

DIN ISO 20280

ICS 13.080.10

**Bodenbeschaffenheit –
Bestimmung von Arsen, Antimon und Selen in
Königswasser-Bodenextrakten mittels elektrothermischer oder
Hydrid-Atomabsorptionsspektrometrie (ISO 20280:2007)**

Soil quality –

Determination of arsenic, antimony and selenium in aqua regia soil extracts with electrothermal or hydride-generation atomic absorption spectrometry (ISO 20280:2007)

Qualité du sol –

Dosage de l'arsenic, de l'antimoine et du sélénium dans des extraits du sol à l'eau régale par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique ou génération d'hydrures (ISO 20280:2007)

Gesamtumfang 19 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Kurzbeschreibung	5
4 Reagenzien	6
5 Geräte.....	8
5.1 Allgemeines	8
5.2 Wasserbad	8
5.3 Atomabsorptionsspektrometer	8
5.4 Elektrothermische Atomisierungseinheit	9
5.5 Hydridgenerator	9
6 Durchführung	9
6.1 Analysenprobe	9
6.2 Königswasserextraktion zur Bestimmung von Arsen, Antimon und Selen	9
6.3 Blindwertlösung.....	9
7 Verfahren A — Atomabsorptionsspektrometrie: Herstellung der Bezugslösungen und Messung	10
7.1 Allgemeines	10
7.2 Bezugslösungen für Arsen	10
7.3 Bezugslösungen für Antimon.....	10
7.4 Bezugslösungen für Selen.....	10
7.5 Kalibrierung und Bestimmung durch elektrothermische Atomabsorptionsspektrometrie (ETAAS)	10
8 Verfahren B — Hydrid-Atomabsorptionsspektrometrie: Herstellung der Bezugslösungen und Messung.....	11
8.1 Vorreduktion und Kalibrierung zur Bestimmung von Arsen	11
8.2 Vorreduktion und Kalibrierung zur Bestimmung von Antimon	12
8.3 Vorreduktion und Kalibrierung zur Bestimmung von Selen	12
8.4 Messung der Kalibrier- und Prüflösungen durch Hydrid-Atomabsorptionsspektrometrie	12
9 Darstellung der Kurve	13
10 Berechnung	13
10.1 Allgemeines	13
10.2 Berechnung nach dem Verfahren der Standardaddition.....	13
11 Angabe der Ergebnisse.....	13
12 Störungen	14
13 Präzision	15
14 Prüfbericht.....	18
Literaturhinweise	19

Nationales Vorwort

Die vorliegende Norm ist im ISO/TC 190 „Soil quality“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) erarbeitet worden. Für Deutschland war der NA 119-01-02 AA „Abfall- und Bodenuntersuchung“ an der Bearbeitung beteiligt.

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

Für die in diesem Dokument und in den Literaturhinweisen zitierten internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen verwiesen:

ISO 648	siehe DIN EN ISO 648
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 EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten*

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 Spurenelemente*

Bodenbeschaffenheit — Bestimmung von Arsen, Antimon und Selen in Königswasser-Bodenextrakten mittels elektrothermischer oder Hydrid-Atomabsorptionsspektrometrie

WARNUNG — Bestimmte Verfahren, Reagenzien und Prüfeinrichtungen, die in dieser Internationalen Norm angewendet werden, sind potentiell gefährlich, vor allem in Verbindung mit konzentrierten Säuren, toxischen Arsen-(As)-, Antimon-(Sb)- und Selen-(Se)-Lösungen 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 Bestimmung von Arsen, Antimon und Selen in Königswasser-Bodenextrakten nach ISO 11466 mittels elektrothermischer oder Hydrid-Atomabsorptionsspektrometrie fest.

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 11464:2006, *Soil quality — Pretreatment of samples for physico-chemical analysis*

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

ISO 11466:1995, *Soil quality — Extraction of trace elements soluble in aqua regia*

3 Kurzbeschreibung

Arsen, Antimon und Selen werden aus der Bodenprobe durch Königswasser nach ISO 11466 extrahiert. Arsen, Antimon und Selen werden mittels elektrothermischer Atomabsorptionsspektrometrie (ETAAS) bestimmt, wobei diskrete Volumina der Probenlösung in ein Graphitrohr dosiert werden. Durch stufenweise Temperaturerhöhung dieses Graphitrohrs werden die Prozesse der Trocknung, thermischen Zersetzung der Matrix und der thermischen Dissoziation in freie Atome hervorgerufen. Das resultierende Absorptionssignal sollte (unter optimalen Bedingungen) eine scharfe symmetrische Peakfläche mit einer Höhe proportional der Elementkonzentration in der Lösung sein.

Alternativ werden Arsen, Antimon und Selen durch die Hydridtechnik (HGAAS) bestimmt. Arsen und Antimon werden zuerst im Königswasserextrakt durch eine Mischung von Ascorbinsäure und Kaliumiodid vorreduziert. Selen wird durch Salzsäure bei erhöhter Temperatur vorreduziert. Durch Reaktion mit einer Natriumborhydridlösung wird das Hydrid gebildet. Die Hydride werden aus der Lösung durch einen Argonstrom in eine beheizte Quarzzone transportiert, bei 900 °C zersetzt und die Atomkonzentration für Arsen und Antimon mithilfe der Atomabsorptionsspektrometrie gemessen. Im Handel sind verschiedene Systeme erhältlich, bei denen die Reaktion zur Hydridbildung kontinuierlich (kontinuierliche Fließsysteme oder Fließinjektionssysteme) oder nacheinander (Batch-Systeme) erfolgt. Alle diese Verfahren können verwendet werden. Die Anpassung der Arbeitsschritte und der Reagenzkonzentrationen an die Empfehlungen der Hersteller kann jedoch notwendig sein. Zu geeigneten Wellenlängen und Spektralbandbreiten die Herstelleranleitungen oder die Angaben in Tabelle 1 beachten.

Tabelle 1 — Messbedingungen für Arsen, Antimon und Selen

Element	Wellenlänge nm	Spektralbandbreite nm
Arsen	193,7	0,7
Antimon	217,6	1,0
Selen	196,0	1,0

4 Reagenzien

Es sind nur Reagenzien mit anerkanntem analytischem Reinheitsgrad zu verwenden. Vollentsalztes Wasser oder destilliertes Wasser aus einer Ganzglasapparatur, entsprechend Qualität 2 nach ISO 3696 verwenden. Das für die Blindwertbestimmungen und für die Herstellung der Reagenzien und Standardlösungen verwendete Wasser muss Elementkonzentrationen aufweisen, die im Vergleich mit der in den Probenlösungen zu bestimmenden niedrigsten Konzentration vernachlässigbar sind.

4.1 Salzsäure, $w(\text{HCl}) = 37\%$, $\rho(\text{HCl}) \approx 1,2 \text{ g/ml}$

Während des gesamten Verfahrens ist dieselbe Charge Salzsäure zu verwenden.

4.2 Salzsäure, verdünnt (1 + 9)

500 ml Wasser in einen 1 000-ml-Messkolben geben. 100 ml Salzsäure (4.1) vorsichtig hinzufügen, mischen und mit Wasser bis zur Markierung auffüllen.

4.3 Salpetersäure, $w(\text{HNO}_3) = 65\%$, $\rho(\text{HNO}_3) \approx 1,4 \text{ g/ml}$

Während des gesamten Verfahrens dieselbe Charge Salpetersäure verwenden.

4.4 Salpetersäure, $c(\text{HNO}_3) = 0,5 \text{ mol/l}$

500 ml Wasser in einen 1 000-ml-Messkolben geben. 22 ml Salpetersäure (4.3) vorsichtig hinzufügen, mischen und mit Wasser bis zur Markierung auffüllen.

4.5 Königswasserlösung, verdünnt (1 + 9)

500 ml Wasser in einen 1 000-ml-Messkolben geben. 75 ml Salzsäure (4.1) und 25 ml Salpetersäure (4.3) vorsichtig hinzufügen, mischen und mit Wasser bis zur Markierung auffüllen.

4.6 Palladium-Magnesiumnitrat-Modifizierlösung

Modifizierlösungen aus zwei Bezugsquellen können verwendet werden:

- handelsübliche Modifizierlösungen;
- Modifizierlösungen, die im Labor aus reinen Elementen (z. B. Pulver) bei Palladium oder aus stöchiometrisch bestimmten und getrockneten Salzen hergestellt wurden.

0,30 g Palladiumnitrat $[\text{Pd}(\text{NO}_3)_2]$ und 0,36 g Magnesiumnitrat $[\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}]$ in einem 100-ml-Messkolben lösen, mit 0,5 mol/l Salpetersäure (4.4) bis zur Markierung auffüllen und mischen.