

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung
Summarische Wirkungs- und Stoffkenngößen (Gruppe H)
 Bestimmung der abfiltrierbaren Stoffe und des Glührückstandes (H 2)

DIN
38 409
 Teil 2

Ersatz für Ausgabe 07.80

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; general measures of effects and substances (group H); determination of the non filterable substances and the residue on ignition (H 2)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduelles et des boues; détermination générale des effets et dosage des substances (groupe H); détermination des substances non-filtrables et du résidu sec (H 2)

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

Die Verfahren sind auf alle Wässer anwendbar (siehe auch Abschnitt 5.3.1).

2 Zweck

Die Untersuchungen werden durchgeführt, um Aufschluß über den Gehalt eines Wassers an ungelösten Stoffen zu erhalten. Der Glührückstand erlaubt eine Aussage über den in der Trockenmasse der abfiltrierten Stoffe enthaltenen Teil der bei der Glühtemperatur nicht flüchtigen Stoffe.

3 Begriffe

3.1 Abfiltrierbare Stoffe (β_A)

Die volumenbezogene Masse der im Wasser enthaltenen ungelösten Stoffe, die unter bestimmten Bedingungen abfiltriert und im Anschluß an ein festgelegtes Trocknungsverfahren ausgewogen werden.

Solche ungelösten Stoffe können Sink-, Schweb- und Schwimmstoffe organischer und anorganischer Zusammensetzung sein. Sinkstoffe, die sich unter definierten Bedingungen (siehe DIN 38 409 Teil 9) absetzen, bezeichnet man als absetzbare Stoffe.

Abfiltrierbare Stoffe werden auf das Volumen der Wasserprobe, in der sie bestimmt wurden, bezogen und in mg/l angegeben.

3.2 Glührückstand (β_{GA}) der abfiltrierten Stoffe

Die volumenbezogene, nach einem festgelegten Trocknungs- und Glühverfahren zurückbleibende Masse an abfiltrierbaren Stoffen. Der Glührückstand wird auf das Volumen der filtrierten Wasserprobe bezogen und in mg/l angegeben.

Fortsetzung Seite 2 bis 11

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

Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, gestattet.

3.3 Glühverlust (β_{VA}) der abfiltrierten Stoffe

Die Differenz zwischen den abfiltrierbaren Stoffen und dem Glührückstand:

$$\beta_{VA} = \beta_A - \beta_{GA} \quad (1)$$

Er wird in mg/l angegeben.

Die organischen Bestandteile der ungelösten Stoffe stellen meist nur einen Teil des Glühverlustes dar; der Glühverlust ist also nicht immer gleichbedeutend mit dem Gehalt an abfiltrierter organischer Substanz.

3.4 Trockenmasse (m_T)

Die nach einem festgelegten Trocknungsverfahren zurückbleibende Masse an abfiltrierten Stoffen.

3.5 Glühmasse (m_G)

Die nach einem festgelegten Trocknungs- und Glühverfahren zurückbleibende Masse an abfiltrierten Stoffen.

4 Qualitative Beschreibung der abfiltrierten Stoffe

4.1 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur qualitativen Beschreibung der abfiltrierten Stoffe (H 2 – 1):

Verfahren DIN 38 409 – H 2 – 1

4.2 Qualitative Beschreibung

Im Wasser enthaltene ungelöste Stoffe werden nach ihrem Sedimentationsverhalten sowie nach Größe, Form und Färbung der Einzelteilchen wie folgt unterschieden:

- Sedimentationsverhalten: Sinkstoff, Schwebstoff, Schwimmstoff
- Größe der Teilchen: sehr fein, fein, grob, sehr grob
- Form der Teilchen: körnig, flockig, faserig, tonig, kristallin.

Die abfiltrierten Stoffe einer Wasserprobe werden qualitativ beschrieben, z. B. als feinflockige, rötlich-gelbe Sinkstoffe oder als grobfaserige, weißgraue Schwimmstoffe.

5 Quantitative Bestimmung der abfiltrierbaren Stoffe und des Glührückstandes

5.1 Bestimmung mittels Papierfilter

Abfiltrierbare Stoffe werden in der Regel nach Filtration durch ein Papierfilter bestimmt (siehe auch Abschnitt 5.3.1).

5.1.1 Störungen

Um Störungen durch nachträglich auftretende Ausflockungen zu vermeiden, ist die Filtration unverzüglich nach der Probenahme vorzunehmen. Falls das Papierfilter durch Wasserinhaltsstoffe (z. B. starke Säuren oder starke Basen) angegriffen wird, ist das Verfahren DIN 38 409 – H 2 – 3 anzuwenden.

5.1.2 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur quantitativen Bestimmung der mittels Papierfilter abfiltrierbaren Stoffe und des Glührückstandes (H 2 – 2) :

Verfahren DIN 38 409 – H 2 – 2

5.1.3 Geräte

- Analysenwaage
- Papierfilter, Durchmesser vorzugsweise 55 mm, bei sehr hohen Gehalten an abfiltrierbaren Stoffen Durchmesser 70 mm,
z. B. Rundfilter DIN 12 448 – A 55 – 2a, aschefrei, schnell filtrierend
(Durchflußdauer 6 bis 12 Sekunden, ermittelt z. B. nach DIN 53 137)
- Filtriergerät: Porzellannutsche, Größe dem Filter entsprechend,
z. B. Filternutsche DIN 12 905 – 55
- Niedriges Wägegglas mit Verschlußstopfen,
z. B. Niedriges Wägegglas DIN 12 605 – 80 × 30
- Porzellantiegel, Nennvolumen 40 bis 50 ml, z. B. Tiegel DIN 12 904 – 2/50
- Saugflasche, Nennvolumen 1 bis 2 l, z. B. Saugflasche DIN 12 476 – 1000
- Vakuumpumpe, z. B. Wasserstrahlpumpe, mit Sicherheitsflasche,
z. B. Dreihalsflasche DIN 12 480 – G 1 oder Dreihalsflasche DIN 12 481 – GT 1
oder entsprechende Vorrichtung zur Druckfiltration
- Wärmeschrank oder entsprechendes Gerät mit zwangsläufiger Durchlüftung
oder mit natürlicher Durchlüftung bei verstellbaren Durchlüftungsöffnungen,
auf $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ regelbar, z. B. nach DIN 12 880 Teil 1
- Thermometer zum Wärmeschrank,
z. B. Stockthermometer DIN 12 781 – 1/ – 20/150-150
- Exsikkator, mit Silicagel oder Diphosphorpentaoxid als Trocknungsmittel,
z. B. Exsikkator DIN 12 491 – 100
- Glühofen

Für die Durchführung nach Abschnitt 5.2:

- Membranfiltrationsgerät mit Filtern, Porenweite $0,45\ \mu\text{m}$

5.1.4 Durchführung

- Das Papierfilter im Filtriergerät mit etwa 100 ml destilliertem Wasser auswaschen; danach das Papierfilter in einem geöffneten Wägegglas bei $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ bis zur Gewichtskonstanz trocknen.
- Wägegglas und Papierfilter bei geöffnetem Verschluß im Exsikkator innerhalb 30 bis 60 Minuten auf Raumtemperatur abkühlen lassen.
- Das verschlossene Wägegglas mit Papierfilter auf 1 mg wiegen (m_a).

Wegen der hygroskopischen Eigenschaften des Papierfilters ist darauf zu achten, daß der Wägevorgang nur kurze Zeit benötigt; die relative Luftfeuchte im Waagengehäuse ist unter Kontrolle zu halten.

- Das Papierfilter ins Filtriergerät einlegen und mit destilliertem Wasser anfeuchten.
- Ein abgemessenes Volumen der gut umgeschüttelten Probe filtrieren, daß einerseits mindestens eine Trockenmasse von 20 mg abfiltrierter Stoffe zu erwarten ist, andererseits der erhaltene Filtrierrückstand innerhalb der zweistündigen Trocknungszeit im Wärmeschrank trocken wird.

Das zu filtrierende Probenvolumen muß repräsentativ sein; das kann unter Umständen nur erreicht werden, wenn der gesamte Inhalt des Probengefäßes filtriert wird. Bei Wässern, die viel gelöste Stoffe ($> 1 \text{ g/l}$) enthalten, ist ein Nachwaschen zu deren möglichst restloser Verdrängung aus dem Papierfilter notwendig. Dazu portionsweise dreimal je 10 ml destilliertes Wasser aufgeben.

- Bei Proben mit einer Auswaage an abfiltrierten Stoffen von mehr als 1 g das Waschwasservolumen auf dreimal je 20 ml erhöhen.
- Anschließend das Papierfilter in dasselbe Wägegglas geben und ohne Verschuß etwa 2 Stunden im Wärmeschrank bei $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ trocknen.
- Danach das offene Wägegglas innerhalb von 30 bis 60 Minuten im Exsikkator auf Raumtemperatur abkühlen lassen.
- Nach Öffnen des Exsikkators das Wägegglas sofort mit dem Verschuß verschließen und das Gefäß mit Inhalt auf 1 mg wiegen (m_b); die genannten Wägebedingungen sind dabei einzuhalten.

Die Trockenmasse m_T der abfiltrierten Stoffe wird als konstant angesehen, wenn ihr Gewicht nach einer weiteren halbstündigen Trocknung von dem vorhergehenden um nicht mehr als 2 mg abweicht; andernfalls die Trocknung wiederholen, bis Gewichtskonstanz erreicht ist.

Anmerkung: Wird auch nach dem dritten Trocknungsversuch kein konstanter Wert erhalten, so wird der zuletzt bestimmte Wert angegeben. Darauf ist im Analysenbericht hinzuweisen.

- Im gleichen Arbeitsgang wie die Trocknung einen Porzellantiegel bei 550°C im Glühofen glühen und – nach Erkalten im Exsikkator auf Raumtemperatur – auf 1 mg wiegen (m_t).
- Das Papierfilter mit den abfiltrierten Stoffen quantitativ in den Porzellantiegel überführen und diesen mit Inhalt 60 Minuten bei 550°C glühen.

Bei einem hohen Gehalt an organischen Stoffen können Verluste durch Entflammen oder Verpuffen eintreten; die Probe daher zunächst bis zur Verkohlungs langsam erhitzen.

- Nach dem Abkühlen im Exsikkator auf Raumtemperatur den Porzellantiegel mit Inhalt auf 1 mg wiegen (m_c).
- Auch hier darauf achten, daß die Wägung sofort nach der Entnahme des Porzellantiegels aus dem Exsikkator durchgeführt und der Wägevorgang möglichst kurzfristig abgeschlossen wird.

Die Glühmasse (m_G) wird als konstant angesehen, wenn ihr Gewicht nach weiterem halbstündigen Glühen bei 550°C im vorgeheizten Ofen von dem vorhergehenden um nicht mehr als 2 mg abweicht; andernfalls den Glühvorgang wiederholen, bis Gewichtskonstanz erreicht ist (siehe auch Anmerkung).