

**Info 5 D - TMT Bestimmung in wässrigen Lösungen und Abwässern****1. PRINZIPIELLES**

Mit TMT 15<sup>®</sup> werden Schwermetalle aus Abwässern als schwerlösliche Metall-TMT-Verbindungen ausgefällt. Dabei werden mitunter gewisse Überschüsse des Fällungsmittels angewandt. In Einzelfällen ist es wünschenswert, eine Bestimmungsmethode für freies, nicht an Schwermetalle gebundenes TMT zur Verfügung zu haben.

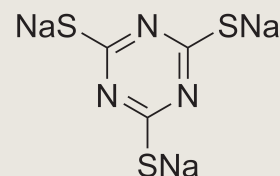
TMT 15<sup>®</sup> ist eine wässrige 15 %ige Lösung von Trimercapto-s-triazin, Natriumsalz

Summenformel:  $C_3N_3S_3Na_3$

Molare Masse: 243,22 g / mol

Dichte von TMT 15<sup>®</sup>: ca. 1,12 g / cm<sup>3</sup>

Gehalt an  $C_3N_3S_3Na_3$ : min. 15 % = 168 g / l



TMT 15<sup>®</sup> bzw. die Wirksubstanz  $C_3N_3S_3Na_3$  kann selbst in Spuren noch sowohl in reinen wässrigen Lösungen als auch in salzhaltigen Abwässern aus der Industrie oder der Rauchgaswäsche bestimmt werden. Hierzu ist die UV-Spektroskopie geeignet.  $C_3N_3S_3Na_3$  muss dabei in alkalischer Lösung (1 Mol Natronlauge / l) vorliegen.

Als untere Bestimmungsgrenze kann noch ca. 2 mg  $C_3N_3S_3Na_3$  / l Abwasser erfasst werden. Bei einem Gehalt von ca. 168 g  $C_3N_3S_3Na_3$  / Liter TMT 15<sup>®</sup> bedeutet das eine noch messbare Grenzkonzentration von wenigen ml TMT 15<sup>®</sup> pro m<sup>3</sup> Abwasser.

**2. DURCHFÜHRUNG DER BESTIMMUNG**

Beispielhaft wird die Aufnahme der Kalibrierkurve und die Messung der TMT-haltigen Abwasserprobe beschrieben.

Gerät: ZEISS Spektralfotometer PD 2M mit UV-Messeinrichtung

Küvette: 1 cm Quarzküvette

Wellenlänge: 285 nm

## 2.1 AUFNAHME DER KALIBRIERKURVE

Es werden Standardlösungen\* hergestellt, die 1-15 mg  $C_3N_3S_3Na_3$ /l enthalten. Zum Ansetzen der Lösungen wird ein dem Originalabwasser angenähertes Wasser verwendet. Dieses Wasser sollte im Salzgehalt dem Originalwasser entsprechen. Es muss neutral (ca. pH 7), schwermetall- und TMT 15<sup>®</sup>-frei sein. Für jeweils 100 ml Standardlösung\* werden zunächst je 50 ml Natronlauge (Konzentration 2 mol/l) in einem 100 ml Messkolben vorgelegt. Dann werden - entsprechend dem gewünschten Gehalt an  $C_3N_3S_3Na_3$  - die erforderlichen Mengen einer verdünnten TMT 15<sup>®</sup>-Lösung zugesetzt und mit dem oben beschriebenen Wasser auf 100 ml aufgefüllt. In den Standardlösungen\* liegt dann das  $C_3N_3S_3Na_3$  in der für die Messung notwendige Natronlaugekonzentration (1 Mol / l) vor.

Die Extinktionen der Standardlösungen werden nach gutem Durchmischen in einer 1 cm Quarzküvette bei der Wellenlänge 285 nm gegen eine Blindlösung gemessen. Die Blindlösung wird hergestellt, indem 50 ml des dem Originalabwasser angenäherten Wassers mit Natronlauge (2 mol / l) im Messkolben auf 100 ml aufgefüllt werden. Die Extinktionswerte werden in einem Diagramm gegen die zugehörige  $C_3N_3S_3Na_3$ -Konzentrationen aufgetragen, wobei man eine Gerade als Kalibrierkurve erhält.

\* Zum Ansetzen der Standardlösungen können TMT 15<sup>®</sup> Stammlösungen folgender Konzentrationen verwendet werden:

- A. 1 ml TMT 15<sup>®</sup> (Gehalt 168 g  $C_3N_3S_3Na_3$ /l) auf 1.000 ml verdünnt.  
1 ml der Verdünnung enthält 0,168 mg  $C_3N_3S_3Na_3$ .  
0,595 ml der Verdünnung ergeben 100 ml Standardlösung mit einer Konzentration von 1 mg  $C_3N_3S_3Na_3$ /l.
- B. 5 ml TMT 15<sup>®</sup> (Gehalt 168 g  $C_3N_3S_3Na_3$ /l) auf 1.000 ml verdünnt.  
1 ml der Verdünnung enthält 0,840 mg  $C_3N_3S_3Na_3$ .  
0,786 ml der Verdünnung ergeben 100 ml Standardlösung mit einer Konzentration von 15 mg  $C_3N_3S_3Na_3$ /l.

## 2.2 MESSUNG DER ABWASSERPROBE

Es wird nach dem bereits bei 2.1 beschriebenen Schema gearbeitet. 50 ml neutralisiertes Abwasser wird mit Natronlauge (2 Mol / l) im Messkolben auf 100 ml aufgefüllt. Diese Probe wird in der 1 cm Quarzküvette bei 285 nm gegen die Blindlösung gemessen. Mit dem dabei erhaltenen Extinktionswert sucht man in der Kalibrierkurve die zugehörige Konzentration an  $C_3N_3S_3Na_3$ . Da das Originalabwasser mit Natronlauge auf das doppelte Volumen verdünnt wurde, muss das Ergebnis mit dem Faktor 2 multipliziert werden, wobei man die Originalkonzentration an  $C_3N_3S_3Na_3$  erhält.

## 3. HINWEISE

Höhere Salzgehalte im Abwasser können die Extinktion beeinflussen und zu Fehlmessungen führen. Um diesen Matrixeffekt zu unterdrücken, ist es wichtig, zum Ansetzen der Standard- und Blindlösungen ein Wasser zu verwenden, das im Salzgehalt dem Originalabwasser entspricht. Dieses Ansetzwasser muss neutral (ca. pH 7), sowie schwermetall- und TMT 15<sup>®</sup> frei sein.

Die zu messenden Proben müssen klar sein. Feststoffe sind zuvor abzutrennen. Bei stark calciumhaltigen Rauchgaswaschwässern kann es beim Alkalisieren der Messprobe zur Ausfällung von Calciumhydroxid kommen. Nach Filtration können auch diese Proben analysiert werden.

Zur Gehaltsbestimmung von  $C_3N_3S_3Na_3$  in TMT 15<sup>®</sup> kann die potentiometrische Titration mit Schwefelsäure herangezogen werden. Diese Analysenvorschrift (Info Nr. 3) steht Interessenten auf Anfrage zur Verfügung.

**Haftungsausschluss**

Diese Informationen entsprechen unseren heutigen Kenntnissen und Erfahrungen nach unserem besten Wissen. Wir geben sie jedoch ohne Verbindlichkeit weiter. Änderungen im Rahmen des technischen Fortschritts und der betrieblichen Weiterentwicklung bleiben vorbehalten. Unsere Informationen beschreiben lediglich die Beschaffenheit unserer Produkte und Leistungen und stellen keine Garantien dar. Der Abnehmer ist von einer sorgfältigen Prüfung der Funktionen bzw. Anwendungsmöglichkeiten der Produkte durch dafür qualifiziertes Personal nicht befreit. Dies gilt auch hinsichtlich der Wahrung von Schutzrechten Dritter. Die Erwähnung von Handelsnamen anderer Unternehmen ist keine Empfehlung und schließt die Verwendung anderer gleichartiger Produkte nicht aus.

**Evonik Operations GmbH**

Specialty Additives  
Paul-Baumann-Straße 1  
45772 Marl, Germany  
PHONE: +49 2365 49 7653  
tmt@evonik.com  
www.tmt15.com