

Herstellung Formazin-Lösungen für Trübungsmessgeräte

Formazin Lieferant:	Imeth AG
Ziel und Zweck:	Ablauf zur Herstellung der Formazin-Lösung zum Grundabgleich und Funktionskontrolle des Trübungsmess-Systems ATM100
Bedarf:	<ul style="list-style-type: none"> • 10 ml Formazin 4000 NTU • 500 ml Destilliertes Wasser • 4 Messkolben 100 ml • Eichbecher Typ: AF 44 EG • Pipetten 10 und 25 ml für Variante 1 • Transferpette 0.5 – 5 ml für Variante 2.

Vorsichtsmassnahmen: Anweisungen Hersteller beachten.
 Haltbarkeit: 4000 NTU, kühl gelagert ca. 2 Jahre

1. Variante

Formazin-Lösungen mit Verdünnungsreihen zu 100 ml:

400 NTU	4000 NTU Destilliertes Wasserauf	10 ml (Pipette) 100 ml verdünnen
200 NTU	400 NTU Destilliertes Wasserauf	50 ml (Pipette) 100 ml verdünnen
50 NTU	200 NTU Destilliertes Wasserauf	25 ml (Pipette) 100 ml verdünnen
20 NTU	200 NTU Destilliertes Wasserauf	10 ml (Pipette) 100 ml verdünnen

2. Variante

Formazin-Lösungen mit Direktverdünnung zu 100 ml:

200 NTU	4000 NTU Destilliertes Wasserauf	5.0 ml (Transferpette) 100 ml verdünnen
100 NTU	4000 NTU Destilliertes Wasserauf	2.5 ml (Transferpette) 100 ml verdünnen
50 NTU	4000 NTU Destilliertes Wasserauf	1.25 ml (Transferpette) 100 ml verdünnen
20 NTU	4000 NTU Destilliertes Wasserauf	0.5 ml (Transferpette) 100 ml verdünnen

Formazinstandard und Masseinheiten

1926 entwickelten Kingsbury und Clark³ 3 Formazin, eine fast ideale Suspension für Trübungsstandards, die hergestellt wurde, indem man 5 g Hydrazinsulfat ($N_2H_4H_2SO_4$) und 50 g Hexamethylentetramin genau abwog und in einem Liter destilliertem Wasser löste. Nach einer Standzeit von 48 Stunden entwickelt die Lösung eine weisse Trübung. Diese Trübung kann wiederholt mit einer Genauigkeit von $\pm 1\%$ hergestellt werden. Trübungsstandards, die durch eine direkte Synthese von Formazinsuspensionen hergestellt wurden, sind fast überall in der Wasserindustrie und verwandten Industriezweigen anerkannt und wurden in der 13. Ausgabe der Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater zunächst von der APHA und der amerikanischen Wasserwerksgesellschaft (AWWA) als Standardtrübungsmaterial übernommen. Seit Oktober 1990 ist dies auch in der DIN 38404, Teil 2, festgehalten, die mit der ISO 7027, 1990 "Water Quality; Determination of Turbidity", identisch ist.

Seit 1955 wird nicht mehr mit dem Verhältnis zwischen Teilen je Million Teile Kieselsäurekonzentration und Trübung gearbeitet, und die 10. und darauffolgende Ausgabe der Standard Methods beschrieb Trübung als Lichtstreuung aufgrund suspendierter Materie. Die Begriffe "ppm Einheiten" und Kieselsäureskala" wurden nicht länger benutzt; die nun gebräuchlichen Einheiten hiessen einfach "Trübungseinheiten". Nach Anerkennung von Formazin als Primärstandard wurden die Einheiten der Trübungsmessung Formazin Trübungseinheiten (formazin turbidity units = FTU) genannt.

Nephelometrie

Die Notwendigkeit von präzisen Messungen sehr niedriger Trübungsgehalte bei Proben mit feinen Feststoffen erforderte Fortschritte bei der Leistungsfähigkeit der Trübungsmessgeräte. Der Jackson-Kerzen-Trübungsmesser hat deutliche Grenzen bei der praktischen Anwendung, da er Trübungen unter 25 JTU nicht messen kann; ausserdem ist er etwas unhandlich und bei der Bestimmung des exakten Extinktionspunktes von menschlicher Beurteilung abhängig. Da die Lichtquelle im Jackson Gerät eine Kerzenflamme ist, befindet sich das einfallende Licht darüber hinaus im gelb-roten und längeren Wellenlängenende des sichtbaren Spektrums, wo die Wellenlängen nicht wirksam von kleinen Partikeln gestreut werden. Das Gerät hat daher keine Empfindlichkeit für sehr feine Partikelsuspensionen. (Sehr feine Kieselsäure verursacht kein Verlöschen des Flammenbildes im Jackson Trübungsmesser.) Der Jackson-Kerzen-Trübungsmesser ist auch nicht in der Lage, Trübung aufgrund schwarzer Partikel wie Holzkohle zu messen, da die Lichtabsorption soviel grösser als die Lichtstreuung ist, sodass das Sichtfeld dunkel wird, bevor ausreichend Probe in das Röhrchen gegossen werden kann, um einen Bildextinktionspunkt zu erreichen.

Verschiedene visuelle Extinktionstrübungsmessgeräte mit verbesserten Lichtquellen und Vergleichstechniken wurden entwickelt, aber Fehler durch menschliche Beurteilung trugen zu einem Mangel an Präzision bei. Fotoelektrische Detektoren, die empfindlich auf kleine Veränderungen der Lichtintensität reagierten, wurden zur Messung der Dämpfung des Lichts, das durch ein festgesetztes Probenvolumen geschickt wurde, populär. Obwohl sie unter bestimmten Bedingungen eine viel höhere Genauigkeit erzielten, waren die Fähigkeiten auch dieser Instrumente bei der Messung hoher oder extrem niedriger Trübungen begrenzt. Bei niedriger Streuintensität ist die Veränderung des Durchlichts, von einem "geraden" Blickwinkel aus gesehen, so gering, dass sie tatsächlich überhaupt nicht nachweisbar ist. Bei höheren Konzentrationen erzeugt Vielfachstreuung Interferenzen bei der direkten Streuung.

Die Lösung dieses Problems war die Messung des Streulichts in einem Winkel zum einfallenden Lichtstrahl und die anschliessende Verbindung dieses winkelgestreuten Lichts zur tatsächlichen Probenstrübung. Darüber hinaus wird ein 90° Erfassungswinkel als am wenigsten empfindlich für Veränderungen der Partikelgrösse erachtet. Die meisten modernen Geräte messen die 90° Streuung; diese Geräte werden zur Unterscheidung von allgemeinen Trübungsmessern, die Durchlicht oder absorbiertes Licht messen, Nephelometer oder nephelometrische Trübungsmessgeräte genannt.

Aufgrund der Genauigkeit der Nephelometrie, ihrer Empfindlichkeit und ihrer Anwendbarkeit in einem weiten Trübungsbereich, wurde das Nephelometer in den Standard Methods als bevorzugtes Mittel der Trübungsmessung übernommen. Entsprechend wird Trübung vorzugsweise in nephelometrischen Trübungseinheiten (NTU) ausgedrückt, was laut Definition der deutschen Bezeichnung Trübungseinheiten Formazin TE(F) entspricht (siehe DIN 38404, Teil 2). Auch eine Veröffentlichung der amerikanischen Umweltschutzbehörde, Methods for Chemical Analysis of Water and Eastes, führt die nephelometrische Analyseverfahren für Trübungsmessungen an.

Zur Unterscheidung von Trübungen, die nephelometrisch nachgewiesen wurden und visuellen Methoden, sollten die Ergebnisse von ersterem in NTUs bzw. TE(F) ausgedrückt werden, letzere als JTUs. NTUs, JTUs und FTUs sind aber trotzdem austauschbare Einheiten.

