

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

Anionen (Gruppe D)

Photometrische Bestimmung des gelösten Sulfids (D 26)

DIN**38 405**

Teil 26

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; anions (group D); spectrometric determination of dissolved sulfide (D 26)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues; anions (groupe D); dosage du sulfide dissous par spectrométrie (D 26)

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

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.

1 Anwendungsbereich

Das Verfahren ist geeignet zur Bestimmung des gelösten Sulfids in Wasser und Abwasser in Massenkonzentrationen von 0,04 bis 1,5 mg/l.

Durch Verringerung des Wasserprobenvolumens können auch höhere Massenkonzentrationen bestimmt werden.

2 Grundlage des Verfahrens

Suspendierte Feststoffe sowie schwerlösliche Sulfide in der Wasserprobe werden durch Filtration nach Abschnitt 7 abgetrennt. Das in dem Filtrat enthaltene Sulfid wird durch Ausblasen mit Stickstoff in eine mit einer wäßrigen Zinkacetat-Lösung beschickte Vorlage überführt. Durch Zufügen einer sauren Dimethyl-p-phenylendiamin-Lösung wird in der Vorlage Leukomethylenblau gebildet, das durch Zugabe von Eisen(III)-Ionen zu Methylenblau oxidiert wird. Die Extinktion wird bei 665 nm gemessen.

3 Störungen

Folgende Ionen stören das Verfahren nicht, wenn die angegebenen Massenkonzentrationen unterschritten werden:

Cyanid	2 mg/l
Iodid	20 mg/l
Thiosulfat	900 mg/l
Thiocyanat	900 mg/l
Sulfit	700 mg/l

Der Sulfidanteil von Polysulfiden wird nach diesem Verfahren nur unvollständig erfaßt.

Fortsetzung Seite 2 bis 10

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

Massenkonzentrationen an Kohlenstoffdisulfid $< 10 \text{ mg/l}$ und/oder Ethylmercaptan $< 1 \text{ mg/l}$ stören das Verfahren nicht.

Wässer, die nach Abschnitt 7 nicht filtrierbar sind, können nach diesem Verfahren nicht untersucht werden. In diesem Fall wird aus der unfiltrierten Wasserprobe das leicht freisetzbare Sulfid bestimmt (Norm in Vorbereitung).

4 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur photometrischen Bestimmung des gelösten Sulfids (D 26):

Verfahren DIN 38 405 – D 26

5 Geräte

– Filtrationsgerät, z. B. Dreiringkolbenspritze, Nennvolumen 50 ml, mit Einweg-Filtrationsvorsatz, Porenweite $0,45 \mu\text{m}^1$)

oder für schwer zu filtrierende Wässer:

- Druckfiltrationsgerät¹⁾ mit Membranfilter, Porenweite $0,45 \mu\text{m}$
- Ausblas-Apparatur zur Sulfidabtrennung, z. B. nach Bild 1, bestehend aus: Reaktionskolben, Nennvolumen 250 ml, z. B. Kolben DIN 12 392 – DANS 250-19, mit seitlichem Schliffaufsatz für Tropftrichter, Nennvolumen 100 ml, und bis zum Kolbenboden reichendem Gaseinleitungsrohr, senkrecht aufgesetztem Kühler oder Steigrohr, z. B. Kühler DIN 12 576 – L 250-29, und Adsorptionsgefäß, Maße siehe Bild 1
- Meßzylinder, Nennvolumen 25 ml, z. B. Meßzylinder DIN 12 680 – ME 25
- Meßkolben, Nennvolumen 50, 100, 500 und 1000 ml, z. B. Meßkolben DIN 12 664 – MSA 50
- Meßpipetten, Nennvolumen 1 und 10 ml, z. B. Pipette DIN 12 695 – MPAT 1-001
- Vollpipetten, Nennvolumen 1, 2, 5, 10, 20, 50 und 100 ml, z. B. Pipette DIN 12 691 – VPAS 1
- Dispenser, z. B. nach DIN 12 650 Teil 3
- Mikroliterspritzen
- Gasversorgung mit Stickstoff, hochrein, Massenanteil 99,996%
- Gasdurchflußmeßgerät, geeignet für einen Volumenstrom von 40 l/h
- pH-Meßgerät mit geeigneter Elektrode
- Spektral- oder Filterphotometer, geeignet für Messungen bei 665 nm
- Küvetten, Schichtdicke 1 cm, z. B. nach DIN 58 963 Teil 2

6 Chemikalien

Als Chemikalien werden, wenn nicht anders angegeben, solche des Reinheitsgrades „zur Analyse“, als Wasser wird bidestilliertes oder Wasser gleichen Reinheitsgrades verwendet, das durch geeignete Maßnahmen, z. B. Auskochen oder Begasung mit Stickstoff, von Sauerstoff befreit wurde.

¹⁾ Hersteller können beim Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im DIN erfragt werden.

Maße in mm

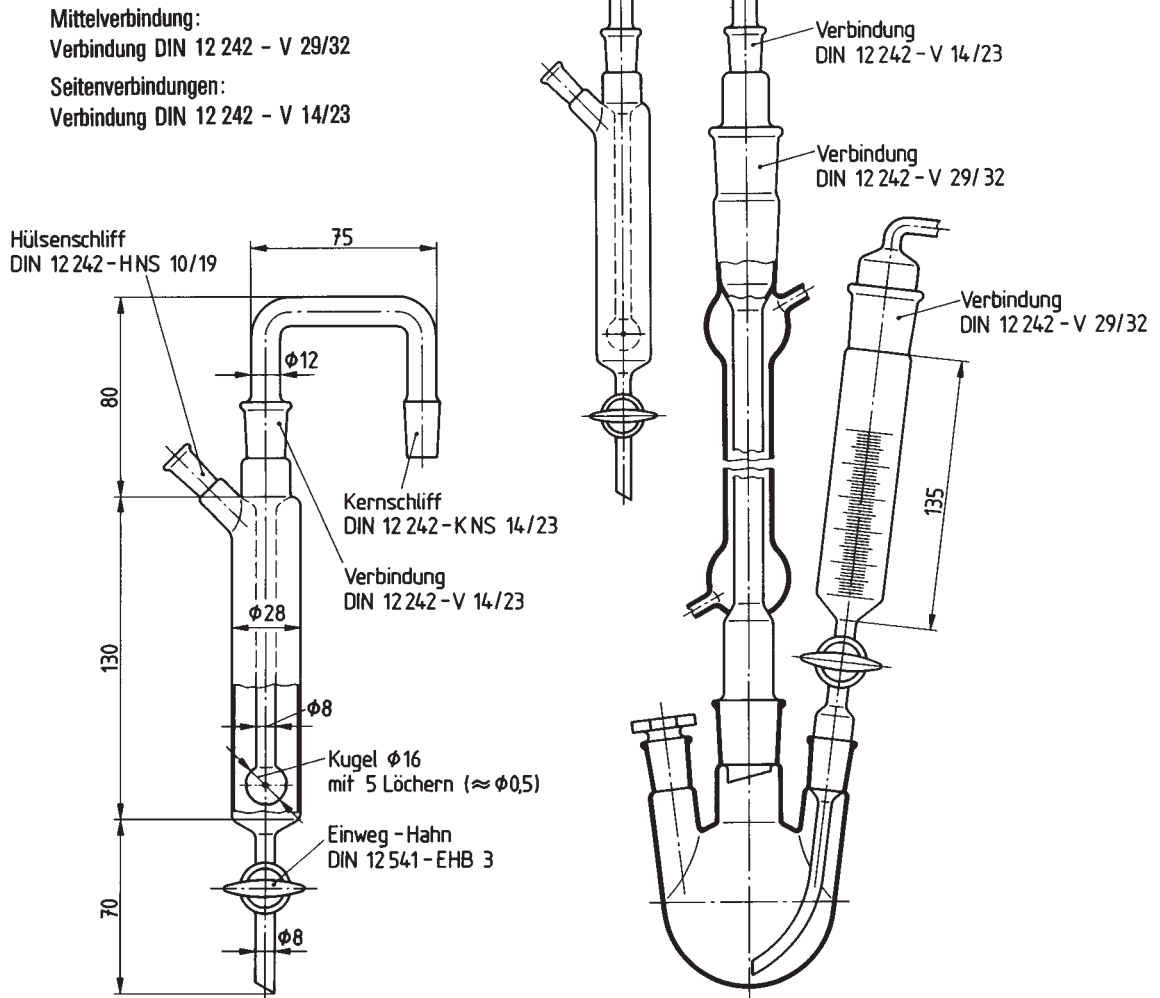


Bild 1. Ausblas-Apparatur zur Bestimmung des gelösten Sulfids

6.1 Schwefelsäure, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$

6.2 Natriumhydroxid-Lösung, NaOH, $w = 32\%$ ($c(\text{NaOH})$ etwa 10 mol/l)

6.3 Zinkacetat-Lösung:

- 20 g Zinkacetat-dihydrat, $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, in Wasser lösen und mit Wasser auf 1 l verdünnen.

Eine eventuell auftretende Trübung der Lösung stört die Bestimmung nicht.