

DIN 38405-47

ICS 13.060.50

Einsprüche bis 2014-08-11

Entwurf

**Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und
Schlammuntersuchung –
Anionen (Gruppe D) –
Teil 47: Bestimmung des gelösten Sulfids – Verfahren mittels
Fließinjektionsanalyse (FIA) (D 47)**

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge –
Anions (group D) –

Part 47: Determination of dissolved sulfide – Method using flow injection analysis (FIA)
(D 47)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des
boues –

Anions (groupe D) –

Partie 47: Dosage du sulfide dissous – Méthode par analyse avec injection de flux (FIA)
(D 47)

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2014-04-11 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses
Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an naw@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 14 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Grundlagen des Verfahrens.....	5
4 Störungen	6
4.1 Hohe Pufferkapazität	6
4.2 Anionen.....	6
4.3 Oxidierende Substanzen	6
4.4 Partikel	6
5 Bezeichnung.....	6
6 Reagenzien	6
7 Geräte.....	9
8 Probenvorbereitung.....	10
8.1 Allgemeines	10
8.2 Konservierung mit stark alkalischer EDTA/Ascorbinsäure-Lösung	10
8.3 Konservierung als Zinkfluid	10
9 Messvorbereitung	10
10 Durchführung	10
10.1 Allgemeines	10
10.2 Vorbereitung der Analyse	10
10.3 Qualitätsanforderungen an das Messsystem, Prüfung des Messsystems	11
10.4 Kalibrierung.....	11
10.5 Messung	11
11 Auswertung	12
12 Angabe der Ergebnisse.....	12
13 Analysebericht	12
14 Verfahrenskennndaten	12
Anhang A (informativ) Beispiel für Fließanalysensystem für die Bestimmung von Sulfid	13
Literaturhinweise	14

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitskreis NA 119-01-03-01-05 AK „Fließanalytik“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN erarbeitet.

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 von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

Die vorliegende Norm enthält das vom Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN und von der Wasserchemischen Gesellschaft – eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker – gemeinsam erarbeitete Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung:

Bestimmung des gelösten Sulfids mittels Fließinjektionsanalyse (FIA) (D 47).

Die als DIN-Normen veröffentlichten Deutschen Einheitsverfahren sind bei der Beuth Verlag GmbH einzeln oder zusammengefasst erhältlich. Außerdem werden die genormten Deutschen Einheitsverfahren in der Loseblattsammlung „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ gemeinsam von der Beuth Verlag GmbH und der Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA publiziert.

Normen oder Norm-Entwürfe mit dem Gruppentitel „*Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung*“ sind in folgende Gebiete (Haupttitel) aufgeteilt:

Allgemeine Angaben (Gruppe A)

Sensorische Verfahren (Gruppe B)

Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)

Anionen (Gruppe D)

Kationen (Gruppe E)

Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F)

Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)

Summarische Wirkungs- und Stoffkenngößen (Gruppe H)

Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)

Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)

Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)

Einzelkomponenten (Gruppe P)

Schlamm und Sedimente (Gruppe S)

Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Telefon 030 2601–2448, oder die Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin), Auskunft.

Diesem Verfahren wird bei der Einsortierung in die „Deutschen Einheitsverfahren“ die DEV-Nummer D 47 zugeordnet.

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 Arbeitgebers, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

Einleitung

Fließanalysenverfahren automatisieren nasschemische Bestimmungsmethoden und sind zur Bearbeitung vieler Analyten in Wasser in großen Probenserien mit hoher Analysenfrequenz besonders geeignet.

Die Bestimmung erfolgt mit der Fließinjektionsanalyse (FIA) [1], [2]. Dabei erfolgt die automatische Dosierung der Probe in ein Fließsystem (Manifold), in dem der in der Probe enthaltene Analyt auf seinem Weg durch das Fließsystem mit den Reagenzlösungen reagiert. Die Probenvorbereitung kann in das Fließsystem integriert werden. Das Reaktionsprodukt wird in einem Durchflussdetektor (z. B. Durchflussphotometer) gemessen.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von gelöstem Sulfid in Wasser und Abwasser im Konzentrationsbereich von 0,2 mg/l bis 20 mg/l Sulfid fest. Dieses Verfahren ist auf folgende Massenkonzentrationsbereiche anwendbar:

- 0,2 mg/l bis 2,0 mg/l Sulfid;
- 2,0 mg/l bis 20 mg/l Sulfid.

Durch Variation der Arbeitsbedingungen (Gastransferanreicherung) können niedrigere Massenkonzentrationen bis 0,02 mg/l Sulfid erreicht werden.

Proben mit höheren Sulfid-Massenkonzentrationen können durch Verdünnen in den entsprechenden Messbereich gebracht werden. Um einen Verlust an Sulfid in der Probe zu vermeiden, wird eine alkalische Verdünnungsflüssigkeit verwendet.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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 38405-26, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Anionen (Gruppe D) — Photometrische Bestimmung des gelösten Sulfids (D 26)*

DIN 38405-27, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Anionen (Gruppe D) — Bestimmung von leicht freisetzbarem Sulfid (D 27)*

DIN 38402-51:1986-05, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 51: Kalibrierung von Analyseverfahren, Auswertung von Analyseenergebnissen und lineare Kalibrierfunktionen für die Bestimmung von Verfahrenskenngrößen (A 51)*

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Konservierung und Handhabung von Wasserproben*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

3 Grundlagen des Verfahrens

Das in der messvorbereiteten Probe (siehe Abschnitt 9) (als Hydrogensulfid) enthaltene gelöste Sulfid wird mit der Sulfid-Pufferlösung, pH-Wert 4 (6.16) in Schwefelwasserstoff überführt, der in einer Gasdiffusionszelle durch eine gaspermeable Membran transferiert und in einer alkalischen Sulfid-Akzeptorlösung (6.17) als Hydrogensulfid gebunden wird.

Das in der Akzeptorlösung aufgefangene Hydrogensulfid wird mit DMPD-Reagenz (6.18) versetzt. Durch Zugabe des Oxidationsmittels Ammoniumeisen-(III)-sulfat (6.7) wird Methylenblau gebildet. Die Konzentration des Methylenblaus ist der Sulfidkonzentration proportional und wird durch Extinktionsmessung bei 670 nm bestimmt.

Durch die Verwendung der sehr gut löslichen Glutarsäure ($pK_{S1} = 4,31$) (6.4) ist ausreichend Pufferkapazität gegeben für die Analyse stark alkalisch konservierter Proben. Damit sollte das Verfahren für alle Konservierungsverfahren geeignet sein.