

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung
Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)
 Bestimmung von gebundenem Stickstoff
 Verfahren nach Reduktion mit Devardascher Legierung
 und katalytischem Aufschluß (H28)

DIN
38 409
 Teil 28

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; general measures of effects and substances (group H); determination of bound nitrogen, method after reduction with Devarda's alloy and catalytic mineralization (H 28)

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; méthode après réduction avec l'alliage de Devarda et mineralization catalytique (H 28)

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

Nach diesem Verfahren kann gebundener Stickstoff aus organischen Stickstoffverbindungen, Nitrat, Nitrit und Ammoniak in einer Massenkonzentration von 10^1) bis 200 mg/l (als N) bestimmt werden. Bei geringeren Konzentrationen kann bei gleicher Vorbehandlung und Destillation die photometrische Bestimmung nach Verfahren DIN 38 406 - E 5-1 angewendet werden.

Höhere Massenkonzentrationen können bestimmt werden, indem das Wasserprobenvolumen verringert wird.

Bestimmte organische Verbindungen werden nicht quantitativ in Ammoniumstickstoff umgewandelt. In Tabelle 2 sind Ergebnisse einiger typischer Verbindungen angegeben.

2 Grundlagen des Verfahrens

Oxidierter Stickstoff wird in saurer Lösung durch Devardasche Legierung zu Ammoniak bzw. Aminen reduziert.

¹⁾ Entspricht bei Anwendung von 50 ml Wasserprobe einem Titrationsvolumen von 1,78 ml bei Verwendung einer Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 0,02 \text{ mol/l}$.

Fortsetzung Seite 2 bis 10

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

Organisch gebundener Stickstoff wird katalytisch aufgeschlossen und in Ammoniumsalze überführt. Durch Zugabe von Natriumhydroxid-Lösung wird Ammoniak aus der Reaktionsmischung ausgetrieben, in einer borsäurehaltigen Vorlage aufgefangen und maßanalytisch bestimmt.

3 Störungen

Proben mit einem Nitritgehalt $> 10 \text{ mg/l}$ müssen mit Kaliumpermanganat-Lösung vor der Reduktion mit Devardascher Legierung oxidiert werden (siehe Abschnitt 8.2).

4 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung des gebundenen Stickstoffs; Verfahren nach Reduktion mit Devardascher Legierung und katalytischem Aufschluß (H 28):

Verfahren DIN 38 409 — H 28

5 Geräte

- Aufschlußgefäß aus Borosilicatglas, passend für Destillationsapparatur, oder anderes Aufschlußgefäß mit Schliff
- Destillationsapparatur, bestehend aus: Destillieraufsatz mit Tropfenfänger nach Reitmeyer, Kühler, z. B. Kühler DIN 12576 - L 400-29, mit ausgezogenem Glasrohr, das in die Vorlage eintauchen muß; Volumen der Vorlage: 250 ml oder Apparatur zur Wasserdampfdestillation
- Meßkolben, Nennvolumen 100 und 1000 ml, z. B. Meßkolben DIN 12 664 - MS A 100
- Meßzylinder, Nennvolumen 50 und 500 ml, z. B. Meßzylinder DIN 12 680 - ME 50
- Bürette, Nennvolumen 25 ml, z. B. Bürette DIN 12 700 - SKAS 25-005
- Vollpipette, Nennvolumen 1, 5, 10, 20, 25 und 50 ml, z. B. Pipette DIN 12 691 - VPAS 1 oder Dispenser

6 Chemikalien

Als Chemikalien werden ausschließlich solche des Reinheitsgrades „zur Analyse“, als Wasser wird destilliertes oder Wasser gleichen Reinheitsgrades verwendet. Das Wasser wird in einer gut verschlossenen Glasflasche aufbewahrt.

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

6.2 Schwefelsäure, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$ **6.3 Natriumhydroxid-Lösung**

- (320 ± 20) g Natriumhydroxid, NaOH, in etwa 800 ml Wasser lösen, auf Raumtemperatur abkühlen lassen und in einem Meßkolben, Nennvolumen 1000 ml, mit Wasser auffüllen,
- Die Lösung in einer Polyethylenflasche aufbewahren.

6.4 Devardasche Legierung

In Pulverform, Massenanteile $w(\text{Cu}) = 50\%$, $w(\text{Al}) = 45\%$ und $w(\text{Zn}) = 5\%$ (als Reduktor und Katalysator). Im Handel erhältliche Produkte werden vor Gebrauch auf ihren Stickstoffgehalt untersucht.

6.5 Kaliumsulfat, K_2SO_4 **6.6 Methylrot-Lösung**

- 0,5 g Methylrot, $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$, wasserlöslich, in Wasser lösen, mit Wasser auf 1000 ml auffüllen.

6.7 Methylenblau-Lösung

- 1,5 g Methylenblau, $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, in Wasser lösen, mit Wasser auf 1000 ml auffüllen.

6.8 Borsäure-Lösung

- 20 g Borsäure, H_3BO_3 , in etwa 500 ml warmem Wasser in einem Meßkolben, Nennvolumen 1000 ml, lösen, 10 ml Methylrot-Lösung (nach Abschnitt 6.6) und 2 ml Methylenblau-Lösung (nach Abschnitt 6.7) zufügen und mit Wasser auf 1000 ml auffüllen.

Bei potentiometrischer Titration entfällt die Indikatorzugabe.

6.9 Salzsäure-Stammlösung, $c(\text{HCl}) = 0,10 \text{ mol/l}$

- Die Lösung durch Verdünnen der Salzsäure (nach Abschnitt 6.1) und anschließende Bestimmung des Titors herstellen oder eine handelsübliche Lösung verwenden.

6.10 Salzsäure-Standardlösung, $c(\text{HCl}) = 0,02 \text{ mol/l}$

- 20 ml der Salzsäure-Stammlösung (nach Abschnitt 6.9) in einen Meßkolben, Nennvolumen 100 ml, pipettieren, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und durchmischen.

6.11 Kaliumpermanganat-Lösung, $c(\text{KMnO}_4) = 0,02 \text{ mol/l}$