

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

Schlamm und Sedimente (Gruppe S)Bestimmung von ausblasbaren und extrahierbaren,
organisch gebundenen Halogenen (S 17)**DIN**
38 414
Teil 17

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge; sludge and sediments (group S); determination of the organically bound halogens amenable to stripping and to extraction (S 17)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues; boues et sédiments (groupe S); dosage des composées organo-halogénés soumis à libération et extraction (S 17)

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.

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

1 Anwendungsbereich

Das Verfahren ist zur Untersuchung von Schlämmen und Sedimenten geeignet. Zunächst wird der Gehalt an ausblasbaren (POX) und anschließend der Gehalt an extrahierbaren (EOX), organisch gebundenen Halogenen bestimmt. Die unteren Anwendungsgrenzen liegen bei 0,2 mg je kg Trockenmasse für POX und 1 mg je kg Trockenmasse für EOX.

Soll der Gesamtgehalt an organisch gebundenen Halogenen einschließlich der schwerflüchtigen, stark polaren Anteile erfaßt werden, so ist eine Bestimmung nach DIN 38 414 Teil 18 anzuschließen.

2 Begriffe und Kurzzeichen

Organisch gebundene Halogene: Die Gesamtheit der Halogene Chlor, Brom und Iod, die in organischen Stoffen der Schlämme und Sedimente enthalten sind und die unter den Bedingungen dieses Verfahrens erfaßt werden. Sie werden in mg Chlor je kg Trockenmasse angegeben.

POX: Ausblasbare organisch gebundene Halogenverbindungen

EOX: Extrahierbare organisch gebundene Halogenverbindungen

3 Grundlage des Verfahrens

Die organisch gebundenen Halogene (OX) werden nach Ausblasen, Adsorption und Elution bzw. nach Extraktion mit Hexan erfaßt und in einer Wasserstoff-Sauerstoff-Flamme verbrannt. Die im Kondensat anfallenden Mineralisierungsprodukte werden auf der Grundlage einer argentometrischen Reaktion oder durch ein gleichwertiges Verfahren bestimmt.

Fortsetzung Seite 2 bis 12

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

**Documents**

4 Störungen

Die in der **wäßrigen** Schlamm- bzw. Sedimentphase enthaltenen ausblasbaren und extrahierbaren organisch gebundenen Halogenverbindungen werden durch dieses Verfahren miterfaßt, soweit diese nicht beim Trocknen verloren gehen.

Bei der Probenahme ist zur Vermeidung von OX-Verlusten darauf zu achten, daß keine Kunststoffbehälter verwendet werden.

Um Kontaminationen durch Halogenkohlenwasserstoffe zu vermeiden, sollten die Proben nur in Laborräumen untersucht werden, in denen nicht mit halogenierten Kohlenwasserstoffen gearbeitet wird oder wo solche nicht gelagert werden.

Aus dem gleichen Grund sollten Extrakte und Eluate gleich nach Fertigstellung mineralisiert werden. Lagern in Kühlschränken kann zur Kontamination durch Kältemittel führen.

Entsprechendes ist auch bei der Vorbereitung und Lagerung des Harzes (nach Abschnitt 7.8) zu beachten.

Iod stört die mikrocoulometrische Detektion (nicht reproduzierbare Überbefunde). In Anwesenheit von Iod muß ein anderes Detektionsverfahren, z. B. die Ionenchromatographie, angewandt werden.

5 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung der ausblasbaren und extrahierbaren, organisch gebundenen Halogene in Schlämmen und Sedimenten, berechnet als Chlor (S 17):

Verfahren DIN 38 414 – S 17

6 Geräte

- Weithals-Standflaschen (braun), Nennvolumen 500 oder 1000 ml, mit Stopfen nach DIN 12 252, z. B. Standflasche DIN 12 039 – W – 500 G
- Meßzylinder, Nennvolumen 500 oder 1000 ml, z. B. Meßzylinder DIN 12 680 – MH 500
- Erlenmeyerkolben, Nennvolumen 2 l, z. B. Kolben DIN 12 380 – EE 2000
- Meßkolben, Nennvolumen 10, 25, 50 und 100 ml, z. B. Meßkolben DIN 12 664 – MSA 10
- Graduiertes Gefäß, z. B. Zentrifugenröhrchen mit Schliff, NS 14/23, Nennvolumen 15 ml
- Meßpipetten, Nennvolumen 2, 5 und 10 ml, z. B. Pipette DIN 12 697 – MPAS 2-002
- Apparatur zur Abtrennung des ausblasbaren Anteils der organisch gebundenen Halogene aus Schlämmen und Sedimenten (z. B. nach Bild 1)
- Extraktionsapparatur, z. B. bestehend aus:
 - Rundkolben, Nennvolumen 100 ml, z. B. Kolben DIN 12 348 – RANS 100-29
 - Extraktor nach Soxhlet, Nennvolumen 30 ml, z. B. Extraktor DIN 12 602 – 30
 - Dimrothkühler, z. B. Kühler DIN 12 591 – D 250-29
 - Wasserbad

- Extraktionshülsen, z. B. nach DIN 12 449
- Verbrennungsapparatur, z. B. Wickboldapparatur nach DIN 51 400 Teil 1 und DIN EN 41
- Halogeniddetektionsgerät, z. B. Coulometer, Elektrode, Photometer, Ionenchromatograph

7 Chemikalien

Als Chemikalien werden, wenn nicht anders angegeben, solche des Reinheitsgrades „zur Analyse“ verwendet.

Anmerkung: Die in den Abschnitten 7.2 bis 7.4 genannten Extraktions- bzw. Trockenmittel sowie die Gase (nach den Abschnitten 7.5 bis 7.7) sind auf ihre Reinheit zu prüfen, um sicherzustellen, daß der Gehalt an organisch gebundenen Halogenen vernachlässigbar klein ist im Vergleich zum niedrigsten zu bestimmenden OX-Gehalt.

7.1 Wasser für Blindwertmessungen und zum Verdünnen der Proben

- Bidestilliertes oder gleichwertiges Wasser in nach Abschnitt 8.1 ausgeheizten Erlenmeyerkolben geben.
- Kolben mit Uhrglas abdecken, 2,5 h auskochen.
- Abkühlen lassen, dabei durch Aktivkohleaufsatz Kontamination aus der Raumluft verhindern.

7.2 Hexan, C_6H_{14} , alternativ Pentan, C_5H_{12} , oder Heptan, C_7H_{16} (siehe Anmerkung zum Abschnitt 7)

7.3 Natriumsulfat, Na_2SO_4

- 1 h bei 600 °C glühen (um organische Halogenverbindungen zu entfernen).

7.4 Diethylether, $C_4H_{10}O$ (siehe Anmerkung zum Abschnitt 7)

7.5 Stickstoff, N_2 (siehe Anmerkung zum Abschnitt 7)

7.6 Sauerstoff, O_2 (siehe Anmerkung zum Abschnitt 7)

7.7 Wasserstoff, H_2 (siehe Anmerkung zum Abschnitt 7)

7.8 Styroldivinylbenzol-copolymeres Harz, makroretikulär, Korngrößenbereich 0,85 bis 0,35 mm¹⁾

- Zur Reinigung das Harz in Methanol (nach Abschnitt 7.16) aufschlämmen, in einem Extraktor nach Soxhlet mit Methanol (nach Abschnitt 7.16), anschließend mit Dichlormethan (nach Abschnitt 7.15) und danach mit Hexan (nach Abschnitt 7.2) je 24 h extrahieren und 1 h bei 105 °C im Trockenschrank trocknen.
- Das Harz vor Gebrauch nach Einfüllen in die Chromatographiesäule (siehe Bild 1) durch Elution und Trocknen bei 105 °C nochmals reinigen.

¹⁾ Handelsüblich mit 20 bis 40 mesh bezeichnet (Die Einheit mesh ist im nationalen amtlichen und geschäftlichen Verkehr aufgrund des Gesetzes über Einheiten im Meßwesen vom 22. Februar 1985 nicht zulässig); Hersteller können beim Normenausschuß Wasserwesen (NAW) erfragt werden.

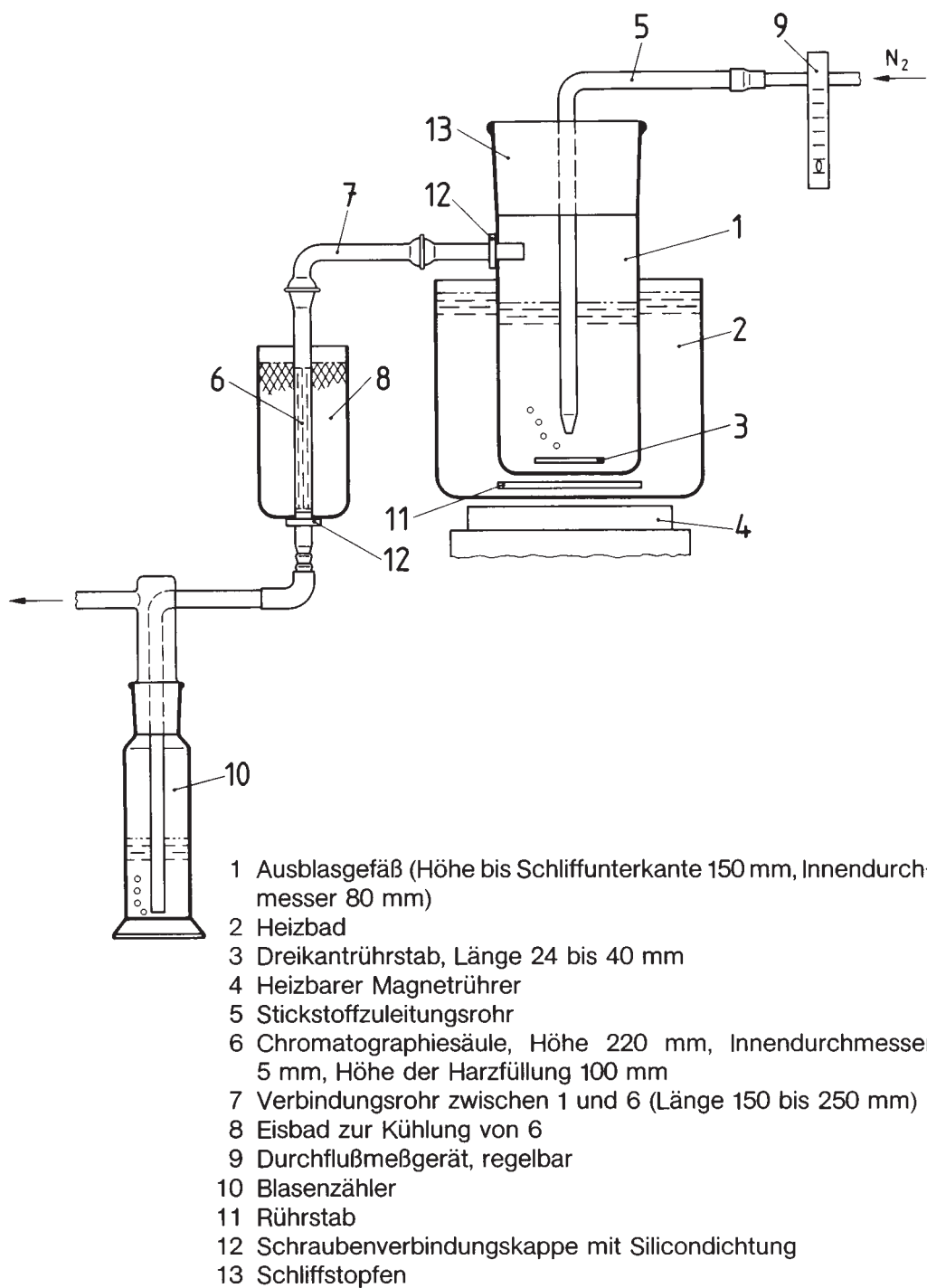


Bild 1. Apparatur zum Ausblasen von leichtflüchtigen Halogenkohlenwasserstoffen aus Schlämmen und Sedimenten