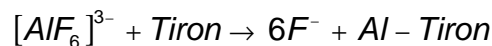


# Fluorid-Messung in Abwasser

Die wesentliche Quelle für Fluoridverunreinigungen im Abwasser ist die Industrie, z. B. die Glas- oder Aluminiumverarbeitung. Zur Bestimmung der Fluoridkonzentration empfiehlt die Norm DIN 38405-4 die Messung potentiometrisch mit einer ionenselektiven Elektrode durchzuführen. Im Gegensatz zu den photometrischen Verfahren stören Färbungen und Trübungen des Abwassers die potentiometrische Messung nicht.

In den meisten Fällen ist das Fluorid jedoch komplex gebunden und weder photometrisch noch potentiometrisch direkt meßbar. Für die potentiometrische Messung genügt ein Umkomplexieren der am Fluorid gebundenen Metallionen. Die DIN 38405-4 empfiehlt eine Lösung mit CDTA als Komplexbildner. Für dreiwertige Ionen, wie Aluminium ist das CDTA allerdings meist zu schwach. G $\Delta$ T Gamma Analysetechnik empfiehlt für diese Fälle die tironhaltige Lösung zur Probenvorbereitung einzusetzen.



Beide Lösungen stellen weiterhin eine für die Messung optimale Ionenstärke und einen pH zwischen pH 5 und pH = 6 bzw. pH = 6 und pH = 7 ein.

Die G $\Delta$ Tis Fluoridmeßkette enthält eine fluoridselektive Membran aus Lanthanfluorid. Das Material eignet sich für Messungen im Bereich von 0,2 bis 2000 mg/l. Der Arbeitsbereich dieser Vorschrift ist allerdings auf die Bedürfnisse der Fluoridmessung im Abwasser abgestimmt.

Als Referenzelektrode dient eine Referenzelektrode mit dem G $\Delta$ T IJ-Referenzsystem, d. h. mit einer abziehbaren Elektrolytbrücke. In den meisten Fällen genügt das abziehen des Brückenschaftes um Verunreinigungen zu entfernen. Nach einfüllen weniger Tropfen Elektrolytlösung ist die Meßkette praktisch wieder im Neuzustand.

# Verfahren für Messungen im Abwasser

Nr. 0111009

## Arbeitsgrundlage

DIN 38405-4 Physikalische und physikalisch-chemische Eigenschaften, Bestimmung von Fluorid 1984.

## Verfahrenskenndaten

### Bestimmungsverfahren

Potentiometrische Messung mit einer Fluorid-Zweistabmeßkette.

### Arbeitsbereich

$\beta_{(F^-)} = 1 \dots 1000 \text{ mg/l}$

bei einer Temperatur im Bereich von  $\vartheta = 10^\circ\text{C} \dots 40^\circ\text{C}$

## Meßeinrichtung

### Ionenmeter

**Auflösung:** Konzentrationswert: 0,1 mg/l

Spannungswert: 0,1 mV

Temperaturwert: 0,1 K

**Stabilitätskriterium:** 1mV/30 Sekunden oder besser

### Fluoridelektrode *GDTis20-10*

- Fluoridelektrode mit Lanthanfluorid-Membran
- Kabel fest und wasserdicht mit der Meßkette verbunden.

### Referenzelektrode *IJ 10*

- Silbersilberchlorid-Ableitsystem
- mit abziehbarer Elektrolytbrücke

# Verfahren für Messungen im Abwasser

Nr. 0111009

## Temperatursensor

Separates Widerstandsthermometer

## Brückenelektrolytlösung

Natriumnitratlösung  $c_{(\text{NaNO}_3)} = 0,1 \text{ mol/l}$

## TISAB-Lösung

CDTA-haltige TISAB-Lösung *GDTisab-F*

Tiron-haltige TISAB-Lösung *GDTisab-T* bei Anwesenheit dreiwertiger Metallionen

## Fluorid-Referenzlösungen

Durch verdünnen der Referenzlösung ISRF-G mit entionisiertem Wasser ansetzen:

Referenzlösung  $\beta_{(\text{F}^-)} = 1,0 \text{ mg/l}$

Referenzlösung  $\beta_{(\text{F}^-)} = 10 \text{ mg/l}$

Referenzlösung  $\beta_{(\text{F}^-)} = 100 \text{ mg/l}$

Referenzlösung  $\beta_{(\text{F}^-)} = 1000 \text{ mg/l}$

## Durchführung

### Probenahme

Kautexflaschen (Probenvolumen: 100 ml). Nur zur Probenahme von Abwasserproben verwenden.

Das Wasser pumpen, bis ein Konduktometer die Temperatur für mindestens 5 Minuten auf 0,1 K und die Leitfähigkeit auf 1 % stabil anzeigt.

## Justieren der Meßeinrichtung

Die Meßeinrichtung täglich justieren

- Die Referenzlösungen mit der TISAB-Lösung versetzen (1+1)
- Die Fluorid-Meßkette und den Temperaturfühler mit deionisiertem Wasser spülen.
- Die Fluorid-Meßkette und den Temperaturfühler in die Referenzlösung  $b_{(F^-)} = 2 \text{ mg/l}$  tauchen.
- Driftkontrollfunktion am Meßgerät einschalten und starten.
- Stabilen Meßwert am Meßgerät ablesen.
- Die Meßkette zwischen den einzelnen Messungen deionisiertem Wasser spülen.
- Den Vorgang mit den weiteren Referenzlösungen in Reihenfolge nach aufsteigender Konzentration wiederholen. Die Temperatur der Lösungen soll max. 2 K voneinander abweichen.

Qualitätsziele:

**Steilheit**  $k' = 59,15 \text{ mV}$  bei  $25^\circ\text{C}$

**Obere Ausschlußgrenze AO:**  $k' > 59 \text{ mV}$

**Untere Ausschlußgrenze AU:**  $k' < 57 \text{ mV}$

**Anmerkungen:** Haltbarkeit der Referenzlösung beachten.

## Messung der Fluoridkonzentration

- Die Proben mit der TISAB-Lösung versetzen (1+1)
- Die Fluorid-Meßkette und den Temperaturfühler mit deionisiertem Wasser spülen.
- Die Fluorid-Meßkette und den Temperaturfühler in die Probe tauchen.
- Driftkontrollfunktion am Meßgerät einschalten und starten.
- Stabilen Meßwert am Meßgerät ablesen.
- Die Meßkette grundsätzlich zwischen den einzelnen Messungen mit deionisiertem Wasser spülen.

# Verfahren für Messungen im Abwasser

Nr. 0111009

## Ergebnisangabe

Fluoridkonzentrationen  $\beta < 10$  mg/l auf 0,1 Stellen nach dem Komma und Fluoridkonzentrationen  $\beta \geq$  ohne Nachkommastellen dokumentieren Lagerung

## Hinweise

- Lathanfluoridmembran nicht anfassen.
- Der pH der Meßlösung muß zwischen pH = 5,8 ... 7,0 betragen.

## Reinigen der Meßkette

Schmutz mit warmen Wasser und einem weichen Tuch entfernen. Etwa alle 2 Wochen oder bei einem trägen Einstellverhalten die Elektrolytbrücke abziehen und ein paar Tropfen Elektrolytlösung in die Elektrolytbrücke füllen.

## Lagerung

### pH-Meter:

- Meßkette von Meßgerät abziehen,
- Meßgerät abschalten und an einer trockenen Stelle aufbewahren.

### Meßkette

- Meßkette reinigen.
- Schutzkappe aufstecken.
- Meßkette vor Feuchtigkeit geschützt aufbewahren.

### Referenzlösungen

Vorratsflaschen gut verschlossen aufbewahren.