

DIN EN 17215

ICS 71.100.80

Einsprüche bis 2018-02-08

Entwurf

**Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch –
Flockungsmittel auf Eisenbasis –
Analysenverfahren;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17215:2018**

Chemicals used for treatment of water intended for human consumption –
Iron-based coagulants –
Analytical methods;
German and English version prEN 17215:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-12-08 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an naw@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

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

Gesamtumfang 85 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17215:2018) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 164 „Wasserversorgung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der DIN-DVGW-Gemeinschaftsarbeitsausschuss NA 119-07-13 AA „Aufbereitungsstoffe und -anlagen“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die Anwendung dieser Europäischen Norm in Deutschland wird vom deutschen Fachgremium NA 119-07-13 AA unter Bezugnahme auf die in der Einleitung der Europäischen Norm angegebenen Vorbehalte auf die Trinkwasserverordnung (TrinkwV 2001) verwiesen.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen, wobei die EN-ISO-Normen nur dann genannt sind, wenn sie nicht als DIN-EN-ISO-Normen mit gleicher Zählnummer veröffentlicht sind:

EN ISO 3696 siehe DIN ISO 3696

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

Verordnung über die Qualität von Wasser für den menschlichen Gebrauch (Trinkwasserverordnung — TrinkwV 2001) in der Fassung der Bekanntmachung vom 10. März 2016 (BGBl. I S. 459), zuletzt geändert durch Artikel 2 des Gesetzes vom 17. Juli 2017 (BGBl. I S. 2615)*)

*) Bezugsquelle: Bundesministerium der Justiz (Internet: <http://www.gesetze-im-internet.de>).

Produkte zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch — Flockungsmittel auf Eisenbasis — Analysenverfahren

Chemicals used for treatment of water intended for human consumption — Iron-based coagulants — Analytical methods

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9a

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Analysenverfahren	5
5 Probenahme	8
5.1 Allgemeines	8
5.2 Feststoffe	8
5.3 Lösungen	8
5.3.1 Probenahme aus Fässern und Flaschen	8
5.3.2 Probenahme aus Tanks und Tankfahrzeugen	9
6 Angabe der Ergebnisse	9
6.1 Eisengehalt	9
6.2 Freie Säure	9
6.3 Unlösliches	9
6.4 Verunreinigungen	9
6.5 Wiederholpräzision	9
Anhang A (normativ) Analyse des Eisengehalts	10
A.1 Bestimmung der Eisen(II)-Konzentration durch Titration gegen Cer(IV)sulfat	10
A.2 Bestimmung des Gesamteisens	11
A.3 Bestimmung von Eisen(III)	12
Anhang B (informativ) Alternative Analyse des Eisengehalts	13
B.1 Bestimmung der Eisen(II)-Konzentration durch Titration gegen Kaliumdichromat	13
B.2 Bestimmung der Eisen(II)-Konzentration durch iodometrische Titration	14
Anhang C (normativ) Analyse der chemischen Parameter und Verunreinigungen	16
C.1 Bestimmung von freier Säure	16
C.2 Bestimmung von Unlöslichem	18
C.3 Bestimmung von Mangan mit Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie (FAAS)	20
C.4 Bestimmung von Arsen, Antimon und Selen mit Hydrid-Atomabsorptionsspektrometrie (HGAAS)	22
C.5 Bestimmung von Quecksilber mit Kaltdampf-Atomabsorptionsspektrometrie (CVAAS)	26
C.6 Bestimmung von Cadmium, Chrom, Nickel und Blei mit Graphitofen-Atomabsorptionsspektrometrie (GFAAS)	29
Anhang D (informativ) Bestimmung von Arsen, Antimon, Cadmium, Chrom, Mangan, Nickel, Blei und Selen (mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES))	34
D.1 Allgemeines	34
D.2 Kurzbeschreibung	34
D.3 Reagenzien	34
D.4 Prüfeinrichtung	35
D.5 Probenlösung	36
D.6 Durchführung	36

Anhang E (informativ) Bestimmung von Arsen, Antimon, Cadmium, Blei und Selen (mittels Plasmaemissions-Massenspektrometrie (ICP-MS))	38
E.1 Allgemeines	38
E.2 Kurzbeschreibung	38
E.3 Reagenzien	38
E.4 Prüfeinrichtung	39
E.5 Probenlösung	39
E.6 Durchführung	40
Literaturhinweise	41

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17215:2018) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 164 „Wasserversorgung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument gilt für Flockungsmittel auf Eisenbasis zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch. Es legt die anzuwendenden Analysenverfahren für Produkte fest, die in EN 888, EN 889, EN 890, EN 891 und EN 14664 beschrieben sind.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696)*

ISO 3165, *Sampling of chemical products for industrial use — Safety in sampling*

ISO 6206:1979, *Chemical products for industrial use — Sampling — Vocabulary*

ISO 8213, *Chemical products for industrial use — Sampling techniques — Solid chemical products in the form of particles varying from powders to coarse lumps*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: unter <http://www.iso.org/obp>

3.1

Laborprobe

Laboratoriumsprobe

Probe, die für die Übersendung an das Laboratorium nach ISO 8213 vorbereitet wurde und für die Prüfung oder Untersuchung vorgesehen ist

3.2

Untersuchungsprobe

Analysenprobe

Probe, die aus der Laborprobe hergestellt wurde und von der Prüfmengen nach ISO 6206:1979 entnommen werden

3.3

Prüfmenge

Materialmenge, die von der Untersuchungsprobe (oder Laborprobe, falls beide identisch sind) entnommen wurde und an der die Untersuchung oder Beobachtung nach ISO 6206:1979 tatsächlich durchgeführt wird

4 Analysenverfahren

Die Verfahren zur Analyse der Hauptprodukte der Normen EN 888, EN 889, EN 890, EN 891 und EN 14664 sind in Tabelle 1 angeführt.

Die für die Analyse von Flockungsmitteln auf Eisenbasis anzuwendenden Verfahren und die Kurzbeschreibung jedes Verfahrens sind in Tabelle 1 angeführt und als normative Verfahren in Anhang A bzw. informative Verfahren in Anhang B für die Analyse des Eisengehalts umfassend beschrieben. Die für andere Parameter anzuwendenden Verfahren sind in Tabelle 2 angeführt und in den Anhängen C, D und E beschrieben.

Tabelle 1 — Bestimmung des Eisengehalts (normative und informative Verfahren)

Normnummer	Hauptprodukt	Anhang mit dem Prüfverfahren und Kurzbeschreibung	
EN 888	Eisen(III)chlorid	A.3 B.2	Eisen(III)chlorid wird als Eisen(III)-Gehalt in der Untersuchungsprobe bestimmt. Eisen(III)-Gehalt wird als Differenz zwischen Gesamteisengehalt und Eisen(II)-Gehalt bestimmt.
EN 889	Eisen(II)sulfat	A.1 B.1	Eisen(II)sulfat wird als Eisen(II)-Gehalt in der Untersuchungsprobe durch Titrimetrie mit Cersulfat-Lösung bestimmt.
EN 890	Eisen(III)sulfat, Lösung	A.3 B.2	Eisen(III)sulfat wird als Eisen(III)-Gehalt in der Untersuchungsprobe bestimmt. Eisen(III)-Gehalt wird als Differenz zwischen Gesamteisengehalt und Eisen(II)-Gehalt bestimmt.
EN 891	Eisen(III)chloridsulfat	A.3 B.2	Eisen(III)chloridsulfat wird als Eisen(III)-Gehalt in der Untersuchungsprobe bestimmt. Eisen(III)-Gehalt wird als Differenz zwischen Gesamteisengehalt und Eisen(II)-Gehalt bestimmt.
EN 14664	Eisen(III)sulfat, fest	A.3 B.2	Eisen(III)sulfat wird als Eisen(III)-Gehalt in der Untersuchungsprobe bestimmt. Eisen(III)-Gehalt wird als Differenz zwischen Gesamteisengehalt und Eisen(II)-Gehalt bestimmt.

ANMERKUNG Ein alternatives Verfahren zur Bestimmung des Eisen(II)- und Eisen(III)-Gehalts ist in Anhang B beschrieben.

Tabelle 2 — Bestimmung der Parameter (normative und informative Verfahren)

Parameter	EN 888	EN 889	EN 890	EN 891	EN 14664	Verfahren	Kurzbeschreibung
Unlösliches	X	X	X	X	X	C.2	Gewogene Masse der filtrierten Probe
Eisen(II)	X		X	X	X	A.1 B.1	Bestimmung von Eisen(II) durch Titration gegen Cersulfat Bestimmung von Eisen(II) durch Titration gegen Kaliumdichromat
Freie Säure	X		X	X	X	C.1	Titration mit Natriumhydroxid
Antimon	X	X	X	X	X	C.4 D E	Hydrid-Atomabsorptions-spektrometrie ICP-OES ICP-MS
Arsen	X	X	X	X	X	C.4 D E	Hydrid-Atomabsorptions-spektrometrie ICP-OES ICP-MS
Cadmium	X	X	X	X	X	C.6 D E	Graphitofen-Atomabsorptions-spektrometrie ICP-OES ICP-MS
Chrom	X	X	X	X	X	C.6 D	Graphitofen-Atomabsorptions-spektrometrie ICP-OES
Mangan	X	X	X	X	X	C.3 D E	Flammen-Atomabsorptions-spektrometrie (FAAS) ICP-OES ICP-MS
Quecksilber	X	X	X	X	X	C.5	Kaltdampf-Atomabsorptions-spektrometrie
Blei	X	X	X	X	X	C.6 D E	Graphitofen-Atomabsorptionsspektrometrie ICP-OES ICP-MS
Nickel	X	X	X	X	X	C.6 D	Graphitofen-Atomabsorptionsspektrometrie ICP-OES
Selen	X	X	X	X	X	C.4 D E	Hydrid-Atomabsorptionsspektrometrie ICP-OES ICP-MS

ANMERKUNG Ein alternatives Verfahren zur Bestimmung von Arsen, Antimon, Cadmium, Blei und Selen mittels ICP-Massenspektrometrie ist in Anhang E beschrieben. Ein alternatives Verfahren zur Bestimmung von Arsen, Antimon, Cadmium, Chrom, Mangan, Nickel, Blei und Selen mittels ICP-OES ist in Anhang D beschrieben.

5 Probenahme

5.1 Allgemeines

Die allgemeinen Empfehlungen nach ISO 3165 und ISO 6206 beachten.

5.2 Feststoffe

Die erforderliche Laborprobe wird entsprechend dem jeweiligen in ISO 8213 beschriebenen Verfahren vorbereitet.

5.3 Lösungen

5.3.1 Probenahme aus Fässern und Flaschen

5.3.1.1 Allgemeines

Der Inhalt jedes Behälters wird durch Schütteln, Rollen oder Kippen von Seite zu Seite gemischt, wobei darauf zu achten ist, den Behälter nicht zu beschädigen sowie keine Flüssigkeit zu verschütten.

Falls der Behälter so aufgebaut ist (z. B. eine Enghalsflasche), dass die Verwendung eines Probennehmers nicht praktikabel ist, die Probe nach sorgfältigem Mischen durch Ausschütten nehmen. Ansonsten wird wie in 5.3.1.3 beschrieben verfahren.

Die Oberfläche der Flüssigkeit prüfen. Falls es Anzeichen für eine Oberflächenkontamination gibt, werden Proben wie in 5.3.1.2 beschrieben von der Oberfläche genommen. Ansonsten die Probe wie in 5.3.1.3 beschrieben entnehmen.

5.3.1.2 Probenahme von der Oberfläche

Die Probe mit Hilfe einer geeigneten Schöpfkelle nehmen. Die Schöpfkelle wird in die Flüssigkeit eingetaucht, bis der Rand soeben unterhalb der Oberfläche ist, so dass die Oberflächenschicht hineinlaufen kann. Die Schöpfkelle zurückziehen, bevor sie vollständig gefüllt ist, und die anhaftende Flüssigkeit abtropfen lassen. Der Vorgang wird, wenn nötig, wiederholt, bis nach der Probenahme aus allen anderen ausgewählten Behältern das für die nachfolgende Analyse erforderliche Gesamtvolumen der Probe erreicht ist.

5.3.1.3 Probenahme vom Boden

Die Probe mit Hilfe eines offenen Probenahmerohres oder eines Probenahmerohres mit Bodenventil nehmen, das auf die Größe des Behälters und die Viskosität der Flüssigkeit abgestimmt ist.

Bei Anwendung des offenen Probenahmerohres wird dieses an der Spitze verschlossen und das untere Ende bis zum Boden des Behälters eingetaucht. Das Probenahmerohr wird geöffnet und so schnell über den Boden des Behälters geführt, dass der Behälterboden durchquert ist, bevor das Probenahmerohr gefüllt ist. Das Probenahmerohr schließen, aus dem Behälter entnehmen und die außen an dem Probenahmerohr anhaftende Flüssigkeit abtropfen lassen.

Bei Verwendung eines Probenahmerohres mit Bodenventil wird das Ventil geschlossen, bevor das Rohr in den Behälter eingetaucht wird, und danach wird wie bei einem offenen Probenahmerohr verfahren.

5.3.2 Probenahme aus Tanks und Tankfahrzeugen

Je nach vorliegendem Fall sollte eine repräsentative Probe genommen werden:

- a) von der Oberfläche der Flüssigkeit mit einer Schöpfkelle, wie in 5.3.1.2 beschrieben;
- b) vom Boden des Tanks oder Tankfahrzeugs mit einem Probenahmerohr, wie in 5.3.1.3 beschrieben, oder unter Verwendung einer speziell beschaffenen Bodenprobenahme-Apparatur;
- c) abhängig von der Gesamttiefe, von einer oder mehrerer Positionen zwischen Boden und Oberfläche unter Verwendung eines beschwerten Probenahmegefäßes.

6 Angabe der Ergebnisse

6.1 Eisengehalt

Der Eisengehalt muss als Eisen(II)- oder Eisen(III)-Massenanteil in % angegeben werden.

6.2 Freie Säure

Die freie Säure muss als Massenanteil in % angegeben werden.

6.3 Unlösliches

Die unlöslichen Stoffe müssen als Massenanteil in % angegeben werden.

6.4 Verunreinigungen

Die Verunreinigungen sollten in mg/kg angegeben werden.

6.5 Wiederholpräzision

Jedes Laboratorium muss die Wiederholpräzision des Verfahrens für die jeweilig angewendeten verfahrenstechnischen Laborbedingungen berechnen.

Anhang A (normativ)

Analyse des Eisengehalts

ANMERKUNG Die Konzentrationen von Eisensalzlösungen werden lediglich auf der Grundlage der Eisen(II)- und Eisen(III)-Konzentrationen gemessen.

A.1 Bestimmung der Eisen(II)-Konzentration durch Titration gegen Cer(IV)sulfat

A.1.1 Allgemeines

Dieses Verfahren gilt für Produkte, die einen Massenanteil an Eisen von mehr als 0,2 % aufweisen.

A.1.2 Kurzbeschreibung

Eisen(II) wird mit Cer(IV)sulfat-Lösung, die Eisen(II) zu Eisen(III) oxidiert, direkt extrahiert.

A.1.3 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen von anerkannter Analysenqualität sein, und das verwendete Wasser muss der Qualität 3 nach EN ISO 3696 entsprechen.

A.1.3.1 Salzsäurelösung, $c(\text{HCl}) = 5,0 \text{ mol/l}$.

A.1.3.2 1,10-Phenanthrolin-Eisenkomplexlösung (Ferroin, Eisen-Indikator),
 $c([\text{Fe}(\text{o-phen})_3]\text{SO}_4) = 0,025 \text{ mol/l}$.

A.1.3.3 Cer(IV)sulfat-Lösung, in 10%iger (m/V) Schwefelsäure, $c(\text{Ce}(\text{SO}_4)_2) = 0,1 \text{ mol/l}$.

A.1.4 Prüfeinrichtung

Übliche Labor- und Glasgeräte.

A.1.5 Durchführung

A.1.5.1 Prüflösung

10 g der Laborprobe auf 0,1 mg wägen und in einen Erlenmeyerkolben geben. Mit (50 ± 5) ml Wasser verdünnen.

A.1.5.2 Bestimmung

0,5 ml Salzsäure (A.1.3.1) unter Mischen in den Erlenmeyerkolben geben. Es bildet sich eine klare, tiefgelbe Lösung.

2 bis 4 Tropfen (höchstens) Eisen-Indikator (A.1.3.2) hinzufügen. Die Lösung färbt sich rot.

Die Lösung mit Cer(IV)sulfat-Lösung (A.1.3.3) mittels Titrierbürette titrieren. Der Umschlagpunkt ist erreicht, wenn ein scharfer Farbumschlag von Rot nach Blaugrün eintritt. Das Volumen (V) des bei der Titration verbrauchten Cer(IV)sulfats notieren.

A.1.5.3 Angabe der Ergebnisse

Der Eisen(II)-Gehalt $C_{(II)}$, ausgedrückt als Massenanteil in %, ergibt sich nach folgender Gleichung:

$$C_{(II)} = \frac{V \times 0,5585}{m}$$

Dabei ist

V das Volumen des für die Titration erforderlichen Cer(IV)sulfats, in Milliliter;

m die Masse der für die Prüflösung verwendeten Probe, in Gramm.

A.2 Bestimmung des Gesamteisens

A.2.1 Allgemeines

Dieses Verfahren gilt für Produkte in der Lieferkonzentration.

A.2.2 Kurzbeschreibung

Eisen wird durch Zinn(II)chlorid reduziert und anschließend mit Cer(IV)sulfat titriert.

A.2.3 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen von anerkannter Analysenqualität sein, und das verwendete Wasser muss der Qualität 3 nach EN ISO 3696 entsprechen.

A.2.3.1 Salzsäure, HCl konzentriert, Dichte $\rho = 1,19$ g/ml.

A.2.3.2 Zinn(II)chloridlösung, $c(\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,5$ mol/l.

22,6 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ in 20 ml Salzsäure (A.2.3.1) lösen und mit Wasser auf 200 ml verdünnen. Die Lösung im Dunkeln aufbewahren.

A.2.3.3 Quecksilber(II)chlorid, gesättigte Lösung $c(\text{HgCl}_2) = 0,27$ mol/l.

A.2.3.4 1,10-Phenanthrolin-Eisenkomplexlösung (Ferroin, Eisen-Indikator),
 $c([\text{Fe}(\text{o-phen})_3]\text{SO}_4) = 0,025$ mol/l.

A.2.3.5 Cer(IV)sulfat, $c(\text{Ce}(\text{SO}_4)_2) = 0,1$ mol/l.

A.2.4 Prüfeinrichtung

Übliche Labor- und Glasgeräte.

A.2.5 Durchführung

A.2.5.1 Prüflösung

10 g der Laborprobe auf 0,1 mg wägen und in einen 200-ml-Messkolben geben, bis zur Marke mit Wasser auffüllen. $(10 \pm 0,2)$ ml dieser Lösung in einen 500-ml-Erlenmeyerkolben pipettieren.

A.2.5.2 Bestimmung

3 bis 4 Tropfen Salzsäure (A.2.3.1) zugeben und unter Rühren bis zum Sieden erhitzen.

Tropfenweise Zinn(II)chloridlösung (A.2.3.2) bis zur Entfärbung zusetzen. (Die Reduktion muss sorgfältig erfolgen. Zwei Tropfen Zinn(II)chlorid (A.2.3.2) sind notwendig, mehr muss vermieden werden.)

Die Lösung rasch in kaltem Wasser herunterkühlen. $(10 \pm 0,2)$ ml Quecksilber(II)chlorid (A.2.3.3) zugeben. Auf (200 ± 5) ml verdünnen und 3 min warten. Bei der Zugabe von Quecksilber(II)chlorid erscheint ein leichter weißer wolkiger Niederschlag. Kommt es zur Ausfällung, die Titration stoppen und eine andere aliquote Teilmenge der Laborprobe reduzieren. $(2 \pm 0,2)$ ml konzentrierte Salzsäure (A.2.3.1) und 4 bis 6 Tropfen Ferroin-Indikatorlösung (A.2.3.4) zugeben.

ANMERKUNG Ein alternatives Reduktionsverfahren ist in Anhang B beschrieben.

Die Lösung mit Cer(IV)sulfat (A.2.3.5) mittels Titrierbürette titrieren. Der Umschlagpunkt ist erreicht, wenn ein Farbumschlag von Rot nach Blaugrün eintritt. Das Volumen (V) des bei der Titration verbrauchten Cer(IV)sulfats notieren.

SICHERHEITSVORKEHRUNGEN — Die Restlösungen aus den Titrationen auffangen und entsprechend ISO 5790:1979, Anhang B, behandeln, um eine Abwasserverunreinigung zu vermeiden.

A.2.5.3 Angabe der Ergebnisse

Der Gesamteisengehalt, C_{tot} , ausgedrückt als Massenanteil in %, ergibt sich nach folgender Gleichung:

$$C_{\text{tot}} = \frac{V \times 11,17}{m}$$

Dabei ist

V das Volumen des für die Titration erforderlichen Cer(IV)sulfats, in Milliliter;

m die Masse der für die Prüflösung verwendeten Probe, in Gramm.

A.3 Bestimmung von Eisen(III)

Der Eisen(III)-Gehalt, $C_{\text{(III)}}$, ausgedrückt als Massenanteil in %, ergibt sich nach folgender Gleichung:

$$C_{\text{(III)}} = C_{\text{tot}} - C_{\text{(II)}}$$

Dabei ist

C_{tot} der Gesamteisengehalt (A.2), ausgedrückt als Massenanteil in %;

$C_{\text{(II)}}$ der Eisen(II)-Gehalt (A.1), ausgedrückt als Massenanteil in %.

Anhang B (informativ)

Alternative Analyse des Eisengehalts

B.1 Bestimmung der Eisen(II)-Konzentration durch Titration gegen Kaliumdichromat

B.1.1 Allgemeines

Dieses Verfahren gilt für Produkte, die einen Massenanteil an Eisen von mehr als 0,2 % aufweisen.

B.1.2 Kurzbeschreibung

Eisen wird direkt mit einer Kaliumdichromatlösung titriert.

B.1.3 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen von anerkannter Analysenqualität sein, und das verwendete Wasser muss der Qualität 3 nach EN ISO 3696 entsprechen.

B.1.3.1 Schwefelsäure, H_2SO_4 konzentriert, Dichte $\rho = 1,84$ g/ml.

B.1.3.2 Phosphorsäure, H_3PO_4 konzentriert, Dichte $\rho = 1,71$ g/ml.

B.1.3.3 Bariumdiphenylaminsulfonat-Lösung, $c(\text{Ba}(\text{C}_6\text{H}_5\text{-NH-C}_6\text{H}_4\text{SO}_3)_2) = 8$ mmol/l.

B.1.3.4 Kaliumdichromatlösung, $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,0166$ mol/l.

B.1.4 Prüfeinrichtung

Übliche Labor- und Glasgeräte.

B.1.5 Durchführung

B.1.5.1 Prüflösung

In einen 500-ml-Erlenmeyerkolben (200 ± 10) ml Wasser geben, (10 ± 1) ml Schwefelsäure (B.1.3.1) und (10 ± 1) ml Phosphorsäure (B.1.3.2) zusetzen. Mit Wasser kühlen. Zwischen 3 g und 10 g der Laborprobe auf 0,1 mg wägen und in den Erlenmeyerkolben mit der sauren Lösung geben.

B.1.5.2 Bestimmung

Die Prüflösung mit Kaliumdichromatlösung (B.1.3.4) mit Hilfe einer Titrierbürette titrieren und fünf Tropfen Bariumdiphenylaminsulfonat (B.1.3.3) in der Nähe des Umschlagpunkts zugeben.

Der Umschlagpunkt ist erreicht, wenn eine dauerhafte purpurne Farbe erscheint, das Volumen (V) des für die vollständige Titration notwendigen Kaliumdichromats notieren.

B.1.5.3 Angabe der Ergebnisse

Der Eisen(II)-Gehalt $C_{(II)}$, ausgedrückt als Massenanteil in %, ergibt sich nach folgender Gleichung:

$$C_{(II)} = \frac{V \times 0,5585}{m}$$

Dabei ist

V das Volumen des für die Titration erforderlichen Kaliumdichromats, in Milliliter;

m die Masse der für die Prüflösung verwendeten Probe, in Gramm.

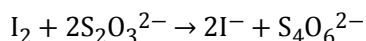
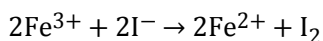
B.2 Bestimmung der Eisen(II)-Konzentration durch iodometrische Titration

B.2.1 Allgemeines

Dieses Verfahren gilt für Produkte, die einen Massenanteil an Eisen von mehr als 0,2 % aufweisen.

B.2.2 Kurzbeschreibung

Eisen(III) oxidiert Iodid-Ionen zu Iod, das mit Natriumthiosulfat titriert wird.



B.2.3 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen von anerkannter Analysenqualität sein, und das verwendete Wasser muss der Qualität 3 nach EN ISO 3696 entsprechen.

B.2.3.1 Natriumthiosulfatlösung, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

B.2.3.2 Kaliumiodid, fest.

B.2.3.3 Iodindikator (Stärke), fest.

B.2.3.4 Salzsäurelösung, $c(\text{HCl}) = 5,0 \text{ mol/l}$.

B.2.4 Prüfeinrichtung

Übliche Labor- und Glasgeräte.

B.2.5 Durchführung

B.2.5.1 Prüflösung

20 g der Probe auf 1 mg in einen 250-ml-Messkolben genau einwiegen und mit Wasser bis zur Marke auffüllen. Sorgfältig ($20 \pm 0,2$) ml der verdünnten Lösung in einen 500-ml-Erlenmeyerkolben überführen. Etwa 200 ml Wasser zugeben.

B.2.5.2 Bestimmung

(20 ± 2) ml Salzsäure (B.2.3.4) zugeben.

$(5 \pm 0,5)$ g Kaliumiodid (B.2.3.2) zugeben.

Die Lösung durchmischen und im Dunkeln für 5 min stehen lassen.

Mit Natriumthiosulfat (B.2.3.1) bis zu einer sehr blassgelben Färbung titrieren. $(0,2 \pm 0,05)$ g Iod-Indikator (B.2.3.3) zugeben, um eine tiefblaue Farbe zu erhalten, anschließend bis zum Erreichen eines farblosen Umschlagpunkts weitertitrieren.

B.2.5.3 Angabe der Ergebnisse

Der Eisen(III)-Gesamtgehalt, $C_{(III)}$, ausgedrückt als Massenanteil in %, ergibt sich nach folgender Gleichung:

$$C_{(III)} = \frac{V \times 6,981}{m}$$

Dabei ist

V das Volumen des für die Titration erforderlichen Natriumthiosulfats, in Milliliter;

m die Masse der für die Prüflösung verwendeten Probe, in Gramm.

Anhang C (normativ)

Analyse der chemischen Parameter und Verunreinigungen

C.1 Bestimmung von freier Säure

C.1.1 Allgemeines

Dieses Verfahren gilt für die Bestimmung des Säuregrades von Flockungsmitteln auf Eisenbasis zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch.

Der Messbereich muss bei Massenanteilen zwischen –5 % und 10 % liegen. Angegebene negative Werte der freien Säure beruhen auf Sulfat- oder Chlorid-Mangel.

Die Bestimmungsgrenze beläuft sich auf einen Massenanteil von 0,1 %.

C.1.2 Kurzbeschreibung

Lösen einer Untersuchungsprobe in Wasser bei festen Produkten oder Verdünnung dieser mit Wasser bei flüssigen Produkten. Zugabe eines Überschusses an Schwefelsäure, um eine positive Menge an vorhandener Säure sicherzustellen. Fluoridionen werden im Überschuss zugesetzt. Diese bilden einen starken Komplex mit Eisen(III)-Ionen und beseitigen deren saure Eigenschaften.

Die Anzahl an Wasserstoff-Ionen wird durch Titration mit Natriumhydroxid auf einen pH-Wert von 8,9 mit einem pH-Messgerät oder durch Verwendung von Phenolphthalein als Indikator bestimmt.

C.1.3 Störungen

Aluminium und Siliciumdioxid verursachen störende Wechselwirkungen mit Fluorid.

Siliciumhaltige Proben ergeben fehlerhafte, zu niedrige Ergebnisse.

C.1.4 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen von anerkannter Analysenqualität sein, und das verwendete Wasser muss der Qualität 3 nach EN ISO 3696 entsprechen.

C.1.4.1 Natriumhydroxidlösung, $c(\text{NaOH}) = 0,2 \text{ mol/l}$.

C.1.4.2 Schwefelsäurelösung, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,25 \text{ mol/l}$ (oder alternative Verwendung von $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$. Siehe Tabelle C.1.).

C.1.4.3 Kaliumfluorid, $\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

C.1.4.4 Kaliumfluoridlösung, 200 g/l. $(310 \pm 0,5) \text{ g}$ Kaliumfluorid (C.1.4.3) einwiegen und mit 1 000 ml Wasser lösen, pH-Wert auf 9,0 einstellen.

C.1.4.5 Phenolphthaleinlösung, 0,5 g in 100 ml Ethanol.

C.1.5 Prüfeinrichtung

Übliche Labor- und Glasgeräte. Sowie ein Kunststoff-Becherglas für die Titration, um eine Reaktion des Fluorid mit den Silikaten in einem Becherglas aus Glas zu vermeiden. Optional pH-Messgerät.

C.1.6 Durchführung

C.1.6.1 Prüflösung

ANMERKUNG Die Herstellung der Prüflösung hängt von der Probenart ab.

C.1.6.1.1 Feste Proben

25 g der homogenisierten Probe (m) auf 0,1 mg in ein 250-ml-Becherglas einwiegen. (100 ± 5) ml Wasser zugeben und rühren. Erforderlichenfalls 10 min erwärmen und auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen. Bis zum Maßvolumen verdünnen und gründlich mischen. Filtrieren, falls die Probe Partikel enthält. $(50 \pm 0,2)$ ml als Prüflösung in ein 250-ml-Becherglas aus Kunststoff pipettieren.

C.1.6.1.2 Flüssige Proben

3 g der homogenisierten Probe (m) auf 0,1 mg in ein 250-ml-Becherglas aus Kunststoff pipettieren. (50 ± 2) ml Wasser zugeben und filtrieren, falls die Probe Partikel enthält.

C.1.6.2 Bestimmung

0-7 ml Schwefelsäure (C.1.4.2) (V_1) zur Prüflösung (C.1.6.1) entsprechend nachfolgender Tabelle C.1 geben und rühren.

Tabelle C.1 — Zugegebene Menge an H_2SO_4

	Freie Säure in Eisen-Flockungsmitteln				
	< -2 %	-2 % bis 0 %	0 % bis 1 %	1 % bis 2 %	2 % bis 4 %
Zugegebene ml an 0,10 mol/l H_2SO_4	30	25	20	15	10
Zugegebene ml an 0,25 mol/l H_2SO_4	12	10	8	6	4

Mit einem Messzylinder (30 ± 1) ml Kaliumfluoridlösung (C.1.4.4) zugeben und 3 bis 5 Tropfen Phenolphthaleinlösung (C.1.4.5).

Lösung unverzüglich mit Natriumhydroxid (C.1.4.1) titrieren, bis eine leichte dauerhafte Rosafärbung erscheint, oder mit Hilfe eines pH-Messgeräts bis zu einem pH-Wert von 8,9. Das eingesetzte Volumen (V_2) aufzeichnen.

Werden mehr als 20 ml NaOH (C.1.4.1) benötigt, um eine dauerhafte Rosafärbung zu erhalten oder mit dem pH-Messgerät den pH-Wert von 8,9 zu erreichen, wird die Analyse wiederholt, aber mit geringerer oder ohne Zugabe von Schwefelsäure.

Werden weniger als 4 ml NaOH (C.1.4.1) benötigt, wird die Analyse wiederholt, aber mit Zugabe von mehr Schwefelsäure.

Die optimale Zugabe von NaOH (C.1.4.1) liegt zwischen 6 ml und 20 ml.

C.1.7 Berechnung

Die freie Säure (C_a), ausgedrückt als Massenanteil an Schwefelsäure in %, ergibt sich aus der folgenden Gleichung in Abhängigkeit von der Herstellung der Prüflösung:

Feste Probe (C.1.6.1.1) (mol H^+ /100 g)

$$C_{a,solid} = \frac{(V_2 C_2 - V_1 \times 2 C_1)}{m_o}$$

Flüssige Probe (C.1.6.1.2) (mol H^+ /100 g)

$$C_{a,liquid} = \frac{(V_2 C_2 - V_1 \times 2 C_1)}{m_o \times 10}$$

Dabei ist

C_1 die Ist-Konzentration dieser Lösung, ausgedrückt in mol Schwefelsäure je Liter;

V_1 das Volumen der verwendeten Schwefelsäurelösung (C.1.4.2), in Milliliter;

V_2 das Volumen der Natriumhydroxidlösung (C.1.4.1), in Milliliter;

C_2 die Ist-Konzentration dieser Lösung, ausgedrückt in mol Natriumhydroxid je Liter;

m_o die Masse der Prüfmenge, in Gramm.

Das Ergebnis kann angegeben werden als:

$$\% H_2SO_4 (m/m) = (\text{mol } H^+ / 100 \text{ g}) \times 98,08/2$$

$$\% HCl (m/m) = (\text{mol } H^+ / 100 \text{ g}) \times 36,46$$

Die vorstehende Berechnung kann als Endergebnis eine negative Zahl ergeben. Wenn eine negative Zahl erhalten wird, hat die Probe einen Säuremangel.

C.2 Bestimmung von Unlöslichem

C.2.1 Allgemeines

Dieses Verfahren gilt für die Bestimmung von Unlöslichem in Flockungsmitteln auf Eisenbasis zur Aufbereitung von Wasser für den menschlichen Gebrauch.

Der Messbereich des Massenanteils von Unlöslichem liegt zwischen 0,002 % und 10 %.

C.2.2 Kurzbeschreibung

Die Probe wird mit Salzsäure gelöst (feste Probe) oder verdünnt (flüssige Probe), so dass ein pH-Wert von unter 2 beibehalten wird, und dann durch ein getrocknetes Membranfilter mit einer Porengröße von 0,22 μm filtriert. Das Filter wird mit verdünnter Salzsäure ausgewaschen und bei 105 °C getrocknet. Die in dem Filter zurückgebliebene Materialmasse wird bestimmt.

C.2.3 Reagenzien

Alle Reagenzien sollten von anerkannter Analysenqualität sein, und das verwendete Wasser muss der Qualität 3 nach EN ISO 3696 entsprechen.

C.2.3.1 Salzsäurelösung, $c(\text{HCl}) = 0,2 \text{ mol/l}$.

C.2.3.2 Salzsäurelösung, $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ mol/l}$. $(5,0 \pm 0,2) \text{ ml}$ Salzsäure (C.2.3.1) mit Wasser auf $(100 \pm 2) \text{ ml}$ verdünnen. Der pH-Wert der Lösung muss geringer als 2 sein.

C.2.4 Prüfeinrichtung

Übliche Labor- und Glasgeräte sowie Folgendes:

C.2.4.1 Membranfilter, Porengröße $0,22 \mu\text{m}$.

C.2.4.2 Exsikkator mit trockenem Silikagel.

C.2.4.3 Ofen.

C.2.4.4 Vorrichtung zur Unterdruckfiltration, die auf einer Saugflasche sitzt, die wiederum an eine Wasserstrahlpumpe oder eine Vakuumpumpe angeschlossen ist.

C.2.5 Durchführung

C.2.5.1 Herstellung der Prüflösung

ANMERKUNG Die Herstellung der Prüflösung hängt von der Probenart ab.

C.2.5.1.1 Feste Proben

30 g der Probe (m_0) auf 0,1 mg in ein 250-ml-Becherglas einwiegen. Mit $(100 \pm 2) \text{ ml}$ verdünnter Salzsäure (C.2.3.2) lösen und 30 min rühren.

C.2.5.1.2 Flüssige Proben

60 g der Probe (m_0) auf 0,1 mg in ein 250-ml-Becherglas einwiegen. Mit $(100 \pm 2) \text{ ml}$ verdünnter Salzsäure (C.2.3.2) verdünnen und 5 min rühren.

C.2.5.2 Bestimmung

Ein Membranfilter mit einer Porengröße von $0,22 \mu\text{m}$ (C.2.4.1) in einem Ofen (C.2.4.3) $(30 \pm 5) \text{ min}$ bei $105 \text{ }^\circ\text{C}$ trocknen. Das Membranfilter in einen Exsikkator mit trockenem Silikagel (C.2.4.2) geben und auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Die Masse des getrockneten Filters auf einer Waage mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg bestimmen (m_1).

Die verdünnte Probe (C.2.5.1) durch das gewogene getrocknete Filter filtrieren. Das Filter dreimal mit $(50 \pm 5) \text{ ml}$ verdünnter Salzsäure (C.2.3.2) waschen.

Das Filter zwei Stunden bei $105 \text{ }^\circ\text{C}$ trocknen. Das Filter in einem Exsikkator abkühlen lassen. Das Filter mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg wägen (m_2).

C.2.6 Berechnung

Der Anteil an Unlöslichem (l_m), ausgedrückt als Massenanteil in %, ergibt sich nach folgender Gleichung:

$$l_m = \frac{(m_2 - m_1) \times 100}{m_0}$$

Dabei ist

m_0 die Masse der Prüfmenge, in Gramm;

m_1 die Masse des verwendeten (trockenen) Filters, in Gramm;

m_2 die Masse des trockenen Filterkuchens mit Filter (trocken), in Gramm.

C.3 Bestimmung von Mangan mit Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie (FAAS)

C.3.1 Allgemeines

Dieses Verfahren gilt für Eisensalze oder Eisenlösungen mit einem Massenanteil an Mangan von mehr als 0,05 %.

C.3.2 Kurzbeschreibung

Eisensalze oder Eisenlösungen werden in Wasser gelöst bzw. verdünnt. Mangan wird in dieser verdünnten Lösung durch eine direkte Einspritzung der Lösung in die Flamme eines Atomabsorptionsspektrometers bestimmt. Das Mangan wird dabei durch thermische Zersetzung in den atomaren Zustand umgewandelt. Die Absorption der Atome wird im Strahlengang des FAAS bei einer für dieses Element spezifischen Wellenlänge gemessen. Die Konzentrationen werden mit Hilfe einer Kalibrierkurve berechnet.

C.3.3 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen von anerkannter Analysenqualität sein, das verwendete Wasser muss der Qualität 3 nach EN ISO 3696 entsprechen und es muss höchstreine Salzsäure verwendet werden.

C.3.3.1 Salzsäure (HCl), Lösung, Massenanteil von 30 %.

C.3.3.2 Mangan, Standard-Stammlösung, $\rho_0(\text{Mn}) = 1 \text{ g/l}$.

C.3.3.3 Mangan, Standard-Zwischenlösung, $\rho_1(\text{Mn}) = 100 \text{ mg/l}$.

($10 \pm 0,2$) ml der Standard-Stammlösung (C.3.3.2) mit einer Pipette in einen 100-ml-Messkolben geben, ($3 \pm 0,2$) ml Salzsäure (C.3.3.1) zugeben und bis zur Marke mit Wasser verdünnen.

C.3.3.4 Mangan, Standardlösung, $\rho_2(\text{Mn}) = 0,5 \text{ mg/l}$.

($0,5 \pm 0,02$) ml der Standard-Zwischenlösung (C.3.3.3) mit einer Pipette in einen 100-ml-Messkolben (C.3.4.1) geben, ($3 \pm 0,2$) ml Salzsäure (C.3.3.1) zugeben und bis zur Marke mit Wasser verdünnen.

C.3.3.5 Mangan, Standardlösung, $\rho_3(\text{Mn}) = 1 \text{ mg/l}$.

($1 \pm 0,02$) ml der Standard-Zwischenlösung (C.3.3.3) mit einer Pipette in einen 100-ml-Messkolben (C.3.4.1) geben, ($3 \pm 0,2$) ml Salzsäure (C.3.3.1) zugeben und bis zur Marke mit Wasser verdünnen.

C.3.3.6 Mangan, Standardlösung, $\rho_4(\text{Mn}) = 2 \text{ mg/l}$.

($2 \pm 0,05$) ml der Standard-Zwischenlösung (C.3.3.3) mit einer Pipette in einen 100-ml-Messkolben (C.3.4.1) geben, ($3 \pm 0,2$) ml Salzsäure (C.3.3.1) zugeben und bis zur Marke mit Wasser verdünnen.

C.3.3.7 Mangan, Standardlösung, $\rho_5(\text{Mn}) = 3 \text{ mg/l}$.

($3 \pm 0,05$) ml der Standard-Zwischenlösung (C.3.3.3) mit einer Pipette in einen 100-ml-Messkolben (C.3.4.1) geben, ($3 \pm 0,2$) ml Salzsäure (C.3.3.1) zugeben und bis zur Marke mit Wasser verdünnen.

C.3.3.8 Blindwertlösung

($3 \pm 0,2$) ml der Salzsäure (C.3.3.1) mit einer Pipette in einen 200-ml-Messkolben (C.3.4.1) geben und bis zur Marke mit Wasser verdünnen.

C.3.4 Prüfeinrichtung

Übliche Labor- und Glasgeräte sowie Folgendes:

C.3.4.1 Messkolben, Nennvolumen 100 ml und 200 ml.

C.3.4.2 Analysenwaage mit einer Fehlergrenze von $\pm 0,1 \text{ mg}$.

C.3.4.3 Flammen-Atomabsorptionsspektrometer.

C.3.4.4 Elektrodenlose Entladungs- oder Hohlkathodenlampe für die Bestimmung von Mangan.

C.3.5 Durchführung

C.3.5.1 Probenlösung

20 g der Laborprobe auf 0,1 mg wägen, in einen 200-ml-Messkolben (C.3.4.1) geben und mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

C.3.5.2 Spektrometereinstellungen

Die Betriebsparameter des Flammen-Atomabsorptionsspektrometers werden entsprechend den Angaben im Betriebshandbuch des Herstellers eingestellt.

Das Spektrometer kommt bei der für Mangan spezifischen Wellenlänge von 279,5 nm zum Einsatz. Die Flamme wird aus folgenden Gasströmen gebildet: Luft: 13,5 l/min — Acetylen: 2,0 l/min.

C.3.6 Bestimmung

C.3.6.1 Prüflösung

($5 \pm 0,1$) ml der Probenlösung (C.3.5.1) mit einer Pipette in einen 100-ml-Messkolben (C.3.4.1) geben, ($3 \pm 0,2$) ml Salzsäure (C.3.3.1) zugeben und bis zur Marke mit Wasser verdünnen.

C.3.6.2 Messung

Die Prüflösung (C.3.6.1) unmittelbar durch Ansaugen über einen Zerstäuber in die Flamme einspritzen, dabei das Spektrometer wie in C.3.5.2 beschrieben einstellen. Das Einspritzen dreimal wiederholen, jeweils die Extinktion festhalten und den Mittelwert berechnen.

C.3.6.3 Kalibrierfunktion

Für die Kalibrierfunktion jeweils die Extinktion der vier Standardlösungen (C.3.3.7, C.3.3.6, C.3.3.5 und C.3.3.4) beziehungsweise die Extinktion der Blindwertlösung (C.3.3.8) in der gleichen Weise wie bei den Probenlösungen messen (siehe C.3.5.2). Die Kalibrierfunktion aus den Mittelwerten der Extinktionen jeder Lösung, ausgedrückt in Extinktionseinheiten, auf der senkrechten Achse und den entsprechenden Konzentrationen, ausgedrückt in Milligramm je Liter, auf der waagerechten Achse berechnen.

C.3.7 Angabe der Ergebnisse

Die Mangankonzentration (C_{Mn}) der Prüflösung wird mittels der Kalibrierfunktion (C.3.6.3) berechnet.

Der Mangan-Massenanteil der Eisensalze oder Eisenlösungen (C_s), ausgedrückt in Milligramm je Kilogramm Eisenprodukt, wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$C_s = \frac{C_{Mn} \times 4\,000}{m}$$

Dabei ist

C_{Mn} die Mangankonzentration in der Prüflösung, in Milligramm je Liter;

m die Masse der für die Prüflösung verwendeten Probe, in Gramm.

C.4 Bestimmung von Arsen, Antimon und Selen mit Hydrid-Atomabsorptionsspektrometrie (HGAAS)

C.4.1 Kurzbeschreibung

Arsen (As), Antimon (Sb) und Selen (Se) werden mit Natriumtetrahydroborat zu den Elementhydriden H_3As , H_3Sb und H_2Se reduziert. Diese gasförmigen Hydride werden mit Argongas in eine beheizte Quarzküvette überführt und thermisch zersetzt. Die Absorption der Atome wird im Strahlengang eines Atomabsorptionsspektrometers bei einer elementspezifischen Wellenlänge gemessen. Die Konzentrationen werden mittels Kalibrierkurven berechnet.

C.4.2 Allgemeines

Dieses Verfahren ist für die Bestimmung von niedrigen Konzentrationen an Arsen, Antimon und Selen in Eisensalzen oder Eisenlösungen geeignet.

Die geeigneten Massenanteilsbereiche für dieses Verfahren sind (in Milligramm je Kilogramm Eisenprodukt):

As 0,1 mg/kg bis 0,5 mg/kg;

Sb 0,1 mg/kg bis 0,5 mg/kg;

Se 0,1 mg/kg bis 0,5 mg/kg.

Bei höheren Massenanteilen ist die Probenlösung zu verdünnen.

C.4.3 Probe

(20 ± 0,5) g des Eisensalzes in (20 ± 1) ml Wasser lösen. Eisen(II)-Proben mit (30 ± 1) ml Wasserstoffperoxidlösung (C.4.4.1) versetzen. Nach Zugabe von (50 ± 2) ml Salzsäure (B.5.4.2) die Lösung unter Verwendung eines Rückflusskühlers (C.4.5.3) für (15 ± 2) min sieden lassen. Die Lösung abkühlen, in einen 200-ml-Messkolben (C.4.5.5) überführen und mit Wasser bis zur Marke auffüllen. Dies ist die Probenlösung.

C.4.4 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen von anerkannter Analysenqualität sein, und das verwendete Wasser muss der Qualität 3 nach EN ISO 3696 entsprechen.

C.4.4.1 Wasserstoffperoxid (H₂O₂), Lösung, Massenanteil 30 %.

C.4.4.2 Salzsäure (HCl), Lösung, Massenanteil 30 %.

C.4.4.3 L-Ascorbinsäurelösung 100 g/l.

C.4.4.4 Oxalsäurelösung 100 g/l.

C.4.4.5 Kaliumiodidlösung 100 g/l.

C.4.4.6 Schwefelsäurelösung, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$.

C.4.4.7 Natriumtetrahydroboratlösung, Massenanteil von 5 % NaBH₄ in NaOH-Lösung mit einem Massenanteil von 1 %.

C.4.4.8 Element-Stammlösungen, $\rho_0(\text{As, Sb, Se}) = 1 \text{ g/l}$.

C.4.4.9 Element-Standardlösungen, $\rho_1(\text{As, Sb, Se}) = 10 \text{ mg/l}$, herzustellen durch Verdünnung von C.4.4.8.

C.4.4.10 Element-Standardlösungen, $\rho_2(\text{As, Sb, Se}) = 0,1 \text{ mg/l}$, herzustellen durch Verdünnung von C.4.4.8.

C.4.4.11 Kalibrierlösungen 0 mg/l, 0,001 mg/l, 0,002 mg/l, 0,004 mg/l, 0,008 mg/l und 0,01 mg/l.

Herstellen durch Pipettieren von jeweils 0 ml, 1 ml, 2 ml, 4 ml, 8 ml und 10 ml der Element-Standardlösungen (C.4.4.10) in eine Reihe von 100-ml-Messkolben (C.4.5.7) und Zugabe von (30 ± 1) ml Oxalsäure (C.4.4.4), (10 ± 0,5) ml Kaliumiodid (C.4.4.5), (5 ± 0,2) ml L-Ascorbinsäure (C.4.4.3) und (5 ± 0,2) ml Salzsäure (C.4.4.2) für As und Sb. Dann die Messkolben bis zur Marke mit Wasser auffüllen. Die Konzentrationen der Kalibrierlösungen betragen 0 mg/l, 0,001 mg/l, 0,002 mg/l, 0,004 mg/l, 0,008 mg/l und 0,01 mg/l.

C.4.5 Prüfeinrichtung

Übliche Labor- und Glasgeräte sowie Folgendes.

C.4.5.1 Analysenwaage.

C.4.5.2 Messzylinder, Nennvolumen 50 ml.

C.4.5.3 Rundkolben mit Rückflusskühler.

C.4.5.4 Heizplatte.

C.4.5.5 Messkolben, Nennvolumen 200 ml.

C.4.5.6 Pipetten, Nennvolumen 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml und 20 ml.

C.4.5.7 Messkolben, Nennvolumen 100 ml.

C.4.5.8 Atomabsorptionsspektrometer.

C.4.5.9 Elektrodenlose Entladungslampen für die Bestimmung von As, Sb und Se.

C.4.5.10 Hydridsystem, bestehend aus einer beheizbaren Quarzküvette, einer Reaktionseinheit und einer Kontrolleinheit.

C.4.5.11 Argongasversorgung.

C.4.6 Durchführung

C.4.6.1 Spektrometereinstellungen

Das Atomabsorptionsspektrometer (C.4.5.8) und das Hydridsystem (C.4.5.10) werden entsprechend den Angaben im Betriebshandbuch des Herstellers eingestellt. Das Spektrometer arbeitet mit folgenden Wellenlängen für jedes Element:

As 193,7 nm;

Sb 217,6 nm;

Se 196,0 nm.

Die Quarzküvette wird auf 900 °C geheizt.

C.4.6.2 Messung von Arsen und Antimon

($20 \pm 0,1$) ml der Probenlösung (C.4.3) in einen 100-ml-Messkolben (C.4.5.7) pipettieren. (30 ± 1) ml Oxalsäure (C.4.4.4), ($10 \pm 0,5$) ml Kaliumiodid (C.4.4.5), ($5 \pm 0,2$) ml L-Ascorbinsäure (C.4.4.3) und ($5 \pm 0,2$) ml Salzsäure (C.4.4.2) zugeben und anschließend mit Wasser bis zur Marke auffüllen. Die hergestellte Lösung muss 3 h stehen gelassen werden, um eine vollständige Reaktion sicherzustellen. Dann ($5 \pm 0,1$) ml der Lösung mit einer Pipette (C.4.5.6) in das Reduktionsgefäß geben, (10 ± 1) ml Schwefelsäure (C.4.4.6) zusetzen und die Hydridsystem-Kontrolleinheit starten. Die Lösung wird mit NaBH_4 (C.4.4.7) reduziert, und H_3As und H_3Sb werden unverzüglich mit dem Argongas (C.4.5.11) in die auf 900 °C geheizte Quarzküvette überführt. Die Absorption des Arsens mit einer arsenspezifischen Lampe (C.4.5.9) bei einer Wellenlänge von 193,7 nm messen. Die Absorption des Antimons mit einer antimonspezifischen Lampe (C.4.5.9) bei einer Wellenlänge von 217,6 nm messen.

C.4.6.3 Messung von Selen

($20 \pm 0,1$) ml der Probenlösung (C.4.3) in einen 100-ml-Messkolben (C.4.5.7) pipettieren. (30 ± 1) ml Oxalsäure (C.4.4.4) und ($5 \pm 0,2$) ml Salzsäure (C.4.4.2) zugeben und anschließend mit Wasser bis zur Marke auffüllen. ($5 \pm 0,1$) ml der Lösung in das Reduktionsgefäß pipettieren, (10 ± 1) ml Schwefelsäure (C.4.4.6) zusetzen und die Hydridsystem-Kontrolleinheit starten. Die Lösung wird mit NaBH_4 (C.4.4.7) reduziert und H_2Se unverzüglich mit dem Argongas (C.4.5.11) in die auf 900 °C geheizte Quarzküvette überführt. Die Absorption des Selen mit einer selenspezifischen Lampe (C.4.5.9) bei einer Wellenlänge von 196,0 nm messen.