
Nemške standardne metode za preiskavo vode, odpadne vode in usedlin – Skupni učinki vrste in količine snovi (skupina H) - Določevanje disulfina modro aktivnih snovi (privzet DIN 38409-20:1989 z metodo platnice)

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge – General measures of effects and substances (group H) - Determination of the disulfine blue active substances (H 20)

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H) - Bestimmung der disulfinblau-aktiven Substanzen (H 20)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues - Mesurages sommaires des effets et dosage des substances (groupe H) - Dosage des substances réactifs vis à le bleu de disulfine (H 20)

Deskriptorji: analize, standardne metode, kationi, preskušanje vode, masna spektrometrija, alifatski amini, pitna voda, amonijeve spojine

ICS 13.060.50

Referenčna številka
SIST DIN 38409-20:2000 ((sl),de)

Nadaljevanje na straneh II in od 1 do 11

NACIONALNI UVOD

Standard SIST DIN 38409-20 ((sl),de), Nemške standardne metode za preiskavo vode, odpadne vode in usedlin – Skupni učinki vrste in količine snovi (skupina H) – Določevanje disulfina modro aktivnih snovi, prva izdaja, 2000, ima status slovenskega standarda in je z metodo platnice privzet nemški standard DIN 38409-20 (de), Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H) - Bestimmung der disulfinblau-aktiven Substanzen (H 20), 1989-07.

NACIONALNI PREDGOVOR

Standard DIN 38409-20:1989 je pripravil Nemški inštitut za standardizacijo (DIN). Odločitev za privzem nemškega standarda DIN 38409-20:1989 po metodi platnice je dne 2000-02-18 sprejel tehnični odbor USM/TC KAV Kakovost vode.

Ta slovenski standard je dne 2000-03-01 odobril direktor USM.

ZVEZE S STANDARDI

S privzemom tega nemškega standarda veljajo zveze, navedene v izvorniku.

OPOMBI

- Povsod, kjer se v besedilu standarda uporablja izraz "nemški standard", v SIST DIN 38409-20:2000 to pomeni "slovenski standard".
- Nacionalni uvod in nacionalni predgovor nista sestavni del standarda.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

SIST DIN 38409-20:2000
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7111faac-f5af-4076-9723-51acc4d5f10a/sist-din-38409-20-2000>

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung
Summarische Wirkungs- und Stoffkenngößen (Gruppe H)
 Bestimmung der disulfidinblau-aktiven Substanzen (H 20)

DIN
38 409
 Teil 20

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; general measures of effects and substances (group H); determination of the disulfine blue active substances (H 20)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues; Mesurages sommaires des effets et dosage des substances (groupe H); dosage des substances réactifs vis à vis le bleu de disulfine (H 20)

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

Natürliche und synthetische kationische, grenzflächenaktive Stoffe können als disulfidinblau-aktive Substanzen bestimmt werden. Bei dem Verfahren handelt es sich um einen Summenparameter.

Synthetische kationische Tenside gelangen vorwiegend in Form von Wäsche- weichspülmitteln in das Abwasser.

2 Anwendungsbereich

Das Verfahren erlaubt die Bestimmung gelöster kationischer Tenside vom Typ quartäre Ammoniumverbindungen, Imidazoline, Amine in Abwasser, Oberflächen- wasser und in Trinkwasser in geringen Konzentrationen (0,01 bis 1 mg/l). Durch entsprechende Wahl des Ausgangsvolumens läßt sich der Bereich zu höheren und niedrigeren Gehalten erweitern.

3 Grundlage des Verfahrens

Die in der Wasserprobe enthaltenen kationischen Tenside werden nach Zusatz von Natriumchlorid und einem Überschuß von Alkylbenzolsulfonat durch Ausblasen und Auffangen in Essigsäureethylester isoliert und angereichert. Die Anionen werden über einen Anionenaustauscher abgetrennt, und das Ionenaustauschfluat wird eingedampft. Der Eindampfrückstand wird in Chloroform aufgenommen und mit saurer Disulfidinblau-Lösung geschüttelt. Dabei wird das Ionenpaar aus dem kationischen Tensid und dem anionischen Farbstoff Disulfidinblau in die organische Phase extrahiert. Die Extinktion wird bei 628 nm gemessen. Die Bezugskurve wird mit Distearylidimethylammoniumchlorid (DSDMAC) erstellt.

Fortsetzung Seite 2 bis 11

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

4 Störungen

Enthält die Wasserprobe merkliche Anteile an ungelösten Bestandteilen, so können Minderbefunde durch Sorption oder Inklusion auftreten. In diesen Fällen wird nach Phasentrennung durch Absetzen oder Zentrifugieren der Anteil an gelösten disulfonblau-aktiven Substanzen im Wasser bestimmt. Im Wasser enthaltene anionische Tenside und andere Anionen stören die Bestimmung nicht, da sie wie in Abschnitt 8.3 beschrieben, abgetrennt werden.

Kationische Polymere, die als Flockungshilfsmittel eingesetzt werden, stören nach dem bisherigen Kenntnisstand die Bestimmung nicht.

5 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung von disulfonblau-aktiven Substanzen (H 20):

Verfahren DIN 38 409 – H 20

6 Geräte

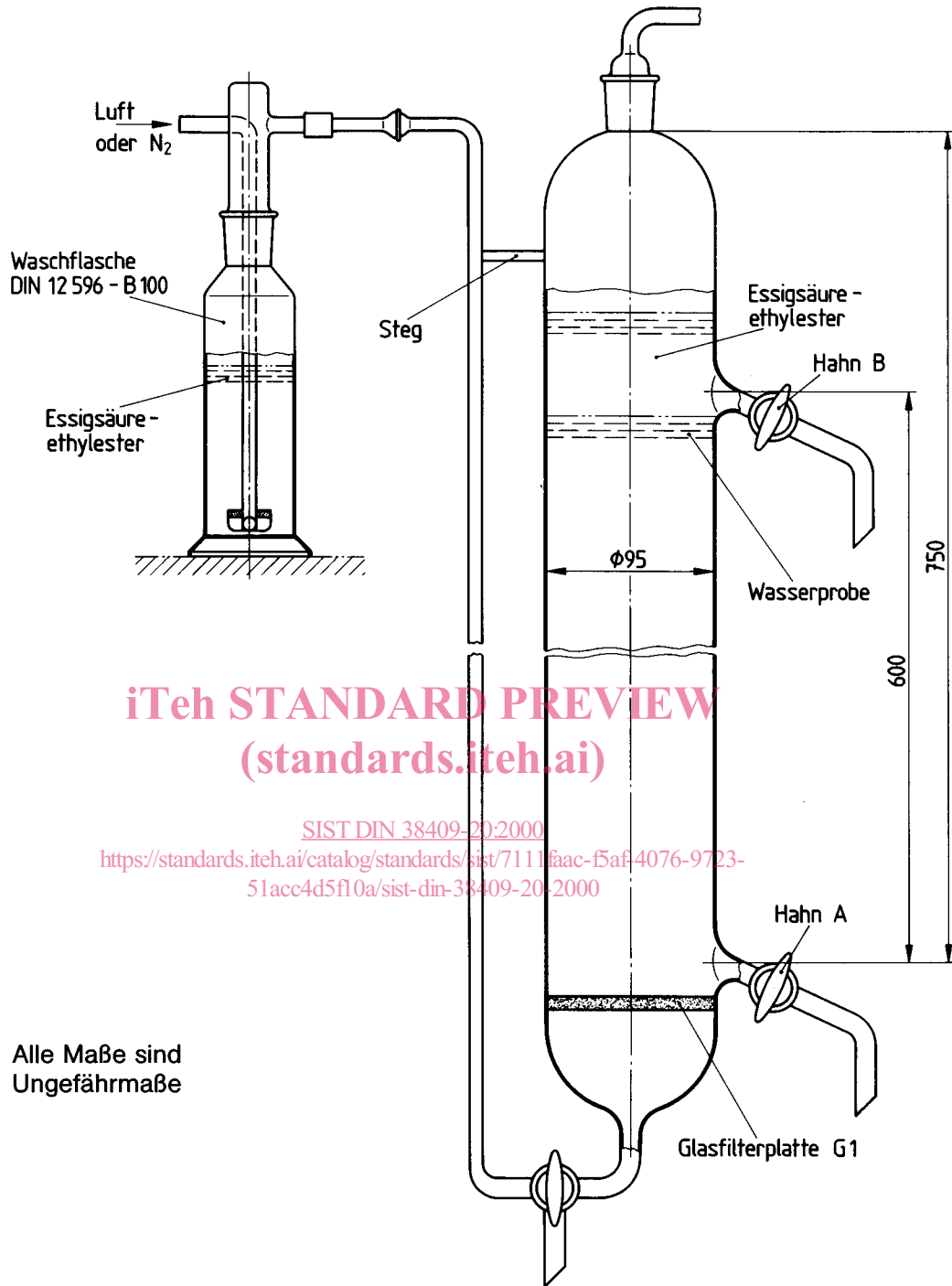
Die Glasgeräte werden sorgfältig mit Wasser, anschließend mit alkoholischer Salzsäure ($w(\text{HCl}) = 10\%$) gereinigt und dann mit Wasser (nach Abschnitt 7) gespült.

Es sollten nur neue, unzerkratzte Glasgeräte verwendet werden, da kationische Tenside an negativ geladenen Oberflächen wie Glas (oder Papier) haften.

- Tensid-Ausblasegerät¹⁾, geeignet für 1 l oder 4 l Wasserprobe (siehe Bild 1)
Abmessungen für 1 l Wasserprobe:
Durchmesser 60 mm, gesamte Höhe 505 mm,
Höhe bis zum oberen Ablaufhahn 365 mm
Abmessungen für 4 l Wasserprobe:
Durchmesser 95 mm, gesamte Höhe 750 mm,
Höhe bis zum oberen Ablaufhahn 600 mm
Die Durchmesser von Glasfilterplatte (Fritte) und Zylinder sollten gleich groß sein.
- Meßzylinder, Nennvolumen 10, 100 und 1000 ml,
z. B. Meßzylinder DIN 12 680 – ME 10
- Vorrichtung zum Einengen, z. B. Wasserbad
- Meßkolben, Nennvolumen 10, 25, 100 und 1000 ml,
z. B. Meßkolben DIN 12 664 – MS A 10
- Scheidetrichter, Nennvolumen 500 ml, z. B. Scheidetrichter DIN 12 451 – L 500
- Bechergläser, Nennvolumen 50, 100 und 250 ml, z. B. Becher DIN 12 331 – H 50
- Vollpipetten, Nennvolumen 1, 2, 5, 10 und 25 ml, z. B. Pipette DIN 12 691 – VPAS 1
- pH-Meßgerät

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

Maße in mm



Alle Maße sind
Ungefährmaße

Bild 1. Tensid-Ausblasegerät für 4 l Wasserprobe

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

SIST DIN 38409-20:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7111faac-f5af-4076-9723-51acc4d5f10a/sist-din-38409-20-2000>

- Einwegspritzen, Nennvolumen 10 ml
- Magnetrührwerk mit Magnetrührer, vorzugsweise mit seitlich angesetzten Scheiben¹⁾
- Austauschersäulen, innerer Durchmesser 10 mm, Länge 250 mm
- Erlenmeyerkolben, Nennvolumen 100 ml, z. B. Kolben DIN 12 380 – EE 100
- Photometer, geeignet für Messungen bei 628 nm
- verschließbare Glasküvetten, Schichtdicke 1 bis 5 cm, z. B. Küvetten nach DIN 58 963 Teil 2
- Gasversorgung mit Stickstoff oder Luft

7 Chemikalien

Als Chemikalien werden, soweit möglich, solche des Reinheitsgrades „zur Analyse“, als Wasser wird deionisiertes oder Wasser gleichen Reinheitsgrades verwendet. Beim Umgang mit Chloroform sind die Sicherheitsvorschriften zu beachten (Abzug!).

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

7.2 Methanolische Salzsäure

- 11 ml Salzsäure (nach Abschnitt 7.1) mit Methanol, CH_3OH , auf 100 ml auffüllen.

7.3 Schwefelsäure, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/l}$

7.4 Natriumhydroxid-Lösung, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$

7.5 Essigsäureethylester, $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$, frisch destilliert

7.6 Natriumchlorid, NaCl

7.7 Methanol, CH_3OH , frisch destilliert

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7111faac-5af-4076-9723-99cc4d5f10a/sist-din-38409-20-2000>

7.8 Butanol/Chloroform-Lösung

- 95 ml Chloroform, CHCl_3 , über Al_2O_3 gereinigt, mit 5 ml n-Butanol, $\text{C}_4\text{H}_9\text{OH}$, frisch destilliert, versetzen.

7.9 n-Dodecylbenzolsulfonsäure-Natriumsalz, $\text{C}_{18}\text{H}_{29}\text{O}_3\text{SNa}$

7.10 Chloroform, CHCl_3 , über Al_2O_3 (aktiv) gereinigt

7.11 Disulfinblau-Stammlösung

- 60 mg Disulfinblau VN 150, di-Natrium-4',4''-diaminodiethyltriphenylmethan-2,4-disulfonat (C.I. 42045), $\text{C}_{27}\text{H}_{31}\text{N}_2\text{S}_2\text{O}_6\text{Na}$, für Tensiduntersuchungen, in einem Meßkolben, Nennvolumen 100 ml, in 10 ml Ethanol lösen und mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist etwa 1 Monat haltbar.

1) Siehe Seite 2

7.12 Disulfinblau-Standardlösung

- 50 ml Disulfinblau-Stammlösung (nach Abschnitt 7.11) mit 100 ml Citrat-Pufferlösung (nach Abschnitt 7.13) mischen und in einem Scheidetrichter dreimal je 1 min mit 50 ml Butanol/Chloroform-Lösung (nach Abschnitt 7.8) schütteln.
- Die Butanol/Chloroform-Lösung nicht wiederverwenden und nach Gebrauch ordnungsgemäß entsorgen.

Die wäßrige Lösung wird als Reagenzlösung verwendet und reicht für etwa 10 bis 15 Bestimmungen.

Sie ist etwa 1 Monat haltbar.

7.13 Citrat-Pufferlösung

- 21 g Citronensäure-monohydrat, $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$, in 200 ml Natriumhydroxid-Lösung (nach Abschnitt 7.4) lösen und mit Wasser auf 1 l verdünnen.
- Zu 40 ml dieser Lösung so viel Schwefelsäure (nach Abschnitt 7.3) geben, bis ein pH-Wert von 3 erreicht ist (etwa 60 ml).

Die Lösung ist etwa 1 Woche haltbar.

7.14 Anionenaustauscher, stark basisch, Polystyrol Gel-Typ Harz, OH^- -Form, 20 bis 100 mesh

Konditionierung:

- Die Austauschersäule zu etwa $\frac{2}{3}$ mit in Methanol gequollenem Anionenaustauscherharz füllen.
- Eine Lösung von DSDMAC in Methanol (nach Abschnitt 7.17) mit einer Tropfenfolge von etwa 2 bis 3 ml/min über die Säule geben.
- Die Säule mit 200 ml Methanol (nach Abschnitt 7.7) waschen, bis dieses frei von DSDMAC ist.

SIST DIN 38409-20:2000

7.15 Distearyl dimethylammoniumchlorid (1), $C_{38}H_{80}NCl$, 76-9723-4 (DSDMAC)-Stammlösung, β (DSDMAC) = 1 g/l-2000

- 100 ml DSDMAC in 100 ml Methanol (nach Abschnitt 7.7) lösen.

7.16 Distearyl dimethylammoniumchlorid-Standardlösung I, β (DSDMAC) = 0,1 g/l

- 10 ml der DSDMAC-Stammlösung (nach Abschnitt 7.15) in einem Meßkolben, Nennvolumen 100 ml, in Methanol lösen und mit Methanol bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist etwa 1 Monat haltbar.

7.17 Distearyl dimethylammoniumchlorid-Standardlösung II, β (DSDMAC) = 10 mg/l

- 10 ml der DSDMAC-Standardlösung I (nach Abschnitt 7.16) in einem Meßkolben, Nennvolumen 100 ml, in Methanol lösen und mit Methanol bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung wird vor Gebrauch angesetzt.

8 Probenahme und Vorbereitung

8.1 Probenahme

- Die Wasserprobe vorzugsweise in Glasgefäßen nehmen und möglichst bald nach der Probenahme untersuchen.

Mit Schwefelsäure auf einen pH-Wert < 2 angesäuerte und bei 4 °C gelagerte Wasserproben sind etwa 2 Wochen haltbar.

8.2 Isolieren und Anreichern der disulfidblau-aktiven Substanzen

Die Kationentensid-Konzentration sollte 0,01 bis 1 mg/l betragen.

- Zur Verminderung der Absorption je Liter Wasserprobe 100 bis 200 g Natriumchlorid (nach Abschnitt 7.6) und 2 mg Dodecylbenzolsulfonsäure-Natriumsalz (nach Abschnitt 7.9) zufügen und unter Rühren lösen.

Für Abwasser sollte ein Ausblasegerät, Inhalt 1 l, für Trink- und Oberflächenwasser das 4-l-Gerät verwendet werden.

- Das Ausblasegerät bis zum oberen Entnahmehahn B mit der Wasserprobe füllen.
- Wird ein kleineres Aliquot eingesetzt, die Wasserprobe mit Wasser (nach Abschnitt 7) bis zum Entnahmehahn auffüllen.
- Bei einem Wasserprobenvolumen von 1 l die Lösung mit 100 ml Essigsäureethylester (nach Abschnitt 7.5) überschichten (bei einem Wasserprobenvolumen von 4 l mit 200 ml).
- Die Waschflasche zu $\frac{2}{3}$ mit Essigsäureethylester (nach Abschnitt 7.5) füllen und die Apparatur an die Gasstromzuleitung (Luft oder Stickstoff) anschließen.
- Einen Gasstrom von 20 bis 50 l/h durch die Apparatur hindurchleiten.

Es sollte ein Strömungsmesser eingebaut werden.

- Den Volumenstrom so bemessen, daß die Phasen erkennbar getrennt bleiben und an der Phasengrenzfläche keine Turbulenzen entstehen.
- Nach 20 min den Gasstrom unterbrechen.

Ist das Volumen der organischen Phase durch Lösen des Esters in Wasser um mehr als 20% vermindert worden, so muß der Ansatz verworfen werden.

- Die organische Phase vollständig in einen Scheidetrichter ablassen.
- Die im Scheidetrichter abgesetzte wäßrige Phase in das Ausblasegerät zurückgeben.
- 100 ml (bei einem Wasserprobenvolumen von 4 l 200 ml) Essigsäureethylester (nach Abschnitt 7.5) erneut zufügen und weitere 20 min einen Gasstrom wie oben beschrieben hindurchleiten.
- Die organische Phase in den bereits bei der ersten Extraktion verwendeten Scheidetrichter ablassen und mit der ersten Portion Essigsäureethylester vereinigen.
- Den Scheidetrichter mit 20 ml Essigsäureethylester spülen und mit den Extrakten vereinigen.
- Die wäßrige Phase im Scheidetrichter verwerfen.

- Den Essigsäureethylester-Extrakt in einem Becherglas auf dem Wasserbad unter einem Abzug zur Trockne eindampfen.
- Während des Eindampfens einen leichten Luftstrom auf die Oberfläche des Lösemittels richten, um die Verdampfung zu beschleunigen.

8.3 Abtrennung der Anionen

- Den Eindampfrückstand der Essigsäureethylester-Extrakte in etwa 20 ml heißem Methanol (nach Abschnitt 7.7) aufnehmen.
- Die Lösung über die mit Harz (nach Abschnitt 7.14) beschickte Ionenaustauschersäule geben und auf eine Tropfenfolge von 1 ml/min einstellen.
- Den Anionenaustauscher mit 100 ml Methanol (nach Abschnitt 7.7) nachwaschen (Tropfenfolge etwa 1 Tropfen je s).
- Das Anionenaustauscher-Fluat in einem Becherglas sammeln und auf einem Wasserbad zur Trockne eindampfen.

9 Durchführung

9.1 Photometrische Bestimmung

- Den Methanol-Eindampfrückstand (siehe Abschnitt 8.3) in 20 ml heißem Chloroform (nach Abschnitt 7.10) lösen und in einen Meßkolben, Nennvolumen 50 ml, geben.
- Das Becherglas mit 20 ml heißem Methanol (nach Abschnitt 7.7) ausspülen und die Waschlösung ebenfalls in den Meßkolben geben.
- Den Meßkolben mit Chloroform (nach Abschnitt 7.10) bis zur Marke auffüllen.
- Dieser Lösung ein Aliquot von 10 ml entnehmen und dieses in einem Erlenmeyerkolben bis zur Trockne eindampfen.
- 10 ml Disulfinblau-Lösung (nach Abschnitt 7.12) zufügen, 25 ml Butanol/Chloroform-Lösung (nach Abschnitt 7.8) zusetzen und die Mischung mit dem Magnetrührer 5 min in dem verschlossenen Erlenmeyerkolben intensiv rühren.
- Magnetrührer abstellen, die Phasentrennung abwarten, mit der Kanüle einer 10-ml-Einwegspritze aus der unteren organischen Phase ein Aliquot von 10 ml entnehmen.
- Eine 1- oder 5-cm-Glasküvette füllen, verschließen und die Extinktion der Lösung gegen Methanol bei 628 nm messen.

9.2 Blindwertbestimmung

- 10 ml Chloroform (nach Abschnitt 7.10) eindampfen.
- 10 ml Disulfinblau-Lösung (nach Abschnitt 7.12) und 25 ml Butanol/Chloroform-Lösung (nach Abschnitt 7.8) zufügen und die Mischung intensiv rühren.
- Weiter verfahren wie in Abschnitt 9.1 beschrieben.

Unter den angegebenen Bedingungen soll die Extinktion A_0 des Disulfinblau-Blindwertes bei 1 cm Schichtdicke den Wert 0,05 nicht übersteigen. Andernfalls sind die verwendeten Geräte und Chemikalien sorgfältig auf Verunreinigungen zu prüfen. Der gemessene Blindwert A_0 soll vom berechneten Blindwert A_{s0} (siehe Abschnitt 10) nicht signifikant abweichen.