

DIN 38409-7

ICS 13.060.50

Ersatz für
DIN 38409-7:2004-03**Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und
Schlammuntersuchung –
Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H) –
Teil 7: Bestimmung der Säure- und Basekapazität (H 7)**

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge –
General measures of effects and substances (group H) –
Part 7: Determination of acid and base capacity (H 7)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des
boues –
Détermination générale des effets et dosage des substances (groupe H) –
Partie 7: Détermination de la capacité acide et base (H 7)

Gesamtumfang 28 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	8
4 Bestimmung der Säurekapazitäten bis zu den pH-Werten 8,2 und 4,3 ...	10
5 Bestimmung der Säurekapazität bis zum pH-Wert 4,3	13
6 Bestimmung der Basekapazität bis zum pH-Wert 4,3	15
7 Bestimmung der Basekapazität bis zum pH-Wert 8,2 durch direkte Titration ohne Zusatz von Tartrat-Citrat-Lösung	16
8 Bestimmung der Basekapazität bis zum pH-Wert 8,2 durch direkte Titration mit Zusatz von Tartrat-Citrat-Lösung	19
9 Bestimmung der Basekapazität bis zum pH-Wert 8,2 durch Rücktitration	21
10 Verfahrenskenndaten	24
Anhang A (informativ) Die Bereitstellung und die Wirkungsweise des Maskierungsreagenzes (Tartrat-Citrat-Lösung)	25
Anhang B (informativ) Erläuterungen	27
Literaturhinweise	28

Vorwort

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

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 38409 „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)“ gehören weitere Teile. Eine Übersicht der Gruppen A bis T der „Deutschen Einheitsverfahren“ enthält Anhang B.

Die Anhänge A und B sind informativ.

Änderungen

Gegenüber DIN 38409-7:1979-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Für Wässer, deren pH-Werte über 8,2 liegen, werden die Verfahren zur Bestimmung der Säurekapazitäten bis zu den pH-Werten 8,2 und 4,3 in einem Verfahren DIN 38409 — H 7-1 zusammengefasst.
- b) Das Verfahren DIN 38409 — H 7-2 beschreibt die Bestimmung der Säurekapazität bis zum pH-Wert 4,3 und ist anwendbar auf ein Wasser, dessen pH-Wert über 4,3 liegt.
- c) Das Verfahrens DIN 38409 — H 7-3 ersetzt das Verfahren DIN 38409 — H 7-2-1 Bestimmung der Basekapazität (H 7) bis zum pH-Wert 4,3.
- d) Das Verfahren DIN 38409 — H 7-4-1 ersetzt das Verfahren DIN 38409 — H 7-2-2 Bestimmung der Basekapazität (H 7) bis zum pH-Wert 8,2.
- e) Folgende Verfahren wurden aufgenommen:
 - Das Verfahren DIN 38409 — H 7-4-2 für die Bestimmung der Basekapazität bis zum pH-Wert 8,2 mit Zusatz von Tartrat-Citrat-Lösung;
 - das Verfahren DIN 38409 — H 7-4-3 für die Bestimmung der Basekapazität bis zum pH-Wert 8,2 durch Rücktitration.
- f) Für alle Bestimmungen, die eine Titration auf den Endpunkt pH 8,2 beinhalten, werden die Wasserproben nicht mehr mittels Pipette in das Titriergefäß überführt, sondern unmittelbar im Probenahmegefäß titriert. Als Probenahmegefäße dienen Standflaschen mit flachem Boden und Vollstopfen. Die Bereitstellung und der Einsatz von Natriumhydroxid-Lösung und Salzsäure der Konzentration 0,02 mol/l entfallen.
- g) Der Einsatz des Maskierungsreagenzes Tartrat-Citrat-Lösung zur Komplexierung von Calcium- und Schwermetall-Ionen wird bei der direkten Titrationmethode zur Bestimmung der Basekapazität bis zum pH-Wert 8,2 auf den Störungsfall beschränkt.

- h) Die Korrektur des Maskierungsreagenzes erfolgt nicht mehr über Verdünnungsversuche mit entionisiertem Wasser. Die Lösung wird unmittelbar mit Säure oder Lauge auf den für ihre Anwendung optimalen pH-Wert 7,4 eingestellt. Über die Bereitstellung und die Wirkungsweise der Tartrat-Citrat-Lösung wird Anhang A informieren.

Gegenüber DIN 38409-7:2004-03 wurden folgende Berichtigungen vorgenommen:

- a) Abschnitt 1, drittletzter Satz: Das Wort „ist“ wurde gestrichen;
- b) Abschnitt 4.7, 8. Anstrich falsch: m_1 , richtig: m_2 wurde ersetzt;
- c) Abschnitt 6.1, zweite Zeile: Die Basekapazität K wird mit dem entsprechenden Index $B_{4,3}$ angegeben;
- d) Abschnitt 8.8, Legende zu Gleichung (10): Probevolumen falsch: V_1 , richtig: V_2 ;
- e) Abschnitt 9.8, Gleichung (13), Nenner falsch: V_2 , richtig: V_3 wurde ersetzt.

Frühere Ausgaben

DIN 8103: 1936-11

DIN 19641: 1961-09

DIN 38409-7: 1979-05, 2004-03

Einleitung

Die Verfahren dieser Norm dienen der experimentellen Bestimmung der Pufferungskapazitäten eines Wassers bis zu den Endpunkten pH 4,3 und pH 8,2.

Die beiden pH-Werte leiten sich aus dem Gleichgewichtssystem der Kohlensäure und ihrer Ionen in Wasser ab und orientieren sich an den Wendepunkten in den steilen Abschnitten der Titrationskurve, die bei der Titration einer Natriumcarbonat-Lösung der Konzentration 0,01 mol/l mit Salzsäure erhalten wird.

Eine wässrige Kohlenstoffdioxid-Lösung mit einer Konzentration an Hydrogencarbonat-Ionen in mmol/l von 1 % der Konzentration an gelöstem Kohlenstoffdioxid, einer Temperatur von 25°C und einer Ionenstärke von 10 mmol/l hat einen pH-Wert von 4,3. Beim pH-Wert 4,3 liegt folglich fast nur gelöstes Kohlenstoffdioxid (CO₂aq) vor.

Eine wässrige Hydrogencarbonat-Lösung mit mehr als 1 mmol/l Hydrogencarbonat-Ionen, einer Temperatur von 25°C und einer Ionenstärke von 10 mmol/l hat einen pH-Wert von 8,2. Beim pH-Wert 8,2 liegen fast nur Hydrogencarbonat-Ionen vor.

Sind in einem Wasser die Beiträge anderer schwacher Säuren als Kohlensäure und anderer schwacher Basen als die Anionen der Kohlensäure zur Pufferungskapazität vernachlässigbar, bietet die Bestimmung der Pufferungskapazitäten bis zu den Titrationsendpunkten pH 4,3 und pH 8,2 eine wichtige Grundlage zur Charakterisierung eines Wassers. Sie liefert experimentelle Grundgrößen für die wasserchemische Berechnung der Kohlensäuregleichgewichte und der Calcitsättigung eines Wassers. Je nachdem, in welchem Umfang zusätzliche Analysendaten zur Verfügung stehen, können wasserchemische Daten zur Calcitsättigung mit Hilfe der in DIN 38404-10 beschriebenen Verfahren berechnet werden.

Sind zusätzlich die Stoffmengenkonzentrationen an Natrium-, Kalium-, Calcium-, Magnesium-, Chlorid-, Sulfat- und Nitrat-Ionen bekannt, ist der pH-Wert eines Wassers, bezogen auf eine bestimmte Temperatur, nach dem Verfahren DIN 38404-10:1995-04, Abschnitt 6 berechenbar. Umgekehrt ist bei bekanntem pH-Wert jeweils wahlweise eine der beiden zugeordneten Pufferungskapazitäten berechenbar. Hierauf begründet sich die Möglichkeit, die Konsistenz der gemessenen Werte zu prüfen, siehe [1] in den Literaturhinweisen.

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.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt sechs Verfahren zur Bestimmung der Säure- und Basekapazitäten fest.

Das Verfahren nach Abschnitt 4 DIN 38409 — H 7-1 legt die Bestimmung der Säurekapazitäten bis zu den pH-Werten 8,2 und 4,3 fest und ist anwendbar auf ein Wasser, dessen pH-Wert über 8,2 liegt. In der Praxis handelt es sich überwiegend um weiche bis mittelharte Trink-, Grund- und Oberflächenwässer mit Säurekapazitäten $K_{S4,3} < 2 \text{ mmol/l}$.

Das Verfahren nach Abschnitt 5 DIN 38409 — H 7-2 legt die Bestimmung der Säurekapazität bis zum pH-Wert 4,3 fest und ist anwendbar auf ein Wasser, dessen pH-Wert über 4,3 liegt.

Das Verfahren nach Abschnitt 6 DIN 38409 — H 7-3 legt die Bestimmung der Basekapazität bis zum pH-Wert 4,3 fest und ist anwendbar auf ein Wasser, dessen pH-Wert unter 4,3 liegt. Im Bereich der natürlichen Wässer kann es sich hierbei zum Beispiel um ein durch Versauerungsprozesse beeinflusstes Trink-, Grund- oder Oberflächenwasser handeln.

Das Verfahren nach Abschnitt 7 DIN 38409 — H 7-4-1 legt die Bestimmung der Basekapazität bis zum pH-Wert 8,2 ohne Zusatz von Tartrat-Citrat-Lösung fest und ist anwendbar auf ein Wasser, dessen pH-Wert unter 8,2 liegt und in dem keine Störungen durch Ausfällungen von Schwermetallhydroxiden und -carbonaten oder Calciumcarbonat auftreten.

Das Verfahren nach Abschnitt 8 DIN 38409 — H 7-4-2 legt die Bestimmung der Basekapazität bis zum pH-Wert 8,2 mit Zusatz von Tartrat-Citrat-Lösung fest und ist anwendbar auf ein Wasser, dessen pH-Wert unter 8,2 liegt und in dem Störungen durch Ausfällungen von Schwermetallhydroxiden und -carbonaten oder Calciumcarbonat auftreten. Reicht der vorgegebene Zusatz des Maskierungsreagenzes nicht aus, um Ausfällungen zu verhindern, ist das Verfahren nicht anwendbar. Es wird auf das in [2] publizierte maßanalytische Verfahren verwiesen.

Das Verfahren nach Abschnitt 9 DIN 38409 — H 7-4-3 legt die Bestimmung der Basekapazität bis zum pH-Wert 8,2 durch Rücktitration fest. Es ist anwendbar auf ein Wasser, dessen pH-Wert unter 8,2 liegt. Seine Anwendung empfiehlt sich bei Wässern mit hohen Gehalten an Kohlenstoffdioxid ($K_{B8,2} > 2 \text{ mmol/l}$). Reicht der vorgegebene Zusatz des Maskierungsreagenzes nicht aus, um Ausfällungen zu verhindern, ist das Verfahren nicht anwendbar. Es wird auf das in [2] publizierte maßanalytische Verfahren verwiesen.

Es handelt sich um nicht kalibrierbedürftige volumetrische Verfahren, die auf Natriumcarbonat als Urtitersubstanz zurückgehen. Die eingesetzten Säuren und Basen mit nominalen Stoffmengenkonzentrationen von 0,1 mol/l, 0,25 mol/l und 0,5 mol/l sind im Handel erhältlich. Die Einstellung der benötigten Lösungen mit Natriumcarbonat ist daher nicht Gegenstand dieser Norm. Die Genauigkeit der Verfahren wird begrenzt durch die Genauigkeit der Stoffmengenkonzentrationen der eingesetzten Säuren und Basen, durch die Genauigkeit der abzulesenden und vorzulegenden Volumina und die Genauigkeit der Endpunkterkennung. Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenzen sind nicht mit statistischen Methoden ermittelbar.

Die untere Anwendungsgrenze kann sich an der Säure- oder Basekapazität orientieren, die sich aus dem Volumen an zugesetzter Säure oder Base ergibt, das dem zehnfachen Wiederholfehler der eingesetzten Bürette entspricht.

Bei den nach dieser Norm bestimmbaren Kenngrößen zur Wasserbeschaffenheit kann es je nach Probenart auch bei sachgerechter Probenahme im Verlaufe von Transport und Lagerung zu einer Veränderung gegenüber der ursprünglich entnommenen Probe kommen. Daher wird die Analyse innerhalb von 48 h nach der Probenahme durchgeführt. Mögliche Transport- und Lagerungseinflüsse werden geprüft. Gegebenenfalls wird der Verfahrensablauf so gestaltet, dass eine Veränderung der Wasserbeschaffenheit durch Transport und Lagerung vermieden wird.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikationen (einschließlich Änderungen).

DIN 12331, *Laborgeräte aus Glas — Becher.*

DIN 12691, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten mit einer Marke, schnellablaufend, Wartezeit 15 Sekunden, Klasse AS.*

DIN 12700-1, *Laborgeräte aus Glas — Büretten — Allgemeine Bestimmungen.*

DIN 19261, *pH-Messung — Messverfahren mit Verwendung potentiometrischer Zellen — Begriffe.*

DIN 19265, *pH-Messung — pH-Messumformer — Anforderungen.*

DIN 19266, *pH-Messung — Referenzpufferlösungen zur Kalibrierung von pH-Messeinrichtungen.*

DIN 38404-10:1995-04, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C) — Calcitsättigung eines Wassers (C 10).*

DIN EN ISO 4796-2, *Laborgeräte aus Glas — Flaschen — Teil 2: Flaschen mit konischem Hals (ISO 4796-2:2000); Deutsche Fassung EN ISO 4796-2:2000.*

DIN EN ISO 8655-3, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 3: Kolbenbüretten (ISO 8655-3:2002); Deutsche Fassung EN ISO 8655-3:2002.*

DIN ISO 1773, *Laborgeräte aus Glas — Erlenmeyer-, Rund- und Stehkolben, enghalsig (ISO 1773:1997).*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987.*

[2] Fresenius, W., Quentin, K.-E.: *Untersuchung der Mineral- und Heilwässer, Bestimmung der Quellengase.* In: Handbuch der Lebensmittelchemie, 8. Band, Teil 1 und 2, Wasser und Luft, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 1970, S. 1020 bis 1027.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Pufferungskapazität

die auf das Wasservolumen bezogene Stoffmenge an Wasserstoff- oder Hydroxid-Ionen, die erforderlich ist, um einen bestimmten pH-Wert zu erreichen

ANMERKUNG Sie wird in mmol/l oder mol/m³ angegeben.

3.2

Säurekapazität

die auf das Wasservolumen bezogene Menge an Wasserstoff-Ionen, die erforderlich ist, um einen bestimmten pH-Wert zu erreichen

ANMERKUNG Sie wird in mmol/l oder mol/m³ angegeben.

3.3

Säurekapazität bis zum pH-Wert 4,3 ($K_{S4,3}$)

die Säurekapazität des Wassers, wenn es durch Zusatz von Wasserstoff-Ionen den pH-Wert 4,3 erreicht hat

ANMERKUNG Die Säurekapazität bis zum pH-Wert 4,3 ist hauptsächlich eine Funktion der Hydrogencarbonat-, Carbonat- und Hydroxid-Ionen. Andere Puffersubstanzen, wie beispielsweise Ammoniak, Borate, Phosphate, Silicate und Anionen von Huminsäuren und anderen organischen Säuren, werden bei der Bestimmung miterfasst. Ist der Gehalt des Wassers an anderen Puffersubstanzen vernachlässigbar, so kann die Säurekapazität bis zum pH-Wert 4,3 aus dem pH-Wert und der Pufferungskapazität bis zum pH-Wert 8,2 bei bekannten Stoffmengenkonzentrationen an Natrium-, Kalium-, Calcium-, Magnesium-, Chlorid-, Sulfat- und Nitrat-Ionen mit Rechenprogrammen nach DIN 38404-10 (Rechenverfahren 3) berechnet werden. Die Anwendungsbereiche nach DIN 38404-10:1995-04, Abschnitt 6 sind zu beachten.

3.4

Säurekapazität bis zum pH-Wert 8,2 ($K_{S8,2}$)

die Säurekapazität des Wassers, wenn es durch Zusatz von Wasserstoff-Ionen den pH-Wert 8,2 erreicht hat

ANMERKUNG Die Säurekapazität bis zum pH-Wert 8,2 ist hauptsächlich eine Funktion der Carbonat- und Hydroxid-Ionen. Andere Puffersubstanzen, wie beispielsweise Ammoniak, Borate, Phosphate und Silicate, werden bei der Bestimmung miterfasst.

Ist der Gehalt des Wassers an anderen Puffersubstanzen vernachlässigbar, so kann die Säurekapazität bis zum pH-Wert 8,2 aus dem pH-Wert und der Säurekapazität bis zum pH-Wert 4,3 bei bekannten Stoffmengenkonzentrationen an Natrium-, Kalium-, Calcium-, Magnesium-, Chlorid-, Sulfat- und Nitrat-Ionen mit Rechenprogrammen nach DIN 38404-10 (Rechenverfahren 3) berechnet werden. Die Anwendungsbereiche nach DIN 38404-10:1995-04, Abschnitt 6 sind zu beachten.

3.5

Basekapazität

die auf das Wasservolumen bezogene Stoffmenge an Hydroxid-Ionen, die erforderlich ist, um einen bestimmten pH-Wert zu erreichen

ANMERKUNG Sie wird in mmol/l oder mol/m³ angegeben.

3.6

Basekapazität bis zum pH-Wert 4,3 ($K_{B4,3}$)

die Basekapazität des Wassers, wenn es durch Zusatz von Hydroxid-Ionen den pH-Wert 4,3 erreicht hat

ANMERKUNG Die Basekapazität bis zum pH-Wert 4,3 ist eine Funktion der Wasserstoff-Ionen. Sie charakterisiert den Gehalt an freien Mineralsäuren. Andere Puffersubstanzen, wie beispielsweise protonierte Phosphate und Aquo-Hydroxo-Komplexe des Eisens und Aluminiums, werden bei der Bestimmung miterfasst.

3.7

Basekapazität bis zum pH-Wert 8,2 ($K_{B8,2}$)

die Basekapazität des Wassers, wenn es durch Zusatz von Hydroxid-Ionen den pH-Wert 8,2 erreicht hat

ANMERKUNG Die Basekapazität bis zum pH-Wert 8,2 ist hauptsächlich eine Funktion des im Wasser gelösten Kohlenstoffdioxids (CO₂aq) und der Wasserstoff-Ionenkonzentration. Andere Puffersubstanzen, wie beispielsweise Ammonium-Ionen und protonierte Anionen aus den Puffersystemen des Borats, Phosphats und Silicats, werden bei der Bestimmung miterfasst. Im pH-Bereich unter 5,5 werden Aquo-Hydroxo-Komplexe des Eisens und Aluminiums miterfasst.

Ist der Gehalt des Wassers an anderen Puffersubstanzen vernachlässigbar, so kann die Basekapazität bis zum pH-Wert 8,2 aus dem pH-Wert und der Pufferungskapazität bis zum pH-Wert 4,3 bei bekannten Stoffmengenkonzentrationen an Natrium-, Kalium-, Calcium-, Magnesium-, Chlorid-, Sulfat- und Nitrat-Ionen mit Rechenprogrammen nach DIN 38404-10 (Rechenverfahren 3) berechnet werden. Die Anwendungsbereiche nach DIN 38404-10:1995-04, Abschnitt 6 sind zu beachten.