

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

**Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen
(Gruppe H)**Bestimmung des gesamten gebundenen Stickstoffs TN_b (H 27)**DIN**
38 409
Teil 27

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; general measures of effects and substances (group H); determination of total bound nitrogen TN_b (H 27)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues; détermination générale des effets et dosage des substances (groupe H); dosage de l'azote forcé total TN_b (H 27)

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 Allgemeine Angaben

Gebundener Stickstoff kommt in nahezu allen Wässern in unterschiedlichen Bindungsformen vor. Aufgrund der Vielzahl möglicher Stickstoffverbindungen ist die quantitative Bestimmung aller organischen wie auch anorganischen Einzelkomponenten nicht möglich. Man ist daher auf die Messung summarischer Größen angewiesen. Eine dieser Größen ist der gesamte gebundene Stickstoff TN_b .

2 Anwendungsbereich

Das in dieser Norm angegebene Verfahren ist auf Wässer mit Massenkonzentrationen an gebundenem Stickstoff von über 0,5 mg/l anwendbar.

Gegebenenfalls ist eine Verdünnung der Wasserprobe auf den Meßbereich des jeweiligen Gerätes notwendig.

Gelöster elementarer Stickstoff wird nicht erfaßt.

3 Begriffe und Kurzzeichen**3.1 Gesamter gebundener Stickstoff, TN_b**

Summe des organisch und anorganisch gebundenen Stickstoffs, mit Ausnahme des elementaren Stickstoffs.

3.2 Nitrat-Stickstoff, NO_3-N

Als Nitrat gebundener Stickstoff¹⁾.

¹⁾ Siehe auch DIN 38 405 Teil 9

Fortsetzung Seite 2 bis 9

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

3.3 Nitrit-Stickstoff, NO₂-N

Als Nitrit gebundener Stickstoff²⁾.

3.4 Ammonium-Stickstoff, NH₄-N

Die nach DIN 38406 Teil 5 erfaßbare Summe von Ammonium- und Ammoniak-Stickstoff.

3.5 Organisch gebundener Stickstoff

Summe des organisch gebundenen Stickstoffs in gelösten und ungelösten Verbindungen.

4 Grundlage des Verfahrens

Die Wasserprobe wird bei Temperaturen über 700 °C unter reduzierenden (Verwendung von Wasserstoff) oder oxidierenden (Verwendung von Sauerstoff) Bedingungen zersetzt. Der gebundene Stickstoff wird dabei, gegebenenfalls durch Katalysatoren unterstützt, quantitativ in das Reduktionsprodukt NH₃ bzw. das Oxidationsprodukt NO_x überführt. Diese werden durch geeignete Verfahren (z.B. Acidimetrie, Infrarotspektrometrie oder Chemolumineszenz-Messung) quantitativ bestimmt.

Elementarer Stickstoff wird nach diesem Verfahren nicht erfaßt.

5 Störungen

Minderbefunde können auftreten: bei nicht ausreichend feiner Verteilung der Probe in der Pyrolysekammer. Daher sollte die Probe möglichst feinverteilt in die Pyrolysekammer eingebracht und sofort verdampft werden.

Memory-Effekte treten gelegentlich bei allen Geräten auf. Daher sollten Mehrfachbestimmungen (drei bis vier) durchgeführt werden; gegebenenfalls wird der erste Meßwert verworfen.

Bei der acidimetrischen Bestimmung des Ammoniaks muß darauf geachtet werden, daß entstandener Schwefelwasserstoff quantitativ entfernt wird, da Sulfid bereits in geringen Konzentrationen die pH-Meßkette stört.

Von den bisher untersuchten Verbindungen wurden nur beim Azid signifikante Minderbefunde beobachtet. Bei diesem Bindungstyp wird nur etwa ein Drittel des Stickstoffgehaltes erfaßt.

Hohe Konzentrationen an TOC (Total Organic Carbon) können zu Minderbefunden führen; dies kann durch Verdünnen der Wasserprobe geprüft werden.

6 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung des gesamten gebundenen Stickstoffs TN_b (H 27):

Verfahren DIN 38409 — H 27

²⁾ Siehe auch DIN 38405 Teil 10

7 Geräte

- Gerät zur Gesamtstickstoffbestimmung; handelsübliche Geräte mit Zubehör³⁾
- Homogenisiereinrichtung; z. B. Aufschlaggerät, geeignet für Rührfrequenzen von $20\,000\text{ min}^{-1}$ ³⁾
- Dosiereinheit; Mikroliterspritzen mit geeignetem Volumen; z. B. 25 bis 500 μl
- Meßkolben, Nennvolumen 1000 ml, z. B. Meßkolben DIN 12 664 — MS A 1000
- Vollpipetten mit geeignetem Nennvolumen, z. B. Pipette DIN 12 691 — VPAS 10
- Meßpipette mit geeignetem Nennvolumen, z. B. Pipette DIN 12 697 — MPAS 10-0,1

8 Chemikalien

Als Chemikalien werden ausschließlich solche des Reinheitsgrades „zur Analyse“ verwendet. Es werden nachfolgend nur solche Chemikalien aufgeführt, die bei allen Verfahrensvarianten (nach Abschnitt 4) verwendet werden. Weitere Chemikalien sind nach den Angaben des Geräteherstellers einzusetzen und gegebenenfalls vorzubehandeln.

Der Gehalt an gesamtem gebundenem Stickstoff des für die Untersuchung und zur Herstellung der Kalibrierlösungen verwendeten Wassers soll im Vergleich zur geringsten zu bestimmenden Konzentration vernachlässigbar klein sein.

8.1 Salzsäure, $\rho(\text{HCl}) = 1,12\text{ g/ml}$

8.2 Ammonium-Stammlösung, $\beta(\text{N}) = 1,000\text{ g/l}$

- 4,717 g Ammoniumsulfat, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet, in einem Meßkolben, Nennvolumen 1000 ml, in Wasser lösen; die Lösung mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

In einer verschlossenen Glasflasche im Kühlschrank aufbewahrt, ist die Lösung mehrere Wochen haltbar.

8.3 Nitrat-Stammlösung, $\beta(\text{N}) = 1,000\text{ g/l}$

- 7,219 g Kaliumnitrat, KNO_3 , bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet, in einem Meßkolben, Nennvolumen 1000 ml, in Wasser lösen; die Lösung mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

In einer verschlossenen Glasflasche im Kühlschrank aufbewahrt, ist die Lösung mehrere Wochen haltbar.

³⁾ Über Bezugsquellen gibt Auskunft: Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im DIN, Postfach 11 07, 1000 Berlin 30.