

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

**Schlamm und Sedimente (Gruppe S)**

Bestimmung von Phosphor in Schlämmen und Sedimenten (S 12)

**DIN**  
**38 414**  
 Teil 12

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; sludge and sediments (group S); determination of phosphorus in sludges and sediments (S 12)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues; boues et sédiments (groupe S); dosage du phosphore en boues et sédiments (S 12)

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.

**1 Anwendungsbereich**

Das Verfahren ist anwendbar auf die Untersuchung der nach DIN 38 414 Teil 2 erhaltenen Trockenmasse von Schlämmen und Sedimenten\*). Bei der Untersuchung von Naßschlämmen können die im Schlammwasser enthaltenen gelösten Phosphorverbindungen differenziert nach DIN 38 405 Teil 11 bestimmt werden. Hierzu ist eine Abtrennung des Schlammwassers erforderlich.

**2 Zweck**

Das Verfahren dient dazu, die in der Trockenmasse vorliegenden Phosphorverbindungen weitgehend in Lösung zu bringen. Ihr Gesamtgehalt kann anschließend nach DIN 38 405 Teil 11 bestimmt werden.

**3 Grundlage des Verfahrens**

Phosphorverbindungen können in Schlämmen und Sedimenten in verschiedener Form vorliegen. Zur analytischen Bestimmung werden sie oxidativ aufgeschlossen. Danach liegen sie in löslicher Form als Phosphat vor. Ihr Gesamtgehalt kann photometrisch nach DIN 38 405 Teil 11 bestimmt werden.

**4 Störungen**

Siehe DIN 38 405 Teil 11.

**5 Bezeichnung**

Bezeichnung des Verfahrens zum sauren Aufschluß der Trockenmasse von Schlämmen und Sedimenten zur Bestimmung des Anteils säurelöslicher Phosphorverbindungen (S 12):

Verfahren DIN 38 414 – S 12

\*) Bei der Untersuchung sollte beachtet werden, daß die Analysenergebnisse korngößenabhängig sein können.

Fortsetzung Seite 2 bis 8

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

## 6 Geräte

- Analysenmühle, z. B. Mörsermühle
- Prüfsieb, Maschenweite 0,1 mm, z. B. Prüfsieb mit Drahtsiebboden DIN 4188 – 0,1 nr.St
- Wärmeschrank
- Exsikkator, Nenngröße 200, z. B. Exsikkator DIN 12 491 – 200
- Reaktionsgefäß, Nennvolumen 250 ml, z. B. Kolben DIN 12 348 – RANS 250 – 29 oder Kolben DIN 12 387 – E 250 ANS 29
- Absorptionsgefäß, rückschlagsicher, z. B. nach Bild 1
- Rückflußkühler, Aufbauhöhe 340 mm mit Kegelschliffen, z. B. Kühler DIN 12 581 – K 250 – 29
- Heizvorrichtung, regelbar
- Meßkolben, Nennvolumen 50, 100, 500 ml, z. B. Meßkolben DIN 12 664 – MSA 50
- Kjeldahlkolben, Nennvolmen 250 ml, z. B. Kjeldahlkolben DIN 12 360 – 250
- Photometer, Spektral- oder Filterphotometer mit Filtern für eine Wellenlänge von 680 nm bzw. 880 nm
- Analysenrichter, Durchmesser 80 mm mit Rundfiltern 110/125 mm, mittelhart oder entsprechendem Glasfaserfilter
- Vollpipetten, Nennvolumen 1, 2, 5, 10, 20, 50 ml, z. B. Pipette DIN 12 691 – VPAS 1 oder Dispenser, z. B. nach DIN 12 650 Teil 3
- Glasperlen, aufgeraut, Durchmesser 2 bis 3 mm, oder andere Siedehilfen

Anmerkung: Alle Glasgeräte werden vor Gebrauch mit heißer Salzsäure (nach Abschnitt 7.1) gereinigt und anschließend mit Wasser gespült. Phosphathaltige Detergentien dürfen nicht verwendet werden. Die Glasgeräte sollten nur für die Phosphatbestimmung eingesetzt und staubgeschützt aufbewahrt werden. Glasgeräte, die mit dem blauen Komplex in Berührung kommen, welcher im Zuge der photometrischen Analyse gebildet und ausgewertet wird, sollten von Zeit zu Zeit mit Natriumhydroxid-Lösung (20 ml Lösung nach Abschnitt 7.5 mit 180 ml Wasser verdünnt) gereinigt werden, da dieser Komplex als dünner Film an den Wänden haftet und schwer mit Wasser abwaschbar ist.

## 7 Chemikalien

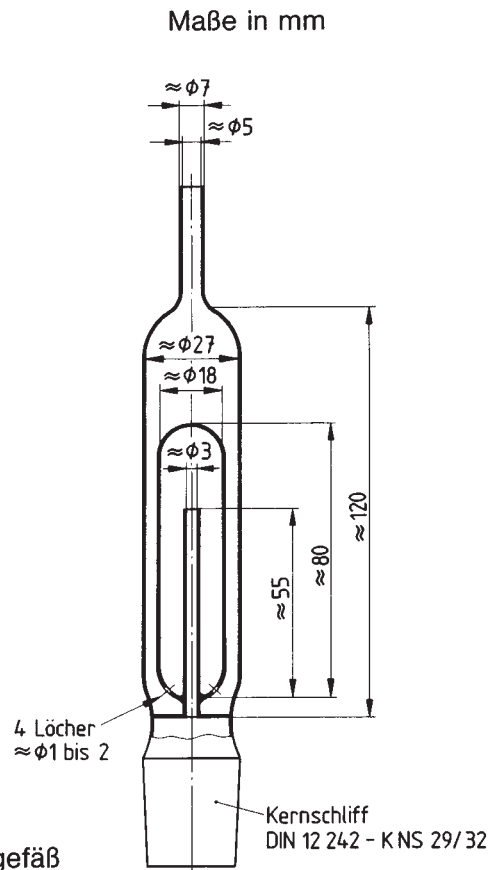
Die verwendeten Chemikalien müssen den Reinheitsanforderungen der nachfolgenden Analyse genügen. Ihre Reinheit ist durch einen Blindversuch (siehe Abschnitt 8) zu kontrollieren. Als Wasser wird bidestilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades verwendet.

7.1 Salzsäure, HCl,  $\rho = 1,19$  g/ml

7.2 Salpetersäure, HNO<sub>3</sub>,  $\rho = 1,40$  g/ml

7.3 Salpetersäure,  $c(\text{HNO}_3) = 0,5$  mol/l:

- 35 ml Salpetersäure (nach Abschnitt 7.2) mit Wasser auf 1 l verdünnen.



#### 7.4 Schwefelsäure, $\text{H}_2\text{SO}_4$ , $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$

#### 7.5 Natriumhydroxid-Lösung:

- 64 g Natriumhydroxid,  $\text{NaOH}$ , unter Kühlung in 150 ml Wasser lösen, mit Wasser auf 200 ml verdünnen.
- Gründlich mischen, kühlen und in einer Polyethylenflasche aufbewahren.

#### 7.6 Ascorbinsäure-Lösung:

- 10 g L (+)-Ascorbinsäure,  $\text{C}_6\text{H}_3\text{O}_6$ , in 100 ml Wasser lösen.

Im Dunkeln im Kühlschrank aufbewahrt, ist die Lösung mehrere Wochen haltbar.

#### 7.7 Molybdat-Reagenzlösung:

- 13 g Ammoniumheptamolybdat,  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ , in 100 ml Wasser lösen, 200 ml verdünnte Schwefelsäure (Schwefelsäure nach Abschnitt 7.4, 1 : 3 verdünnt) zufügen.
- 0,35 g Kaliumantimon(III)-oxidtartrat,  $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 0,5 \text{H}_2\text{O}$  in 100 ml Wasser lösen.

Diese Lösung der sauren Molybdat-Lösung zufügen und durchmischen.

Die Molybdat-Reagenzlösung ist mindestens 2 Monate haltbar.