SLOVENSKI STANDARD

SIST DIN 38406-26

maj 2015

Nemške standardne metode za preiskavo vode, odpadne vode in blata – Kationi (skupina E) – 26. del: Določevanje talija z atomsko absorpcijsko spektrometrijo (AAS) z uporabo elektrotermične atomizacije (E 26)

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Kationen (Gruppe E) – Teil 26: Bestimmung von Thallium mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) im Graphitrohrofen (E 26)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

SIST DIN 38406-26:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb254215-e7c6-4e85-94cf-5adcd673bcf3/sist-din-38406-26-2015

ICS 13.060.50

Referenčna oznaka
SIST DIN 38406-26:2015 ((sl),de)

Nadaljevanje na straneh II in od 1 do 12

© 2015-05. Slovenski inštitut za standardizacijo. Razmnoževanje celote ali delov tega standarda ni dovoljeno.

NACIONALNI UVOD

Standard SIST DIN 38406-26 ((sl),de), Nemške standardne metode za preiskavo vode, odpadne vode in blata – Kationi (skupina E) – 26. del: Določevanje talija z atomsko absorpcijsko spektrometrijo (AAS) z uporabo elektrotermične atomizacije (E 26), 2015, ima status slovenskega standarda in je enakovreden nemškemu standardu DIN 38406-26 (de), Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Kationen (Gruppe E) – Teil 26: Bestimmung von Thallium mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) im Graphitrohrofen (E 26), 1997.

NACIONALNI PREDGOVOR

Nemški standard DIN 38406-26:1997 je pripravil tehnični odbor Nemškega inštituta za standardizacijo DIN NA 005-01-13 AA.

Slovenski standard SIST DIN 38406-26:2015 je z metodo ponatisa z nacionalnim predgovorom privzet nemški standard DIN 38406-26:1997.

Odločitev za privzem tega standarda po metodi ponatisa z nacionalnim predgovorom je 8. januarja 2015 sprejel SIST Strokovni svet za splošno področje.

OSNOVA ZA IZDAJO STANDARDA

– privzem standarda DIN 38406-26:1997

OPOMBI

– Povsod, kjer se v besedilu standarda uporablja izraz “nemški standard”, v SIST DIN 38406-26:2015 to pomeni “slovenski standard”.

– Uvod in nacionalni predgovor nista sestavni del standarda.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
SIST DIN 38406-26:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb254215-e7c6-4e85-94cf-5adcd673bcf3/sist-din-38406-26-2015

SIST DIN 38406-26:2015

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

Kationen (Gruppe E)

Teil 26: Bestimmung von Thallium mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) im Graphitrohrofen (E 26)

DIN 38406-26

ICS 13.060.40

Deskriptoren: Wasseruntersuchung, Thallium, Atomabsorptionsspektrometrie

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge — Cations (group E) — Part 26: Determination of thallium by atomic absorption spectrometry (AAS) using electrothermal atomisation (E 26)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues — Cations (groupe F) — Partie 26: Dosage du thallium par la spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation electrothermique (E 26)

Vorwort

Diese Norm wurde gemeinsam mit der Fachgruppe Wasserchemie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker aufgestellt (siehe Anhang A).

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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 A.

SIST DIN 38406-26:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb254215-e7c6-4e85-94cf-5adcd673bcf3/sist-din-38406-26-2015

Anhang A ist informativ.

1 Anwendungsbereich

Das Verfahren ist geeignet zur Bestimmung von Thallium in Wasser in Massenkonzentrationen von 2 µg/l bis 50 µg/l bei einem Dosiervolumen von 20 µl. Durch Verdünnen oder durch Wahl kleinerer Volumina bei Herstellung der Meßlösung kann der Anwendungsbereich zu höheren Massenkonzentrationen hin erweitert werden. In Schlämmen und Sedimenten kann Thallium nach entsprechenden Aufschlußverfahren (z. B. nach DIN 38414-7) ebenfalls bestimmt werden.

Fortsetzung Seite 2 bis 12

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

© DIN Deutsches Institut für Normung e.V. · Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, gestattet.
Alleinverkauf der Normen durch Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin

NormCD - Stand 2009-03

SIST DIN 38406-26:2015

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 12331
Laborgeräte aus Glas — Becher

DIN 12664-1
Laborgeräte aus Glas — Meßkolben mit einer Marke — Meßkolben mit Bördelrand, Kegelhülse und Kegelschliffverbindung

DIN 12691
Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten mit einer Marke, schnellablaufend, Wartezeit 15 Sekunden, Klasse AS

DIN 38402-11
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 11: Probenahme von Abwasser (A 11)

DIN 38402-12
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme aus stehenden Gewässern (A 12)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

DIN 38402-13
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme aus Grundwasserleitern (A 13)

SIST DIN 38406-26:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb254215-e7c6-4e85-94cf-5adcd673bcf3/sist-din-38406-26-2015

DIN 38402-14
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme von Rohwasser und Trinkwasser (A 14)

DIN 38402-15
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme aus Fließgewässern (A 15)

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 38414-1
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Schlamm und Sedimente (Gruppe S) — Probenahme von Schlämmen (S 1)

NormCD - Stand 2009-03

SIST DIN 38406-26:2015

DIN 38414-7
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Schlamm und Sedimente (Gruppe S) — Aufschluß mit Königswasser zur nachfolgenden Bestimmung des säurelöslichen Anteils von Metallen (S 7)

DIN 51401-1
Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) — Begriffe

DIN 51401-1 Bbl 1
Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) — Teil 1: Begriffe, Erläuterungen

[1] Vorschlag für ein Deutsches Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Allgemeine Angaben (Gruppe A); Vorbehandlung, Teilung und Homogenisierung heterogener Wasserproben für die Bestimmung von Schwermetallen (A 30/31), VCH-Verlag, Weinheim, 1988

3 Definitionen

Für die Anwendung dieser Norm gelten die Begriffe zur Atomabsorptionsspektrometrie nach DIN 51401-1 (siehe auch DIN 51401-1 Bbl 1).

4 Grundlage des Verfahrens

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Die Meßlösungen werden in ein elektrisch aufheizbares Graphitrohr eines im Atomabsorptionsspektrometer eingebauten Graphitrohrofens injiziert. Die Extinktionen bzw. zeitintegrierten Extinktionen werden bei einer Wellenlänge von 276,8 nm gemessen.

SIST DIN 38406-26:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb254215-e7c6-4e85-94cf-5adcd673bcf3/sist-din-38406-26-2015

5 Störungen

Folgende Ionen stören die Bestimmung nicht, sofern ihre Massenkonzentrationen in der Wasserprobe 100 mg/l nicht überschreiten: Eisen, Kupfer, Nickel, Chrom, Cobalt und Blei.

Bei Natrium, Kalium, Calcium, Magnesium, Sulfat und Chlorid wurden bis Massenkonzentrationen von 1000 mg/l keine Störungen beobachtet. Dies gilt nur, wenn die in 9.2 beschriebene Probenvorbehandlung angewandt wird.

Kombinationen der genannten Ionen können jedoch bereits bei wesentlich niedrigeren Massenkonzentrationen zu Meßwerterniedrigungen oder -erhöhungen führen.

Bei Proben, deren Matrixeinfluß nicht genau bekannt ist, wird das Additionsverfahren (siehe 10.3) angewandt. Spektrale Störungen lassen sich durch Einsatz eines Untergrundkompensators weitgehend vermeiden.

NormCD - Stand 2009-03

SIST DIN 38406-26:2015

6 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung von Thallium mittels Atomabsorptionsspektrometrie im Graphitrohrofen (E 26):

Verfahren DIN 38406 — E 26

7 Geräte

Die Glasgeräte müssen unmittelbar vor Gebrauch mit warmer verdünnter Salpetersäure, $c(HNO_3)$ etwa 2 mol/l, gereinigt und anschließend mit Wasser (nach 8.1) gespült werden. Pipettenspitzen und Einweggefäße aus Kunststoff sind chargenweise auf Verunreinigung durch Thallium zu prüfen.

Folgende Geräte werden verwendet:

— Atomabsorptionsspektrometer mit Untergrundkompensation und Strahlungsquelle für die Thalliumbestimmung;

— Graphitrohrofen mit Steuergerät;

— Pyrolytisch beschichtetes Graphitrohr mit Plattform;

— Gasversorgung mit Argon;

— Meßkolben, Nennvolumen 10 ml, 100 ml und 1000 ml, z. B. Meßkolben DIN 12664 — MS A 10;

— Vollpipetten, Mikroliterpipetten oder Diluter, z. B. Vollpipetten nach DIN 12691;

— Becherglas, Nennvolumen 250 ml, z. B. Becher DIN 12331 — H 250;

— Heizquelle, z. B. elektrische Heizplatte.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8 Reagenzien

8.1 Allgemeines

Als Reagenzien sind mindestens solche des Reinheitsgrades “zur Analyse”, als Wasser ist bidestilliertes oder Wasser gleichen Reinheitsgrades zu verwenden. Der Thalliumgehalt des Wassers und der Reagenzien muß im Vergleich zur geringsten zu bestimmenden Konzentration vernachlässigbar sein.

SIST DIN 38406-26:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab2b1b5-a7e6-4e85-94ef-5adcd673be3/sist-din-38406-26-2015

8.2 Salpetersäure, $\varrho(HNO_3)$ = 1,40 g/ml

8.3 Salzsäure, $\varrho(HCl)$ = 1,16 g/ml

8.4 Schwefelsäure, $\varrho(H_2SO_4)$ = 1,80 g/ml

8.5 Wasserstoffperoxid, (Dihydrogendioxid), $w(H_2O_2)$ = 30 %

8.6 Thallium-Stammlösung I, $\varrho(Tl)$ = 1000 mg/l

— (1000 ± 2) mg Thallium mit 10 ml Salpetersäure (nach 8.2) und 10 ml Wasser in einem 1000-ml-Meßkolben lösen. Die Lösung mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

NormCD - Stand 2009-03

SIST DIN 38406-26:2015

Diese Stammlösung darf auch unter Verwendung eines handelsüblichen Thallium-Standards, der (1 000 ± 2) mg Thallium enthält, hergestellt werden.

8.7 Thallium-Stammlösung II, ϱ(Tl) = 10 mg/l

— 10 ml der Thallium-Stammlösung I (nach 8.6) in einen 1 000-ml-Meßkolben pipettieren, der Lösung 10 ml Salpetersäure (nach 8.2) zufügen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

8.8 Thallium-Standardlösung I, ϱ(Tl) = 1 000 µg/l

— 10 ml der Thallium-Stammlösung II (nach 8.7) in einen 100-ml-Meßkolben pipettieren, 1 ml Salpetersäure (nach 8.2) zufügen und mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

8.9 Thallium-Standardlösung II, ϱ(Tl) = 50 µg/l

— 5 ml der Thallium-Standardlösung I (nach 8.8) in einen 100-ml-Meßkolben pipettieren, 1 ml Salpetersäure (nach 8.2) zufügen und mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

Diese Lösung ist unmittelbar vor Gebrauch anzusetzen.

8.10 Bezugslösungen

Entsprechend dem Arbeitsbereich aus der Thallium-Standardlösung I (nach 8.8) mindestens 5 Bezugslösungen herstellen.

Für den Bereich von 5 µg/l bis 50 µg/l z. B. wie folgt vorgehen:

— In fünf 100-ml-Meßkolben 0,5 ml; 1 ml; 2 ml; 3 ml bzw. 5 ml der Thallium-Standardlösung I (nach 8.8) pipettieren, jeder Lösung 1 ml Salpetersäure (nach 8.2) und 2 ml Schwefelsäure (nach 8.4) zufügen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Die Bezugslösungen enthalten 5 µg/l; 10 µg/l; 20 µg/l; 30 µg/l bzw. 50 µg/l Thallium.

SIST DIN 38406-26:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb254215-7c6-4e85-94cf-5ede0d7bc6/sist-din-38406-26-2015

Die Verwendung von Mikroliterpipetten ist ebenfalls möglich und erlaubt auch die Herstellung kleinerer Volumina an Bezugslösung. Die Anwendung von Dilutern ist zugelassen.

8.11 Blindwertlösung

— 100 ml Wasser (nach 8.1) in einem 250-ml-Becherglas mit 2,5 ml Schwefelsäure (nach 8.4) versetzen. Das Gemisch bis zum Entstehen von SO_3-Nebel einengen. Den Rückstand mit 1 ml Salpetersäure (nach 8.2) und etwas Wasser aufnehmen und in einem Meßkolben mit Wasser auf 100 ml auffüllen.

Wird die Probe aufgeschlossen, ist auch für die Blindwertlösung die Probenvorbehandlung nach 9.2.2 erforderlich.

8.12 Nullwertlösung

— Als Nullwertlösung Wasser (nach 8.1) verwenden.

Die Blindwertlösung (nach 8.11) darf als Nullwertlösung verwendet werden, wenn ihr Gehalt an Thallium vernachlässigbar ist.

NormCD - Stand 2009-03

SIST DIN 38406-26:2015

8.13 Isoformierungslösung

— 300 mg Palladium-Metallpulver in 1 ml Salpetersäure (nach 8.2) und 10 µl Salzsäure (nach 8.3) unter vorsichtigem Erwärmen lösen und mit Wasser auf 100 ml auffüllen.

— 200 mg Magnesiumnitrat, $Mg(NO_3)_2$, in Wasser lösen und auf 100 ml auffüllen.

Die Isoformierungslösung durch Mischen gleicher Volumina der Palladium- und Magnesiumnitrat-Lösung herstellen. 10 µl dieser Lösung enthalten 15 µg Pd und 10 µg $Mg(NO_3)_2$.

Die Isoformierungslösung darf auch unter Verwendung handelsüblicher Konzentrate hergestellt werden.

9 Probenahme und Probenvorbehandlung

9.1 Probenahme

Für die Probenahme von Wasser sind die Angaben in DIN 38402-11 bis DIN 38402-15 zu berücksichtigen. Proben in Glas-, Quarz- oder Kunststoffbehältern nehmen.

Bei der Untersuchung von Schlamm und Sediment sind die Angaben nach DIN 38414-1 einzuhalten.

9.2 Probenvorbehandlung

9.2.1 Vorbehandlung bei der Bestimmung der Konzentration an gelöstem Thallium

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
SIST DIN 38406-26:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0e25-4215-c7c0-4c85-94cf-

— Die Wasserprobe möglichst bald nach der Probenahme (nach 9.1) durch ein Membranfilter, Porenweite 0,45 µm, filtrieren. Zur Stabilisierung das Filtrat mit 10 ml Salpetersäure (nach 8.2) je Liter Wasserprobe ansäuern. Der pH-Wert muß < 2 sein, gegebenenfalls die Säurezugabe erhöhen.

— 100 ml der Probe in einem 250-ml-Becherglas mit 2,5 ml Schwefelsäure (nach 8.4) versetzen.

— Das Gemisch bis zum Entstehen von SO_3-Nebel einengen.

Vollständiges Abrauchen ist zu vermeiden, da dies zu Minderbefunden führen kann.

— Den Rückstand mit 1 ml Salpetersäure (nach 8.2) und etwas Wasser aufnehmen und in einem Meßkolben mit Wasser auf 100 ml auffüllen.

Bei Anwendung anderer Probenvolumina sind die Geräte und Reagenzien den Volumenverhältnissen anzupassen.

9.2.2 Vorbehandlung bei der Bestimmung der Gesamtkonzentration an Thallium

— Je 1000 ml der Wasserprobe sofort nach der Probenahme mit 10 ml Salpetersäure (nach 8.2) versetzen.

Der pH-Wert muß < 2 sein, gegebenenfalls die Säurezugabe erhöhen.

NormCD - Stand 2009-03

SIST DIN 38406-26:2015

— 100 ml der homogenisierten Probe [1] in einem 250-ml-Becherglas mit 1 ml Wasserstoffperoxid (nach 8.5) und 2,5 ml Schwefelsäure (nach 8.4) versetzen.

— Das Gemisch bis zum Entstehen von SO_3-Nebel einengen.

Vollständiges Abrauchen vermeiden, da dies zu Minderbefunden führen kann.

Bei starker organischer Belastung der Wasserprobe ist gegebenenfalls eine Wiederholung der Wasserstoffperoxidzugabe erforderlich.

— Den Rückstand mit 1 ml Salpetersäure (nach 8.2) und etwas Wasser aufnehmen und in einem Meßkolben mit Wasser auf 100 ml auffüllen.

Bei Anwendung anderer Probenvolumina sind die Geräte und Reagenzien den Volumenverhältnissen anzupassen.

10 Durchführung

10.1 Allgemeines

— Vor Beginn der Messung die apparativen Parameter nach der Betriebsanleitung des Gerätehersstellers einstellen.

— Den Nullpunkt des Gerätes unter Verwendung der Nullwertlösung (nach 8.12) abgleichen.

10.2 Messung nach dem Standardkalibrierverfahren

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
SIST DIN 38406-26:2015
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/012a4211-ac7d-4e85-9ace-5aeadb75bcf1/sist-din-38406-26-2015

Die Messung nach dem Standardkalibrierverfahren ist nur zulässig, wenn die unter Abschnitt 5 genannten Matrixeinflüsse ausgeschlossen werden können. Andernfalls ist nach dem Additionsverfahren nach 10.3 vorzugehen.

— Zuerst 10 µl Isoformierungslösung (nach 8.13), anschließend 20 µl Meßlösung (vorbehandelte Probe nach 9.2) in das Graphitrohr injizieren. Wahlweise können Isoformierungslösung und Meßlösung vor der Messung im gleichen Verhältnis wie angegeben gemischt und dann injiziert werden (insgesamt 30 µl).

— Die Extinktionen bzw. zeitintegrierten Extinktionen der Bezugslösungen (nach 8.10), der Blindwertlösung (nach 8.11) und der Meßlösung (nach 9.2) unter den vom Gerätehersteller angegebenen Bedingungen messen.

— Jede Lösung mindestens zweimal messen.

Die Linearität des Arbeitsbereichs kann z. B. nach DIN 38402-51 geprüft werden.

10.3 Messung nach dem Additionsverfahren

Mit diesem Verfahren können in vielen Fällen Matrixeinflüsse kompensiert werden, sofern keine additiven Fehler auftreten und sich die Thallium-Massenkonzentrationen auch in den aufgestockten Probenlösungen im linearen Arbeitsbereich befinden.

NormCD - Stand 2009-03