselbe Charge Schwefelsäure zu verwenden.

3.2.5 Schwefelsäure, verdünnt im Volumenverhältnis 1 + 9

100 ml Schwefelsäure (3.2.4) sind langsam zu 700 ml Wasser in einen Messkolben, Nennvolumen 1 000 ml, zuzugeben, zu mischen und zu kühlen und mit Wasser bis zur Marke aufzufüllen.

3.2.6 Lanthanchloridlösung, 37 g/l Lanthan

100 g Lanthan(III)chlorid, $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, sind in Wasser zu lösen, quantitativ in einen Messkolben, Nennvolumen 1 000 ml, zu überführen und mit Wasser bis zur Marke aufzufüllen.

3.2.7 Nullwertlösung ohne Lanthan — für die Kalibrierung

210 ml Salzsäure (3.2.1) und 70 ml Salpetersäure (3.2.2) sind mit 500 ml Wasser in einem Messkolben, Nennvolumen 1 000 ml, zu lösen und mit Wasser bis zur Marke aufzufüllen.

3.2.8 Nullwertlösung mit Lanthan — für die Kalibrierung

210 ml Salzsäure (3.2.1) und 70 ml Salpetersäure (3.2.2) sind mit 500 ml Wasser in einem Messkolben, Nennvolumen 1 000 ml, zu lösen und mit Wasser bis zur Marke aufzufüllen. 100 ml Lanthanchloridlösung (3.2.6) sind zuzugeben und mit Wasser bis zur Marke aufzufüllen.