

ICS 13.060.50

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge —
Sludge and sediments (group S) — Part 19: Determination of the steam-volatile
organic acids (S 19)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux rési-
duaires et des boues — Boues et sédiments (groupe S) — Partie 19: Dosage des
acides organiques volatiles par vapeur d'eau (S 19)

Vorwort

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

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

Im Einzelfall ist je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

Zu DIN 38414 „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Schlamm und Sedimente (Gruppe S)“ gehören weitere Teile. Eine Übersicht der Gruppen A bis T der „Deutschen Einheitsverfahren“ enthält Anhang A.

Anhang A ist informativ.

1 Anwendungsbereich

Das Verfahren ist auf fließfähige Schlämme mit einer Stoffmengenkonzentration von 2 mmol/l bis 20 mmol/l wasserdampfvlüchtiger organischer Säuren anwendbar. Schlämme mit höheren Gehalten werden verdünnt. Auf gleiche Weise lassen sich auch Abwässer untersuchen sowie auch feste Schlämme, wenn diese durch Zugabe von Wasser auf fließfähige Konsistenz gebracht werden.

Bei anaerobem Abbau organischer Stoffe werden als Zwischenprodukte u. a. vlüchtige organische Säuren gebildet. Deren Bestimmung dient zur Kontrolle technischer Faulprozesse, insbesondere der Ausfäulung von Klärschlamm.

Fortsetzung Seite 2 bis 9

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

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 Publikation.

DIN 12348

Laborgeräte aus Glas — Rundkolben und Stehkolben mit Kegelhülse, Kegel 1:10

DIN 12650-3

Mechanische, physikalische und elektrische Laborgeräte — Volumenmeßgeräte mit Hubkolben — Dispenser

DIN 12664-1

Laborgeräte aus Glas — Meßkolben mit einer Marke — Meßkolben mit Bördelrand, Kegelhülse und Kegelschliffverbindung

DIN 12680-1

Laborgeräte aus Glas — Meßzylinder mit Strichteilung

DIN 12691

Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten mit einer Marke, schnellablaufend, Wartezeit 15 Sekunden, Klasse AS

DIN 12700-3

Laborgeräte aus Glas — Büretten — Büretten mit seitlichem Hahn

DIN EN ISO 5667-13

Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 13: Anleitung zur Probenahme von Schlämmen aus Abwasserbehandlungs- und Wasseraufbereitungsanlagen (ISO 5667-13 : 1997); Deutsche Fassung EN ISO 5667-13 : 1997

3 Definition

Für die Anwendung dieser Norm gilt folgende Definition:

Die mit diesem Verfahren erfaßbaren Säuren werden als wasserdampf-flüchtige organische Säuren bezeichnet. In kommunalen Abwasserschlämmen sind dies vorwiegend Monocarbonsäuren mit bis zu 6 C-Atomen.

4 Grundlage des Verfahrens

Die Säuren werden aus phosphorsaurer Lösung mit Wasserdampf destilliert und mit Natriumhydroxid-Lösung titriert. Säurebildende Gase werden vor der Titration durch Kochen des Destillates am Rückfluß entfernt.

5 Störungen

Durch biochemische Reaktionen können sich die Säurekonzentrationen schnell ändern. Die Proben müssen deshalb sofort nach der Entnahme untersucht

werden. Ist dies nicht möglich, kann die Untersuchung auch spätestens am nächsten Tag erfolgen, wenn die Probe schnell auf 4 °C gekühlt und bei dieser Temperatur aufbewahrt wurde.

Starkes Schäumen der Probe kann durch Zusatz eines Entschäumers verhindert werden.

6 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Bestimmung der wasserdampfgefährlichen organischen Säuren in Schlämmen (S 19):

Verfahren DIN 38414 — S 19

7 Geräte

- Apparatur, z. B. nach Bild 1, oder ein anderes geeignetes handelsübliches Gerät zur Wasserdampfdestillation;
- Rückflußkühler (Kugelmühler), 30 cm lang;
- Heizhaube für Kolben, Nennvolumen 1 000 ml;
- Dispenser, Nennvolumen 3 ml, z. B. nach DIN 12650-3;
- Meßzylinder, Nennvolumen 100 ml, z. B. Meßzylinder DIN 12680 — ME 100;
- Burette, Nennvolumen 25 ml, z. B. Burette DIN 12700 — SGA 25-005;
- Kolbenhubpipette, Nennvolumen 250 µl, 100 µl und 50 µl;
- Meßkolben, Nennvolumen 1 000 ml, z. B. Meßkolben DIN 12664 — MS A 1 000;
- Vollpipette, Nennvolumen 20 ml, z. B. Vollpipette DIN 12691 — VPAS 20.

8 Reagenzien

Als Reagenzien sind mindestens solche des Reinheitsgrades „zur Analyse“, als Wasser ist destilliertes oder Wasser gleichen Reinheitsgrades zu verwenden.

8.1 Natriumhydroxid-Lösung, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$

8.2 Phosphorsäure, H_3PO_4 , $\rho = 1,71 \text{ g/ml}$

8.3 Phenolphthalein-Lösung, $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$, 1% Volumenanteil in Ethanol $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$

8.4 Säure-Standardlösung

- In einen 1 000-ml-Meßkolben Wasser bis auf etwa 2 cm unter der Marke füllen.
- 250 µl Essigsäure, CH_3COOH , 100 µl Propionsäure, $\text{C}_2\text{H}_5\text{COOH}$, 100 µl Buttersäure, $\text{C}_3\text{H}_7\text{COOH}$, und 50 µl Valeriansäure, $\text{C}_4\text{H}_9\text{COOH}$, jeweils mit der entsprechenden Kolbenhubpipette unter die Flüssigkeitsoberfläche geben, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und umschütteln.

Die Lösung enthält etwa 7 mmol/l organische Säuren. Sie ist 2 Wochen im Kühlschrank bei 4 °C haltbar. Die genaue Säurekonzentration ist durch Titration mit Natriumhydroxid-Lösung (nach 8.1) zu bestimmen.