

Bodenbeschaffenheit
Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt,
Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink
Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren
(ISO/DIS 11047)

DIN
ISO 11047

Einsprüche bis 31. Jul 1995

ICS 13.080

Anwendungswarnvermerk
beachten!

Soil quality – Determination of cadmium, chromium, cobalt, copper, lead, manganese, nickel and zinc – Flame and electrothermal atomic absorption spectrometric methods (ISO/DIS 11047)

Qualité du sol – Dosage du cadmium, chrome, cobalt, cuivre, plomb, manganèse, nickel et zinc – Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme et par électrothermie (ISO/DIS 11047)

Das internationale Schriftstück ISO/DIS 11047 "Soil quality - Determination of cadmium, chromium, cobalt, copper, lead, manganese, nickel and zinc - Flame and electrothermal atomic absorption spectrometric methods", das vom ISO/TC 190/SC 3 am 23. September 1994 als ISO/DIS verabschiedet wurde, ist unverändert in diesen deutschen Norm-Entwurf übernommen worden.

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf 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 an den Normenausschuß Wasserwesen (NAW) DIN Deutsches Institut für Normung e.V., 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin).

Nationales Vorwort

Dieser Norm-Entwurf wurde vom Technical Committee ISO/TC 190 "Bodenbeschaffenheit" aufgestellt. Für Deutschland war der NAW I B 3 "Boden - Chemische Bodenuntersuchungsverfahren" an der Bearbeitung beteiligt.

Zu den in diesem Norm-Entwurf zitierten Normen bestehen folgende DIN-Normen:

ISO 3696 siehe DIN ISO 3696 : 1991-06
ISO 11465 siehe E DIN ISO 11465: 1993-07
ISO 11466 siehe E DIN ISO 11466: 1993-07

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise in nationalen Zusätzen

DIN ISO 3696

Wasser für analytische Zwecke - Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696 : 1987

Fortsetzung Seite 2 bis 16

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

E DIN ISO 11465

Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Trockensubstanz und des Wassergehaltes auf Grundlage der Masse - Gravimetrisches Verfahren; Identisch mit ISO/DIS 11465 : 1992

E DIN ISO 11466

Bodenbeschaffenheit - Extraktion in Königswasser löslichen Spurenmetallen; Identisch mit ISO/DIS 11466 : 1992

Deutsche Übersetzung

Bodenbeschaffenheit – Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink – Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedskörperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitgliedskörperschaft, 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 Mitgliedskörperschaften zur Abstimmung vorgelegt. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert Zustimmung von mindestens 75 % der abstimmenden Mitgliedskörperschaften.

Die Internationale Norm ISO 11047 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 190 "Bodenbeschaffenheit" erarbeitet.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt 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 Königswasser-Extrakt mit der Atomabsorptionsspektrometrie. Die Wahl des Verfahrens für ein Element hängt von der Menge dieses in der Probe erwarteten Elements ab, und beide Verfahren können notwendig sein, um alle Elemente in einer Probe zu erfassen. Die Verfahren sind anwendbar, wenn der Elementgehalt je nach Zweckmäßigkeit oberhalb oder unterhalb der in Tabelle 1 angegebenen Menge (in mg/kg Trockenmasse) liegt. Die beiden Verfahren umfassen 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 sind beiden Verfahren und den unterschiedlichen Elementen innerhalb jedes Verfahrens gemeinsam. Den Anwendern wird jedoch geraten, die gesamte Norm vor Beginn einer der Arbeitsabläufe gründlich zu studieren.

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

Tabelle 1: Orientierungswerte (mg/kg) für die Elementmengen in Königswasser-Extrakten nach dem zu verwendenden Verfahren

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 sind für die zur Zeit der Publikation dieser Internationalen Norm verfügbaren Geräte und Techniken geeignet. Technische Verbesserungen können diesen Stand in Zukunft ändern. Im Zweifelsfall sollten Anwender den Rat des Fachmanns einholen.

ANMERKUNG 2: Diese Norm bezieht sich speziell auf die Anwendung der Atomabsorptionsspektrometrie. Es gibt zahlreiche andere Formen der Atomspektroskopie. Anwendern dieser Verfahren sei versichert, daß derartige Techniken zu Ergebnissen führen, die mit denen der hier angegebenen Verfahren vergleichbar sind. Es wäre jedoch falsch, eine genaue Übereinstimmung zwischen unterschiedlichen Formen der Geräte der Atomspektroskopie vorauszusetzen, auch wenn sie auf genau dieselben Extrakte angewendet werden. Anwender dieser Norm müssen im Prüfbericht die spektroskopischen Verfahren angeben, wenn sie von den hier verwendeten abweichen. Anwender dieser Norm sollten ihre Laboratorien nach anerkannten Qualitätssicherungsverfahren führen. Beglaubigte Referenzmaterialien können für die Festlegung der Menge der entsprechenden Elemente in lokal abgeleiteten Kontrollmaterialien verwendet werden. Letztere können für die Routinequalitätskontrolle der in dieser Norm angegebenen Arbeitsabläufe verwendet werden. Beglaubigte Referenzmaterialien sollten regelmäßig verwendet werden, um die Integrität der lokalen Kontrollmaterialien und somit das Qualitätskontrollsystem aufrechtzuerhalten.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Normen enthalten Festlegungen, die durch die Verweisung in diesem Text auch für diese Internationale Norm gelten. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle Normen unterliegen der Überarbeitung. Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf dieser Internationalen Norm basieren, sind gehalten, nach Möglichkeit die neuesten Ausgaben der nachfolgend aufgeführten Normen zu verwenden. IEC- und ISO-Mitglieder verfügen über Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

ISO 3696 : 1987

Water for analytical laboratory use - Specification and test methods.

ISO 11465 : 1993

Soil quality - Determination of dry matter and water content on a mass basis - Gravimetric method.

ISO 11466

Soil quality - Extraction of trace elements soluble in aqua regia¹⁾.

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

A.1 Grundlagen

Das Verfahren basiert auf der atomabsorptionsspektrometrischen Messung des Elementgehaltes eines Königswasser-Extraktes der Probe, der nach ISO 11466 hergestellt wird, unter den in Tabelle 2 angegebenen gerätetechnischen Bedingungen.

Tabelle 2: Allgemeine analytische Bedingungen für die Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie

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

¹⁾ In Vorbereitung

ANMERKUNG 3: Die angegebenen Wellenlängen sind am empfindlichsten. Störungen werden im allgemeinen stark verringert, wenn die Stickstoffoxidflamme verwendet wird. Anwender sollten wissen, daß kleine Änderungen der Gasverhältnisse bedeutende Wirkungen auf die Intensität des analytischen Signals haben können, und es kann sich auch die Linearität der Instrumentenanzeige ändern.

A.2 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen den anerkannten Reinheitsgrad zur Analyse besitzen. Es ist entionisiertes oder destilliertes Wasser aus einer Allglasapparatur zu verwenden, das der Klasse 2 nach ISO 3696 entspricht. Alle Verweisungen auf Wasser in dieser Internationalen Norm bedeuten Wasser dieser Qualität. Das für die Blindwertbestimmungen und die Herstellung der Reagenzien und Standardlösungen verwendete Wasser muß einen Elementgehalt besitzen, der, verglichen mit der in den Proben zu bestimmenden niedrigsten Konzentration, vernachlässigbar ist.

ANMERKUNG 4: Die Temperaturen aller Reagenzien und Prüflösungen sollten während der Meßdauer jeweils nicht mehr als 1 °C voneinander abweichen.

A.2.1 Salzsäure, 37 %; $\rho \sim 1,18$ g/ml

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

A.2.2 Salpetersäure, 65 %; $\rho \sim 1,42$ g/ml

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

A.2.3 Salpetersäure, verdünnt im Verhältnis 1 + 3 (V/V)

250 ml Salpetersäure ($\rho \sim 1,42$ g/ml) sind zu 500 ml Wasser zuzugeben und auf 1 000 ml aufzufüllen.

A.2.4 Schwefelsäure, 98 %, $\rho \sim 1,84$ g/ml

A.2.5 Lanthanlösung, 37 g/l Lanthan

100 g Lanthan(III)chlorid $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ werden in Wasser aufgelöst und mit Wasser auf 1 l aufgefüllt.

A.2.6 Blindwertlösung ohne Lanthan - für die Kalibrierung

210 ml Salzsäure (A.2.1) und 70 ml Salpetersäure (A.2.2) werden mit Wasser auf 1 l aufgefüllt.

A.2.7 Blindwertlösung mit Lanthan - für die Kalibrierung

210 ml Salzsäure (A.2.1) und 70 ml Salpetersäure (A.2.2) werden mit Wasser auf 500 ml aufgefüllt. Es werden 100 ml Lanthanchloridlösung (A.2.5) zugegeben und mit Wasser auf 1 l aufgefüllt.

A.3 Herstellung von Stamm- und Standardlösungen von einzelnen Elementen

Die Stammlösungen aller Elemente sind nach einem Jahr zu verwerfen, die Standardlösungen sind jedoch monatlich zu erneuern.

A.3.1 Cadmiumlösungen

WARNUNG: Cadmium ist hochtoxisch. Es sind Maßnahmen zu ergreifen, die seine Aufnahme vermeiden.

A.3.1.1 Cadmium, Stammlösung, die 1 000 mg/l Cadmium entspricht.

(1,000 0 $\pm$ 0,000 2) g metallisches Cadmium (Mindestreinheit 99,99 %) werden in einem 250-ml-Becherglas mit Abdeckung mit 40 ml im Verhältnis 1 + 3 verdünnter Salpetersäure (A.2.3) aufgelöst. Nach der Auflösung werden 100 ml Wasser zugegeben, zum Austreiben nitroser Dämpfe gekocht, abgekühlt, in einen 1 000-ml-Meßkolben übertragen und bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt.

A.3.1.2 Cadmium, Standardlösung, die 20 mg/l Cadmium entspricht.

20,00 ml Cadmiumstammlösung (A.3.1.1) werden in einen 1 000-ml-Meßkolben pipettiert, 20 ml im Verhältnis 1 + 3 verdünnte Salpetersäure (A.2.3) zugegeben und bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt.

A.3.2 Chromlösungen

A.3.2.1 Chrom, Stammlösung, die 1 000 mg/l Chrom entspricht.

(2,829 0 $\pm$ 0,000 2) g hochreines Kaliumdichromat $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, das 24 h bei 130 °C getrocknet wird, werden in einem 400-ml-Becherglas mit Abdeckung mit 40 ml Wasser aufgelöst, 5 ml Schwefelsäure