
**Nemške standardne metode za preiskavo vode, odpadne vode in blata –
Posamezne komponente (skupina P) – Določevanje hidrazina (P 1)**

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung
– Einzelkomponenten (Gruppe P) – Bestimmung von Hydrazin (P 1)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[SIST DIN 38413-1:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b298cab5-bac1-452c-88b0-540c5a799db5/sist-din-38413-1-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b298cab5-bac1-452c-88b0-540c5a799db5/sist-din-38413-1-2015>

NACIONALNI UVOD

Standard SIST DIN 38413-1 ((sl),de), Nemške standardne metode za preiskavo vode, odpadne vode in blata – Posamezne komponente (skupina P) – Določevanje hidrazina (P 1), 2015, ima status slovenskega standarda in je enakovreden nemškemu standardu DIN 38413-1 (de), Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Einzelkomponenten (Gruppe P) – Bestimmung von Hydrazin (P 1), 1982.

NACIONALNI PREDGOVOR

Nemški standard DIN 38413-1:1982 je pripravil tehnični odbor Nemškega inštituta za standardizacijo DIN NA 005-01-13 AA.

Slovenski standard SIST DIN 38413-1:2015 je z metodo ponatisa z nacionalnim predgovorom privzet nemški standard DIN 38413-1:1982.

Odločitev za privzem tega standarda po metodi ponatisa z nacionalnim predgovorom je 8. januarja 2015 sprejel SIST Strokovni svet za splošno področje.

OSNOVA ZA IZDAJO STANDARDARDA

- privzem standarda DIN 38413-1:1982

OPOMBI

- Povsod, kjer se v besedilu standarda uporablja izraz “nemški standard”, v SIST DIN 38413-1:2015 to pomeni “slovenski standard”.
- Uvod in nacionalni predgovor nista sestavni del standarda.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
[SIST DIN 38413-1:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b298cab5-bac1-452c-88b0-540c5a799db5/sist-din-38413-1-2015)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b298cab5-bac1-452c-88b0-540c5a799db5/sist-din-38413-1-2015>

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

Einzelkomponenten (Gruppe P)

Bestimmung von Hydrazin (P 1)

DIN
38 413
 Teil 1

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; single compounds (group P); determination of hydrazine (P 1).

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues; composants particuliers (groupe P); dosage de l'hydrazine (P 1).

Diese Norm wurde gemeinsam mit der Fachgruppe Wasserchemie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker und der Technischen Vereinigung der Großkraftwerksbetreiber (VGB) aufgestellt (siehe Erläuterungen).

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Das Verfahren ist zur photometrischen Bestimmung des Hydrazins in reinen Wässern geeignet; der Anwendungsbereich erstreckt sich auf Massenkonzentrationen von 0,002 bis 0,5 mg/l.

2 Allgemeine Angaben

Hydrazin, N₂H₄, wird als Korrosionsinhibitor bei der Behandlung von Kessel-speisewasser und von Umlaufwasser in geschlossenen Kühl- und Heizkreisläufen eingesetzt.

[SIST DIN 38413-1:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b298cab5-bac1-452c-88b0-540c5a799ab5/sist-din-38413-1-2015)

3 Grundlagen des Verfahrens

Hydrazin bildet in saurer Lösung mit 4-Dimethylaminobenzaldehyd (DMBA) eine je nach der Konzentration gelb bis rot gefärbte chinoide Verbindung. Die Farbintensität ist in dem angegebenen Bereich der Konzentration an Hydrazin proportional.

Bei höherer Temperatur reagiert Sauerstoff mit Hydrazin unter Bildung von Stickstoff und Wasser, so daß der Salzgehalt des behandelten Wassers nicht erhöht wird.

4 Störungen

4.1 Schwermetallspuren katalysieren den oxidativen Abbau des Hydrazins. Die Bestimmung sollte daher unmittelbar nach der Probenahme durchgeführt werden.

Fortsetzung Seite 2 bis 5

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

4.2 Ist die Wasserprobe gelb gefärbt oder getrübt, so muß ihr ohne Zusatz von Reagenzlösung (siehe Abschnitt 7.3), jedoch unter Zusatz des gleichen Volumens Schwefelsäure ermitteltes spektrales Absorptionsmaß von dem der untersuchten Probe subtrahiert werden.

4.3 Viele organische Verbindungen, vor allem primäre aromatische Amine und Harnstoff, reagieren auch mit DMBA unter Gelbfärbung. Da die Reaktion aber erst bei wesentlich höheren Konzentrationen als bei Hydrazin die Lösung gelb färbt, tritt eine Störung nur selten auf.

4.4 Ein Nitritgehalt der Wasserprobe > 10 mg/l verfälscht das Meßergebnis.

5 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur photometrischen Bestimmung des Hydrazins mittels 4-Dimethylaminobenzaldehyd (P 1):

Verfahren DIN 38 413 – P 1

6 Geräte

- Spektralphotometer oder Filterphotometer mit einem Filter, dessen Schwerpunktswellenlänge bei 450 nm liegt
- Vollpipetten, Nennvolumen 100, 200, 500, 1000 μ l; z. B. Pipette DIN 12 687 – VP2 100
- Vollpipetten, Nennvolumen 2, 5, 10, 20, 50 ml; z. B. Pipette DIN 12 691 – VPAS 2
- Meßkolben, Nennvolumen 50, 100, 250, 1000 ml; z. B. Meßkolben DIN 12 664 – MS A 50
- Erlenmeyerkolben, Nennvolumen 100 ml; z. B. Kolben DIN 12 380 – EE 100

[SIST DIN 38413-1:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b298cab5-bac1-452c-88b0-540c5a799db5/sist-din-38413-1-2015)

7 Chemikalien

Als Chemikalien sind ausschließlich solche des Reinheitsgrades „zur Analyse“, als Wasser ist bidestilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades zu verwenden.

7.1 Schwefelsäure, H_2SO_4 , verdünnt: Schwefelsäure, $\rho = 1,84$ g/ml, wird durch vorsichtige Zugabe zu Wasser im Volumenverhältnis 1 : 1 verdünnt.

7.2 Schwefelsäure, $c(\frac{1}{2} H_2SO_4) = 1$ mol/l

7.3 Reagenzlösung: 20 g 4-Dimethylaminobenzaldehyd, $C_9H_{11}NO$, werden in 1 l Schwefelsäure (nach Abschnitt 7.2) gelöst. Die Lösung ist in einer braunen Glasflasche aufzubewahren; sie ist etwa einen Monat haltbar.

7.4 Hydrazin-Stammlösung: 1,015 g Hydraziniumsulfat, $N_2H_6SO_4$, werden in 100 ml Wasser gelöst; die Lösung wird nach Zusatz von 5 ml Schwefelsäure

(nach Abschnitt 7.1) mit Wasser auf 250 ml aufgefüllt. 1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Hydrazin. Die Lösung ist einen Monat lang haltbar.

Anmerkung: Hydrazin hat sich im Tierversuch als karzinogen erwiesen; daher sind geeignete Schutzmaßnahmen zu treffen.

7.5 Hydrazin-Standardlösung, $\rho_s = 1 \text{ mg/l}$ Hydrazin: 1 ml der Hydrazin-Stammlösung wird unter Zusatz von 20 ml Schwefelsäure (nach Abschnitt 7.1) mit Wasser auf 1000 ml verdünnt. Die Lösung wird vor Gebrauch frisch angesetzt.

8 Durchführung

50 ml der Wasserprobe werden in einen Erlenmeyerkolben, Nennvolumen 100 ml, pipettiert und mit 10 ml Reagenzlösung (nach Abschnitt 7.3) versetzt. Nach kurzem Umschütteln läßt man die Lösung 5 Minuten stehen.

Liegt der erwartete Hydrazingehalt über 0,5 mg/l, so wird ein geringeres Volumen der Wasserprobe als 50 ml eingesetzt; es wird mit Wasser auf etwa 50 ml ergänzt. Das spektrale Absorptionsmaß wird mit einem Spektralphotometer bei einer Wellenlänge von 455 nm oder mit einem Filterphotometer unter Verwendung eines Filters von 450 nm gemessen. In gleicher Weise wird eine Blindprobe untersucht, bei der lediglich Wasser anstelle der Wasserprobe verwendet wird. Bei Hydrazingehalten $< 0,15 \text{ mg/l}$ wird eine Küvette von 5 cm, bei höheren Konzentrationen eine solche von 1 cm Schichtdicke benutzt.

9 Erstellen einer Eichgeraden

Zum Erstellen einer Eichgeraden werden mindestens 5 Eichlösungen angesetzt. Dazu werden verschiedene Volumina der Hydrazin-Standardlösung (nach Abschnitt 7.5) je in einen Meßkolben, Nennvolumen 100 ml, pipettiert und mit Wasser bis zur Meßmarke aufgefüllt.

Die Lösungen werden nach Abschnitt 8 weiterbehandelt.

Die Massenkonzentrationen der einzelnen Eichlösungen werden wie folgt berechnet:

$$\rho_E = \frac{\rho_s \cdot V_s}{V_E}$$

Hierin bedeuten:

ρ_E Massenkonzentration der jeweiligen Eichlösung, in mg/l

ρ_s Massenkonzentration der Hydrazin-Standardlösung, in mg/l

V_s eingesetztes Volumen der Hydrazin-Standardlösung, in ml

V_E maximales Volumen jeder Eichlösung, in ml (hier $V_E = 100 \text{ ml}$)

Das spektrale Absorptionsmaß der einzelnen Eichlösungen wird auf der Ordinate, ihre zugehörigen Massenkonzentrationen an Hydrazin werden auf der Abszisse eines Koordinatenkreuzes aufgetragen. Für Küvetten unterschiedlicher Schichtdicke ist je eine Eichgerade aufzustellen.

10 Auswertung

Die Massenkonzentration der Wasserprobe an Hydrazin wird berechnet nach der Gleichung:

$$\varrho_p = \frac{(E - E_0) \cdot f \cdot V_{\max}}{V_p}$$

Hierin bedeuten:

- ϱ_p Massenkonzentration der Wasserprobe an Hydrazin, in mg/l
 E spektrales Absorptionsmaß (Extinktion) der Wasserprobe
 E_0 spektrales Absorptionsmaß (Extinktion) der Blindprobe
 f Eichfaktor in mg/l; er wird als reziproker Wert der Steigung der Eichgeraden ermittelt
 V_{\max} maximales Probenvolumen, in ml (hier $V_{\max} = 50$ ml)
 V_p eingesetztes Volumen der Wasserprobe, in ml

11 Angabe des Ergebnisses

Es werden bei einer Massenkonzentration

- < 0,1 mg/l auf 0,001 mg/l
 0,1 mg/l bis < 1 mg/l auf 0,01 mg/l
 1 mg/l bis 10 mg/l auf 0,1 mg/l

gerundete Werte angeben.

Beispiele:

- Hydrazin (N₂H₄) 0,051 mg/l
 Hydrazin (N₂H₄) 0,51 mg/l
 Hydrazin (N₂H₄) 5,1 mg/l

[SIST DIN 38413-1:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b298cab5-bac1-452c-88b0-174000000000/sist-din-38413-1-2015)

Zitierte Normen

- DIN 12 380 Laborgeräte aus Glas; Erlenmeyerkolben enghalsig
 DIN 12 664 Teil 1 Laborgeräte aus Glas; Meßkolben mit einer Marke
 DIN 12 687 Laborgeräte aus Glas; Vollpipetten auf Einguß mit einer Marke
 DIN 12 691 Laborgeräte aus Glas; Vollpipetten mit einer Marke schnellablaufend Wartezeit 15 Sekunden; Klasse AS

Erläuterungen

Die vorliegende Norm enthält das vom Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im DIN und von der Fachgruppe Wasserchemie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker gemeinsam erarbeitete Deutsche Einheitsverfahren

Bestimmung von Hydrazin (P 1)

Darüber hinaus werden alle bisher in dem Loseblattwerk „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ enthaltenen Einheitsverfahren der Fachgruppe Wasserchemie sukzessive in das Deutsche Normenwerk übernommen, so daß nach einer Übergangszeit sämtliche Einheitsverfahren als DIN-Normen vorliegen. Die als DIN-Normen veröffentlichten Einheitsverfahren sind beim Beuth Verlag GmbH einzeln oder zusammengefaßt erhältlich. Das oben genannte Loseblattwerk, das im Verlag Chemie, Weinheim – New York, erschienen ist, wird daneben mit den genormten Einheitsverfahren weiter publiziert werden.

Normen oder Norm-Entwürfe mit dem Gruppentitel

„Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“

sind in folgende Gebiete (Haupttitel) aufgeteilt:

Physikalische und physikalisch-chemische Kenngößen (Gruppe C)	(DIN 38 404)
Anionen (Gruppe D)	(DIN 38 405)
Kationen (Gruppe E)	(DIN 38 406)
Gemeinsam erfaßbare Stoffe (Gruppe F)	
Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)	
Summarische Wirkungs- und Stoffkenngößen (Gruppe H)	(DIN 38 409)
Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)	(DIN 38 411)
Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)	(DIN 38 412)
Einzelkomponenten (Gruppe P)	(DIN 38 413)
Schlamm und Sedimente (Gruppe S)	(DIN 38 414)

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt Ihnen die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Telefon (030) 26 01-421, oder der Beuth Verlag GmbH, Postfach 11 07, 1000 Berlin 30, gerne Auskunft.

Internationale Patentklassifikation

G 01 N 33/18