

DIN 38406-15

ICS 13.060.50

Einsprüche bis 2008-11-07

Entwurf

**Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und
Schlammuntersuchung –
Kationen (Gruppe E) –
Teil 15: Bestimmung von gelöstem Aluminium – Verfahren mittels
Fließanalyse (CFA und FIA) (E 15)**

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge –
Cations (group E) –

Part 15: Determination of soluble aluminium – Method using flow analysis (CFA and FIA)
(E 15)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des
boues –

Cations (groupe E) –

Partie 15: Dosage d'aluminium dissous – Méthode par analyse en flux continu (CFA et
FIA) (E 15)

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2008-07-07 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses
Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an naw@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann
im Internet unter www.din.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN, 10772 Berlin (Hausanschrift:
Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevante
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 16 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Grundlage des Verfahrens.....	5
4 Störungen	5
5 Bezeichnung.....	6
6 Reagenzien	6
7 Geräte.....	8
8 Probenahme und Probenvorbehandlung	9
9 Durchführung	10
9.1 Allgemeines.....	10
9.2 Vorbereitung der Messung	10
9.2.1 Allgemeines.....	10
9.2.2 Prüfen der Basislinienextinktion.....	10
9.3 Qualitätsanforderungen an das Messsystem (täglicher Test auf Empfindlichkeit und Signal-zu-Rauschen-Verhältnis).....	10
9.4 Messung	10
9.5 Reinigung des Systems	10
10 Kalibrierung.....	10
11 Auswertung	11
12 Angabe des Ergebnisses	12
13 Analysenbericht.....	12
14 Verfahrenskenndaten	12
Anhang A (informativ) Beispiele für Fließanalytiksysteme für die Bestimmung von gelöstem Aluminium (Al(III)).....	13
Anhang B (informativ) Erläuterungen	15
Literaturhinweise	16
Bilder	
Bild A.1 — Beispiel eines CFA-Systems für die Bestimmung von gelöstem Aluminium in den Arbeitsbereichen 0,01 mg/l bis 0,1 mg/l und 0,1 mg/l bis 1,0 mg/l Al(III)	13
Bild A.2 — Beispiel eines FIA-Systems für die Bestimmung von gelöstem Aluminium im Arbeitsbereich 0,05 mg/l bis 0,5 mg/l Al(III).....	14

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom NA 119-01-03-01-05 AK „Fließanalytik“ des NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im Normenausschuss Wasserwesen (NAW) erarbeitet.

Diese Norm wurde gemeinsam mit der Wasserchemischen Gesellschaft — eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker — aufgestellt (siehe Anhang B).

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung zusätzlicher Randbedingungen erforderlich ist.

Zu DIN 38406 „*Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Kationen (Gruppe E)*“ gehören weitere Teile. Eine Übersicht der Gruppen A bis T der „Deutschen Einheitsverfahren“ enthält Anhang B.

WARNUNG — Anwender dieser Norm sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese Norm gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

Diesem Verfahren wird bei der Einsortierung in die „Deutschen Einheitsverfahren“ die DEV-Nummer E 15 zugeordnet.

Einleitung

Aluminium kommt in natürlichen Wässern in verschiedenen Bindungsformen sowohl ungelöst (kolloidal) als auch gelöst vor. Ferner kann zwischen freiem und komplex gebundenem Aluminium unterschieden werden.

Welche dieser Fraktionen jeweils bestimmt wird, hängt vorrangig von der Probenvorbereitung ab.

Fließanalytikverfahren, welche nasschemische Verfahren automatisieren, sind besonders geeignet für die Analyse vieler Analyten in großen Probenserien bei einer hohen Analysenfrequenz.

Es wird unterschieden zwischen der kontinuierlichen Durchflussanalyse (CFA) [1] und der Fließinjektionsanalyse (FIA) [2] und [3]. Beide Verfahren beinhalten eine automatische Dosierung der Proben in ein Fließsystem (Manifold), wo der Analyt auf seinem Weg durch das Fließsystem mit den Reagenzlösungen reagiert. Die Probenvorbereitung kann in das Manifold integriert werden. Das Reaktionsprodukt wird in einem Durchflussdetektor (z. B. Photometer) gemessen.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren für die Bestimmung des gelösten Aluminiums in verschiedenen Wässern (wie Grundwasser, Trinkwasser und Oberflächenwasser, Abwasser) fest. Unter gelöstem Aluminium im Sinne dieser Norm werden alle Formen von Aluminium verstanden, die unter den Reaktionsbedingungen mit dem Farbreagenz Brenzcatechinviolett (Pyrocatecholviolett) reagieren.

Dieses Verfahren ist anwendbar auf folgende Massenkonzentrationsbereiche:

- CFA: 10 µg/l bis 100 µg/l und 100 µg/l bis 1 000 µg/l Aluminium;
- FIA: 50 µg/l bis 500 µg/l Aluminium.

Durch Variation der Arbeitsbedingungen können auch niedrigere Massenkonzentrationen bestimmt werden.

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).

DIN 38402-51, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Kalibrierung von Analysenverfahren, Auswertung von Analysenergebnissen und lineare Kalibrierfunktionen für die Bestimmung von Verfahrenskenngrößen (A 51)*

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

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

DIN ISO 10566, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Aluminium — Photometrisches Verfahren mittels Brenzcatechinviolett*

3 Grundlage des Verfahrens

Aluminium-Ionen reagieren mit Brenzcatechinviolett bei einem pH-Wert von $6,1 \pm 0,1$ zu einem blauen Komplex, dessen Extinktion bei (585 ± 5) nm gemessen wird. Wegen der gelben Farbe des Reagenzes ist die Reaktionsmischung im üblichen Arbeitsbereich grün gefärbt. Die blaue Farbe des Komplexes wird nur bei hohen Aluminium-Konzentrationen sichtbar.

4 Störungen

Der vorgeschriebene pH-Wert der Reaktionsmischung (pH-Wert $6,1 \pm 0,1$) muss strikt eingehalten werden. Bei niedrigeren pH-Werten ist die Komplexbildung nicht vollständig, während bei höheren pH-Werten das Reagenz wegen seiner pH-Indikatoreigenschaften sich auch in Abwesenheit von Aluminium blau färbt. Abweichungen zum vorgeschriebenen pH-Wert der Reaktionsmischung führen somit zu Über- bzw. Unterbefunden.

Bei stark sauren, alkalischen oder gepufferten Proben reicht die Pufferkapazität der Reagenzlösung gegebenenfalls nicht aus, um den erforderlichen pH-Wert von 6,1 zu erreichen. Alle Proben und Bezugslösungen werden deshalb vor der Analyse einheitlich auf einen pH-Wert von $1,0 \pm 0,2$ eingestellt.

Andere dreiwertige Kationen können mit Brenzcatechinviolett ebenfalls farbige Komplexe mit dem gleichen Absorptionsmaximum und ähnlichen Absorptionskoeffizienten bilden. In Wasserproben stören am meisten Fe(III)-Ionen. Durch Reduktion von Fe(III) zu Fe(II) und Komplexbildung des Fe(II) mit o-Phenanthrolin kann diese Störung minimiert werden. Bei Eisenkonzentrationen < 5 mg/l zeigt der Fe(II)-Phenanthrolin-Komplex nur vernachlässigbare Absorption bei der gleichen Wellenlänge wie der Al-Brenzcatechinviolett-Komplex (z. B. entsprechen 10 mg/l Fe etwa 50 µg/l Al).