

DIN 38408-3

ICS 13.060.50

Ersatz für
DIN 38408-3:1993-11**Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und
Schlammuntersuchung –
Gasförmige Bestandteile (Gruppe G) –
Teil 3: Bestimmung von Ozon (G 3)**

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge –
Gaseous components (group G) –
Part 3: Determination of ozone (G 3)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des
boues –
Composants gazeux (groupe G) –
Partie 3: Dosage du l'ozone (G 3)

Gesamtumfang 22 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Bestimmung durch iodometrische Titration.....	5
3.1 Allgemeines	5
3.2 Grundlage des Verfahrens	5
3.3 Störungen	5
3.4 Bezeichnung.....	5
3.5 Reagenzien	5
3.6 Geräte.....	6
3.7 Probenahme	6
3.8 Durchführung.....	7
3.9 Auswertung	8
3.10 Angabe der Ergebnisse.....	8
3.11 Analysenbericht	8
4 Photometrische Bestimmung mittels <i>N,N</i> -Diethyl- <i>p</i> -phenylendiamin (DPD)	9
4.1 Allgemeines	9
4.2 Grundlage des Verfahrens	9
4.3 Störungen	9
4.4 Bezeichnung.....	9
4.5 Reagenzien	9
4.6 Geräte.....	10
4.7 Probenahme	10
4.8 Durchführung.....	10
4.9 Aufstellen einer Bezugskurve	11
4.10 Auswertung	13
4.11 Angabe der Ergebnisse.....	13
4.12 Analysenbericht	13
5 Photometrische Bestimmung mittels Indigotrisulfonat.....	14
5.1 Allgemeines	14
5.2 Grundlage des Verfahrens	14
5.3 Störungen	14
5.4 Bezeichnung.....	14
5.5 Reagenzien	14
5.6 Geräte.....	15
5.7 Probenahme	15
5.8 Durchführung.....	16
5.9 Blindwertbestimmung	17
5.10 Kalibrierung.....	17
5.11 Auswertung	19
5.12 Angabe der Ergebnisse.....	20
5.13 Analysenbericht	20
Anhang A (informativ) Erläuterungen	21
Literaturhinweise	22
Bilder	
Bild 1 — Probenahmegefäß [2].....	7
Tabellen	
Tabelle 1 — Ansetzen von Bezugslösungen	12
Tabelle 2 — Volumina der Reagenzlösungen	16

Vorwort

Das zuständige deutsche Gremium ist der NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Diese Norm wurde gemeinsam mit der Wasserchemischen Gesellschaft — eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker — aufgestellt (siehe Anhang A).

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung zusätzlicher Randbedingungen erforderlich ist.

Zu DIN 38408 „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)“ gehören weitere Teile. Eine Übersicht der Gruppen A bis T der „Deutschen Einheitsverfahren“ enthält Anhang A.

WARNUNG — Anwender dieser Norm sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese Norm gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

Änderungen

Gegenüber DIN 38408-3:1993-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

a) die folgenden Fehler wurden korrigiert:

- die Mengenangabe zur Herstellung der Kaliumiodid-Pufferlösung in 3.5.3 beträgt 20 g Kaliumiodid,
- die Angabe der Chemikalie in 4.5.6 Iod-Stammlösung, $c(I_2) = 0,05 \text{ mol/l}$,
- die Angabe der Chemikalie in 4.5.7 Iod-Standardlösung, $c(I_2) \approx 0,002 5 \text{ mol/l}$,
- die Mengenangabe zur Herstellung der Iod-Standardlösung in 4.5.7 beträgt 5 ml Iod-Stammlösung;

b) die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 38408-3: 1993-11

Einleitung

Ozon wird vornehmlich bei der Aufbereitung von Wasser zu Trink- und Schwimmbeckenwasser eingesetzt. Dabei ist eine genaue Kenntnis der Ozon-Konzentration im Wasser erforderlich.

Durch Umsetzung mit oxidierbaren Stoffen und durch autokatalytischen Zerfall nimmt die Ozon-Konzentration im Wasser mit der Zeit ab, daher wird die Wasserprobe unmittelbar nach der Probenahme untersucht.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt Verfahren zur Bestimmung von Ozon in Wasser fest. Die iodometrische Ozonbestimmung (siehe Abschnitt 3) gilt für die Bestimmung von höheren Ozon-Konzentrationen. Für die Bestimmung von Ozon in niedrigen Konzentrationsbereichen stehen zwei photometrische Verfahren zur Verfügung.

Die Bestimmung mittels *N,N*-Diethyl-*p*-phenylendiamin (DPD) (siehe Abschnitt 4) beruht auf einer Farbbildungsreaktion, die durch im Wasser vorliegende oder bei der Ozonung entstehende Oxidationsmittel gestört werden kann. Diese Störungen sind bei der Bestimmung mithilfe von Indigotrisulfonat (siehe Abschnitt 5) leichter zu eliminieren.

Zur Vergleichbarkeit der Verfahren siehe [1].

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 38402-51, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Kalibrierung von Analysenverfahren, Auswertung von Analyseergebnissen und lineare Kalibrierfunktionen für die Bestimmung von Verfahrenskenngrößen (A 51)*

DIN 58963-2, *Küvetten für photometrische Messungen — Präzisions-Rechteckküvetten — Maße, Anforderungen*

DIN EN ISO 385, *Laborgeräte aus Glas — Büretten*

DIN EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten*

DIN EN ISO 835, *Laborgeräte aus Glas — Messpipetten*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Meßkolben*

DIN EN ISO 4788, *Laborgeräte aus Glas — Messzylinder und Mischzylinder*

DIN ISO 1773, *Laborgeräte aus Glas — Erlenmeyer-, Rund- und Stehkolben, enghalsig*

3 Bestimmung durch iodometrische Titration

3.1 Allgemeines

Das Verfahren legt die Bestimmung von Ozon im Konzentrationsbereich von 0,1 mg/l bis 25 mg/l fest. Bei höheren Ozon-Konzentrationen wird eine entsprechend höher konzentrierte Kaliumiodid-Lösung eingesetzt.

3.2 Grundlage des Verfahrens

Iodid wird durch Ozon zu Iod oxidiert, das mit Stärke eine blaue Einlagerungsverbindung bildet, die durch Titration mit Natriumthiosulfat-Lösung entfärbt wird. Aus dem Verbrauch an Natriumthiosulfat-Lösung wird die Konzentration an Ozon in der Wasserprobe ermittelt.

3.3 Störungen

Die Bestimmung wird durch alle im Wasser vorliegenden Oxidationsmittel gestört, die Iodid zu Iod oxidieren, z. B. Chlor, Brom, höherwertige Manganverbindungen, Wasserstoffperoxid und organische Peroxide.

Bei Wässern mit hohen Anteilen an organischen Verbindungen können bei der Ozonung organische Peroxide und Wasserstoffperoxid entstehen. Bei Wässern, die für die Trinkwassergewinnung herangezogen werden, ist dieser Effekt üblicherweise vernachlässigbar.

Die Störungen durch oxidierende Manganverbindungen können durch eine Differenzmessung eliminiert werden (siehe 3.8.1 und 3.8.2).

3.4 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung von Ozon (G 3) mittels Iodometrie (1):

Verfahren DIN 38408 — G 3 - 1

3.5 Reagenzien

3.5.1 Allgemeines

Als Chemikalien ausschließlich solche des Reinheitsgrades „zur Analyse“ verwenden.

3.5.2 Wasser, destilliertes oder Wasser gleichen Reinheitsgrades.

3.5.3 Kaliumiodid-Pufferlösung

— 20 g Kaliumiodid, KI, 7,3 g Dinatriumhydrogenphosphatdihydrat, $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$, und 3,5 g Kaliumdi-hydrogenphosphat, KH_2PO_4 , in einem 1 000-ml-Messkolben in Wasser lösen.

— Die Lösung mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

3.5.4 Natriumthiosulfat-Lösung, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$.

3.5.5 Schwefelsäure, verdünnt

— 25 ml Schwefelsäure, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$, unter Kühlen vorsichtig zu 75 ml Wasser geben und gut mischen.

3.5.6 Stärkelösung

- 3 g Stärke in 600 ml Wasser geben und unter Erhitzen lösen.

3.5.7 Glycin-Lösung, zur Messung in Gegenwart oxidierender Manganverbindungen.

- 7 g Glycin, $C_2H_5NO_2$, in einem 100-ml-Messkolben in Wasser lösen.
- Mit Wasser bis zur Marke auffüllen.

3.6 Geräte

3.6.1 Allgemeines

Die Glasgeräte müssen ozonzehrfrei sein. Hierzu die Geräte mit Wasser füllen; ozonhaltiges Gas 20 min hindurchleiten und die Geräte anschließend im Trockenschrank trocknen.

3.6.2 Messkolben, Nennvolumen 500 ml und 1 000 ml, z. B. Messkolben ISO 1042 — A1 000 — C.

3.6.3 Messzylinder, Nennvolumen 100 ml, z. B. Messzylinder nach DIN EN ISO 4788.

3.6.4 Vollpipetten, Nennvolumen 1 ml, 25 ml und 100 ml, z. B. Pipette der Klasse AS mit Wartezeit nach DIN EN ISO 648.

3.6.5 Erlenmeyerkolben, Nennvolumen 1 000 ml, z. B. Kolben nach DIN ISO 1773.

3.6.6 Magnetrührer mit Rührstab, PTFE-ummantelt (PTFE Polytetrafluorethen).

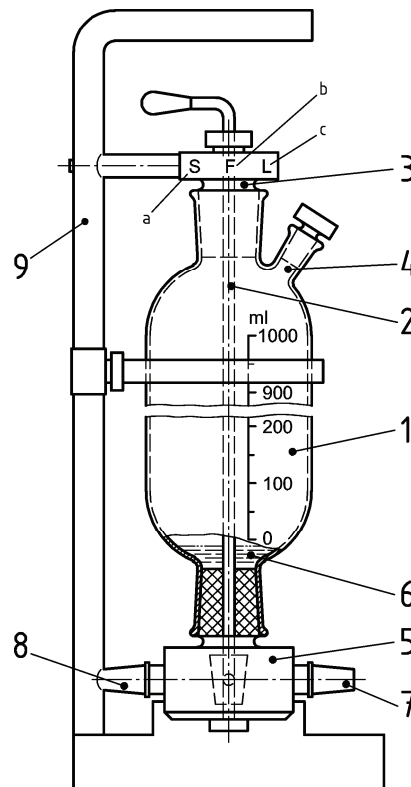
3.6.7 Bürette, z. B. Bürette der Klasse A ohne Wartezeit nach DIN EN ISO 385.

3.7 Probenahme

- Bei der Probenahme Ozonverluste durch Ausgasung vermeiden. Daher das zu untersuchende Wasser unmittelbar zu einer vorgelegten Kaliumiodid-Pufferlösung (3.5.3) geben.

ANMERKUNG Insbesondere bei gasübersättigten Wässern und Probenahme aus offenen Behältern sollte eine Apparatur, z. B. nach Bild 1, verwendet werden, deren Konstruktion Ozonverluste durch Ausgasen zuverlässig ausschließt.

- Bei einer zu erwartenden Massenkonzentration an Ozon zwischen 0,1 mg/l und 1 mg/l 100 ml Kaliumiodid-Pufferlösung (3.5.3) in einem 1 000-ml-Messkolben vorlegen und mit der zu untersuchenden Wasserprobe bis zur Marke auffüllen.
- Bei einer erwarteten Massenkonzentration an Ozon von > 1 mg/l ebenso verfahren, jedoch einen 500-ml-Messkolben verwenden.



Legende

- | | | | |
|---|---|---|-----------------|
| 1 | austauschbarer, graduierter Glaskörper mit NS-Schliffen | 7 | Auslauf |
| 2 | Führungsstange aus nicht rostendem Stahl | 8 | Einlauf |
| 3 | Führungs-/Dichtungsstopfen aus PTFE | 9 | Probenahmegefäß |
| 4 | Einfüll- und Spülstutzen | a | Spülen |
| 5 | Dreizeige-Ein- und Auslauf | b | Füllen |
| 6 | gepufferte Kaliumiodid-Lösung | c | Leeren |

Bild 1 — Probenahmegefäß [2]

3.8 Durchführung

3.8.1 Durchführung bei Abwesenheit von Manganverbindungen

- Die nach 3.7 vorbereiteten Analysenlösungen in einen 1 000-ml-Erlenmeyerkolben überführen, das Probenahmegefäß mit Wasser (nach 3.5.2) nachspülen und mit 25 ml Schwefelsäure (3.5.5) versetzen.
- Die Lösung unter Rühren mit dem Magnetrührer mit der Natriumthiosulfat-Lösung (3.5.4) bis zur hellgelben Färbung titrieren.
- 1 ml Stärkelösung (3.5.6) hinzufügen und die nun blaviolett gefärbte Lösung bis zu ihrer Entfärbung austitrieren (V_1).

3.8.2 Durchführung in Gegenwart von Manganverbindungen

- Eine nach 3.7 vorbereitete Wasserprobe nach 3.8.1 behandeln und titrieren.
- Eine weitere nach 3.7 vorbereitete Wasserprobe nach 3.8.1, erster Absatz, behandeln, mit 1 ml Glycin-Lösung (3.5.7) versetzen und wie in 3.8.1 beschrieben weiter verfahren (V_2).

ANMERKUNG Ohne entsprechende Korrektur täuschen 0,1 mg/l Manganverbindungen etwa 0,08 mg/l Ozon vor.