

DIN ISO 20279



ICS 13.080.10

**Bodenbeschaffenheit –
Extraktion von Thallium und Bestimmung durch elektrothermische
Atomabsorptionsspektrometrie (ISO 20279:2005)**

Soil quality –

Extraction of thallium and determination by electrothermal atomic absorption spectrometry
(ISO 20279:2005)

Qualité du sol –

Extraction du thallium et dosage par spectrométrie d'absorption atomique électrothermale
(ISO 20279:2005)

Gesamtumfang 12 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Nationales Vorwort

Die vorliegende Norm ist im ISO/TC 190 „Bodenbeschaffenheit“ erarbeitet worden. Für Deutschland war der NAW I 2 „Boden- und Abfalluntersuchung“ an der Bearbeitung beteiligt.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen verwiesen:

ISO 648 siehe DIN 12690
ISO 1042 siehe DIN EN ISO 1042
ISO 3696 siehe DIN ISO 3696
ISO 5725-2 siehe DIN ISO 5725-2
ISO 11464 siehe DIN ISO 11464
ISO 11465 siehe DIN ISO 11465
ISO 11466 siehe DIN ISO 11466

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 12690, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipette mit einer Marke, Klasse A und Klasse B*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 11464, *Bodenbeschaffenheit — Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen*

DIN ISO 11465, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung der Trockensubstanz und des Wassergehalts auf Grundlage der Masse — Gravimetrisches Verfahren*

DIN ISO 11466, *Bodenbeschaffenheit — Extraktion in Königswasser löslicher Elemente*

Bodenbeschaffenheit — Extraktion von Thallium und Bestimmung durch elektrothermische Atomabsorptionsspektrometrie

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort	2
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Grundlage des Verfahrens	4
4 Reagenzien	5
5 Prüfeinrichtung	6
6 Durchführung	7
6.1 Prüfmenge	7
6.1.1 Allgemeines	7
6.1.2 Salpetersäure-Wasserstoffperoxid-Extraktion für Thallium – Rückflussverfahren	7
6.1.3 Salpetersäure-Wasserstoffperoxid-Extraktion für Thallium – Druckaufschluss-Verfahren	7
6.2 Blindwert-Prüflösung	7
6.3 Herstellung der Thallium-Bezugslösungen	8
6.4 Kalibrierung und Bestimmung durch elektrothermische Atomabsorptionsspektrometrie (ETAAS)	8
6.5 Direkte Bestimmung der Bezugs- und Prüflösungen, ETAAS	9
7 Darstellung der Kurve	9
8 Berechnung	9
9 Störungen	10
10 Präzision	10
11 Prüfbericht	11
Literaturhinweise	12

Tabellen

Tabelle 1 — Wellenlänge zur Bestimmung von Thallium	4
Tabelle 2 — Beispiel für ETAAS-Bedingungen	8
Tabelle 3 — Präzisionsdaten aus einem Ringversuch unter Verwendung der HNO ₃ /H ₂ O ₂ -Extraktion und Bestimmung von Thallium durch ETAAS (drei Wiederholungen)	11

WARNUNG — Thalliumlösungen sind hoch toxisch. Es müssen geeignete Maßnahmen ergriffen werden, um deren Aufnahme zu verhindern. Die Entsorgung dieser Lösungen sollte mit Vorsicht erfolgen.

Bestimmte Verfahren, Reagenzien und Prüfeinrichtungen, die in dieser Internationalen Norm angewendet werden, sind potenziell gefährlich, vor allem in Verbindung mit konzentrierten Säuren, toxischen Thalliumlösungen und Gasen unter hohem Druck. Anwender sollten sicherstellen, dass sie mit den für diese Situationen erforderlichen Sicherheitsverfahren und jeglichen Rechtsvorschriften (einschließlich der Abfallbeseitigung) vertraut sind. Im Zweifelsfall ist der Rat von den zuständigen Behörden einzuholen.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt Verfahren zur Extraktion von Thallium aus Böden durch Salpetersäure und Wasserstoffperoxid und dessen Bestimmung im Extrakt durch elektrothermische Atomabsorptionsspektrometrie (ETAAS) fest.

ANMERKUNG Der Arbeitsbereich nach diesem Verfahren liegt etwa bei 0,05 mg/kg bis 100 mg/kg.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

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

ISO 11464:1994, *Soil quality — Pre-treatment of samples for physico-chemical analysis*

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

ASTM E 11:2004, *Standard Specification for Wire Cloth and Sieves for Testing Purposes*

3 Grundlage des Verfahrens

Thallium wird aus dem Boden durch ein Gemisch aus Salpetersäure und Wasserstoffperoxid extrahiert und in Lösung durch elektrothermische Atomabsorptionsspektrometrie bestimmt, wobei diskrete Volumina der Probenlösung in ein Graphitrohr nachgedrückt werden. Durch stufenweise Temperaturerhöhung dieses Graphitrohrs werden die Prozesse der Trocknung, thermischen Auflösung der Grundstruktur und der thermischen Dissoziation in freie Atome hervorgerufen. Das resultierende Absorptionssignal sollte (unter optimalen Bedingungen) eine scharf symmetrische Peakfläche mit einer Höhe proportional der Elementkonzentration in der Lösung sein. Siehe Tabelle 1.

Tabelle 1 — Wellenlänge zur Bestimmung von Thallium

Element	Wellenlänge nm	Spektralbandbreite nm	Messverfahren
Thallium	276,8	0,2	ETAAS