

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)Bestimmung des in Wasser gelösten Sauerstoffes,
iodometrisches Verfahren nach Winkler (G 21)**DIN****38 408**

Teil 21

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; gaseous components (group G); determination of the oxygen dissolved in the water; iodometric method, Winkler procedure (G 21)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues; composants gazeux (groupe G); dosage d'oxygène dissous dans l'eau, méthode iodométrique (Winkler) (G 21)

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 Allgemeine Angaben

Der aktuelle Sauerstoffgehalt eines Wassers ergibt sich aus dem Zusammenwirken von Sauerstoffeintrag (aus der Atmosphäre oder durch biogene Sauerstoffproduktion) und Sauerstoffverbrauchenden Vorgängen (durch chemische Reduktion oder mikrobielle Sauerstoffzehrung und andere Atmungsprozesse).

Die aktuelle Sauerstoff-Sättigungskonzentration, die erreicht ist, wenn der Stoffaustausch zwischen dem Wasser und dem darüber befindlichen Gasraum ins Gleichgewicht gekommen ist, hängt von dem im Gasraum vorhandenen Sauerstoffpartialdruck und der Temperatur und dem Gehalt des Wassers an gelösten Stoffen (insbesondere an Salzen) ab. Bei der biogenen Sauerstoffproduktion kann es im Gegensatz zu der in Berührung mit Luft erreichbaren Sättigungskonzentration zu einer Sauerstoffübersättigung kommen.

Als Sauerstoff-Sättigungsindex ¹⁾ bezeichnet man den Anteil der aktuellen Sauerstoff-Konzentration an der Sauerstoff-Sättigungskonzentration, die sich unter den herrschenden Temperatur- und Druckbedingungen einstellt; er wird in Prozent angegeben.

2 Anwendungsbereich

Das iodometrische Verfahren nach Winkler ist auf jede Art von Wasser mit einer Konzentration an gelöstem Sauerstoff von mehr als 0,2 mg/l anwendbar, sofern keine Störungen vorliegen (siehe Abschnitt 4). Die Obergrenze des Verfahrens ist durch den etwa doppelten Wert der Konzentration bestimmt, die sich unter üblichen Temperatur- und Druckverhältnissen bei allenfalls geringer Übersättigung mit Luftsauerstoff einstellt. Bei Proben mit höheren Sauerstoff-Konzentrationen, z. B. nach Begasen des Wassers mit Sauerstoff oder nach Belüften unter Druck, reichen die angegebenen Reagenzmengen nicht aus.

¹⁾ Für die Bestimmung des Sauerstoff-Sättigungsindex ist eine Norm in Bearbeitung.

Zitierte Normen, Erläuterungen und Internationale Patentklassifikation siehe
Originalfassung der Norm

Fortsetzung Seite 2 bis 9

Das Verfahren G 21 ist das Referenzverfahren für die Bestimmung von Sauerstoff in Wasser.

Enthält die Wasserprobe bestimmte reduzierende Stoffe (siehe Abschnitt 4), so kann die Bestimmung nach den Verfahren G 22 ²⁾ oder G 23 ³⁾ durchgeführt werden.

3 Grundlage des Verfahrens

Der gelöste Sauerstoff wird im alkalischen Medium mit Mangan(II)-Ionen zur Reaktion gebracht, wobei sich ein Niederschlag bildet. Dieser enthält einen Anteil an höheren Mangan-Oxidhydraten, welcher der in der Wasserprobe ursprünglich enthaltenen Sauerstoffmenge äquivalent ist. Beim anschließenden Ansäuern der Lösung, die Iodid-Ionen enthält, wird eine äquivalente Menge an Iod frei; das Iod wird mit Natriumthiosulfat titriert.

4 Störungen

Das Verfahren ist nicht anwendbar auf Wässer mit solchen Inhaltsstoffen, die unter den Reaktionsbedingungen Mangan(IV)-Verbindungen reduzieren oder Iod verbrauchen (reduzierende Stoffe), beziehungsweise Iodid-Ionen oxidieren (oxidierende Stoffe).

Reduzierende Stoffe sind zum Beispiel Sulfid-Ionen, Sulfit-Ionen, Thiosulfat-Ionen, Eisen(II)-Verbindungen, bestimmte organische Stoffe (Kohlenhydrate, Phenole, Tannin, N-Allylthioharnstoff ⁴⁾).

Oxidierende Stoffe sind zum Beispiel elementares Chlor beziehungsweise Hypochlorit-Ionen, Chlordioxid und Chlorit-Ionen, Wasserstoffperoxid und andere Peroxidverbindungen, Permanganat-Ionen, Chrom(VI)-Verbindungen und Nitrit-Ionen ⁵⁾.

Bei Wässern mit starker Eigenfärbung kann die visuelle Endpunktserkennung bei der Titration gestört sein. In diesem Fall wendet man zur Endpunktserkennung ein elektrochemisches Verfahren, z. B. ein dead-stop-Verfahren, an.

Veränderungen der Sauerstoffkonzentration in der Zeit zwischen Probenahme und Analyse können in vielen Fällen dadurch vermieden werden, daß unmittelbar nach der Probenahme der 1. Schritt der Durchführung (siehe Abschnitt 9.1) vorgenommen wird. Bei sehr starker mikrobieller Sauerstoffzehrung kann dies jedoch unter Umständen nicht ausreichend sein, so daß die Stoffwechseltätigkeit der Mikroorganismen im Augenblick der Probenahme gestoppt werden muß. Insbesondere für belebten Schlamm enthaltende Wasserproben ist das

²⁾ Verfahren G 22: Amperometrisches Verfahren mittels membranbedeckter Sauerstoffsonde (in Vorbereitung)

³⁾ Verfahren G 23: Ioddifferenzverfahren nach Ohle (in Vorbereitung)

⁴⁾ N-Allylthioharnstoff in Konzentrationen von mehr als 0,5 mg/l stört die Endpunktserkennung bei der Titration.

⁵⁾ Durch die Verwendung von Natriumazid (siehe Abschnitt 7.2) stören Nitrit-Ionen in Konzentrationen < 14 mg/l Nitritstickstoff die Bestimmung nicht.

Stabilisierungs-Verfahren nach Abschnitt 8.4 geeignet. Auch bei sorgfältiger Arbeit kann die Genauigkeit des Verfahrens in solchen Fällen beeinträchtigt sein.

5 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur direkten iodometrischen Bestimmung des in Wasser gelösten Sauerstoffes nach Winkler (G 21):

Verfahren DIN 38 408 – G 21

6 Geräte

- a) Flaschen zur Sauerstoffbestimmung, im folgenden kurz Flasche (I) bzw. Flasche (II) genannt
 - Flasche (I), Nennvolumen 250 ml, mit Stopfen, z. B. Standflasche DIN 12 036 – E 250-G mit Stopfen DIN 12 252 – C 19/26; die Stopfen müssen ohne Einschluß von Luftblasen auf die wassergefüllte Flasche aufgesetzt werden können.
Das individuelle Füllvolumen jeder einzelnen Flasche (luftblasenfreie Füllung bei aufgesetztem Stopfen) darf vom Mittelwert der Gesamtheit des verwendeten Flaschensatzes (mittleres Füllvolumen) um nicht mehr als ± 10 ml abweichen.
 - Flasche (II), Nennvolumen 100 ml, z. B. Standflasche DIN 12 036 – E 100-G mit Stopfen DIN 12 252 – C 14/23; die Stopfen müssen ohne Einschluß von Luftblasen auf die wassergefüllte Flasche aufgesetzt werden können.
Das individuelle Füllvolumen jeder einzelnen Flasche (luftblasenfreie Füllung bei aufgesetztem Stopfen) muß auf 0,2 ml ermittelt werden. Flasche und zugehöriger Stopfen müssen unverwechselbar und dauerhaft gekennzeichnet sein.
- b) Vollpipetten, Nennvolumen 1, 2, 5, 10, 20 und 100 ml, z. B. Pipette DIN 12 691 – VPAS 1, oder
- c) Dispenser, für Nennvolumen 1, 2, 5, 10 und 20 ml nach DIN 12 650 Teil 3
- d) Glasflaschen, Nennvolumen 250 und 1000 ml, mit Verschuß, oder
- e) Glasflaschen mit Gewinde DIN 168 – GL 45 $\times$ 4, zum direkten Aufsetzen von Dispensern geeignet, Nennvolumen 250 ml und 1000 ml
- f) Bürette, Nennvolumen 25 ml, z. B. Bürette DIN 12 700 – GGAS 25-005 oder Kolbenbürette, Nennvolumen 20 ml, z. B. nach DIN 12 650 Teil 5
- g) Meßkolben, Nennvolumen 1000 ml, z. B. Meßkolben DIN 12 664 – MS A 1000
- h) Meßzylinder, Nennvolumen 100, 250 und 1000 ml, z. B. Meßzylinder DIN 12 680 – ME 100
- i) Bechergläser, Nennvolumen 400 und 1000 ml, z. B. Becher DIN 12 331 – HF 400
- j) Erlenmeyerkolben, Nennvolumen 250 ml, z. B. Kolben DIN 12 380 – EE 250
- k) Reibschale, Nennvolumen 90 ml, z. B. Reibschale DIN 12 906 – A 90
- l) Uhrgläser, zu den Erlenmeyerkolben passend
- m) Geräte für die Probenahme nach Bedarf (siehe Abschnitt 8)