

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung
Anionen (Gruppe D)
Teil 29: Photometrische Bestimmung von Nitrat mit Sulfosalizylsäure (D 29)
ISO 7890-3 : 1988 modifiziert

DIN
38405-29

ICS 13.060.40

Deskriptoren: Wasseruntersuchung, Nitratbestimmung, Photometrie, Rohwasser, Trinkwasser

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge — Anions (group D) — Part 29: Spectrometric determination of nitrate with sulfosalicylic acid (D 29) ISO 7890-3 : 1988 modified

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues — Anions (groupe D) — Partie 29: Dosage spectrométrique de nitrate avec l'acide sulfosalicylique (D 29) ISO 7890-3 : 1988 modifiée

Die Internationale Norm ISO 7890-3, 1. Ausgabe, 1988, "Water quality — Determination of nitrate — Part 3: Spectrometric method using sulfosalicylic acid", ist mit nationalen Modifizierungen in diese Deutsche Norm übernommen worden (siehe Erläuterungen).

Von den nationalen Modifizierungen sind ergänzende Festlegungen gerastert. Aus der Internationalen Norm nicht übernommene Festlegungen sind lesbar durchgestrichen.

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

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

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

Fortsetzung Seite 2 bis 11

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

Deutsche Übersetzung mit Modifizierungen

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

Anionen (Gruppe D)

Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Nitrat

Teil 3: Photometrisches Verfahren mit Sulfosalizylsäure (D 29)

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitglieds Körperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitglieds Körperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt.

Die von den Technischen Komitees verabschiedeten Entwürfe zu Internationalen Normen werden den Mitglieds Körperschaften zunächst zur Annahme vorgelegt, bevor sie vom Rat der ISO als Internationale Normen bestätigt werden. Sie werden nach den Verfahrensregeln der ISO angenommen, wenn mindestens 75 % der abstimmenden Mitglieds Körperschaften zugestimmt haben.

Die Internationale Norm ISO 7890-3 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 "Wasserbeschaffenheit" ausgearbeitet.

ISO 7890 umfaßt unter dem Haupttitel "Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Nitrat" die folgenden Teile:

- Teil 1: Photometrisches Verfahren mit 2,6-Dimethylphenol
- Teil 2: Photometrisches Verfahren nach Destillation mit 4-Fluorphenol
- Teil 3: Photometrisches Verfahren mit Sulfosalizylsäure

Anhang A ist ein integraler Bestandteil dieser Internationalen Norm.

1 Anwendungsbereich

1.1 Zu bestimmende Substanz

Dieser Teil von ISO 7890 beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung von Nitrat-Ionen in Wasser.

1.2 Probenarten

Das Verfahren ist für die Untersuchung von Roh- und Trinkwasserproben geeignet.

1.3 Arbeitsbereich

Bei einem Probenvolumen von 25 ml kann eine Nitratmassenkonzentration $\rho(\text{N})$ bis 0,2 mg/l bestimmt werden. Durch den Einsatz kleinerer Probenvolumina oder geringerer optischer Wellenlänge kann der Bereich nach oben erweitert werden.

1.4 Nachweisgrenze¹⁾

Bei Verwendung von Küvetten mit der optischen Weglänge von 40 mm und 25 ml Probenvolumen liegt die Nachweisgrenze im Bereich von $\rho(\text{N}) = 0,003$ bis 0,013 mg/l.

1.5 Empfindlichkeit¹⁾

Eine Nitratmassenkonzentration von $\rho(\text{N}) = 0,2$ mg/l ergibt eine Extinktion von etwa 0,68 Einheiten, wenn 25 ml Probenvolumen und Küvetten mit einer optischen Weglänge von 40 mm eingesetzt werden.

1.6 Störungen

Eine Reihe von Substanzen, die oft in Wässern vorkommen, wurde auf eine mögliche Störung des Verfahrens untersucht. Einzelheiten enthält Anhang A. Potentielle Störionen sind Chloride, Orthophosphate, Magnesium- und Mangan(II)-Ionen, wie im Anhang A angegeben.

Andere Untersuchungen haben gezeigt, daß nach diesem Verfahren Färbungen der Probe bis 150 mg/l Pt (spektraler Absorptionskoeffizient) zulässig sind, wenn eine Absorptionskorrektur an einem Probenaliquot durchgeführt wird (siehe 6.5).

2 Grundlage des Verfahrens

Die gelbe Verbindung, die durch die Reaktion der Sulfosalizylsäure (in der Probe durch Zugabe von Natriumsalizylat und Schwefelsäure gebildet) mit Nitrat und nachfolgender Behandlung mit Alkali entsteht, wird photometrisch gemessen.

Zusammen mit der alkalischen Lösung wird Dinatriumdihydrogenethylendinitrioltetraacetat (EDTANa_2) zugefügt, um eine Fällung von Calcium- und Magnesiumsalzen zu verhindern. Um Störungen durch Nitrit auszuschalten, wird Natriumazid zugefügt.

3 Reagenzien

Während der Analyse dürfen nur Reagenzien anerkannter analytischer Qualität "zur Analyse" und nur destilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades verwendet werden.

¹⁾ Resultate aus einem Ringversuch im Vereinigten Königreich, an dem vier Laboratorien teilnahmen. Die Nachweisgrenze ist die 4,65fache Standardabweichung der Blindwerte innerhalb einer Untersuchungsreihe.

3.1 Schwefelsäure, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 18 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$

WARNUNG: Bei der Verwendung dieses Reagenzes sind Augenschutz und Schutzkleidung notwendig.

3.2 Essigsäure, $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 17 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,05 \text{ g/ml}$

WARNUNG: Bei der Verwendung dieses Reagenzes sind Augenschutz und Schutzkleidung notwendig.

3.3 Alkali-Lösung, $\rho(\text{NaOH}) = 200 \text{ g/l}$

Alkali-EDTA H_2Na_2 -Lösung, $\rho[\text{CH}_2\text{-N}(\text{CH}_2\text{-COOH})\text{CH}_2\text{-COONa}]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 50 \text{ g/l}$

- $(200 \pm 2) \text{ g}$ Natriumhydroxid-Tabletten vorsichtig in etwa 800 ml Wasser lösen.
- $(50 \pm 0,5) \text{ g}$ Dinatriumdihydrogenethylendinitrilotetraacetat (EDTANa_2) $\{[\text{CH}_2\text{-N}(\text{CH}_2\text{COOH})\text{CH}_2\text{-COONa}]_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}\}$ zusetzen und lösen.
- Auf Raumtemperatur abkühlen und in einem Meßzylinder mit Wasser auf 1 l auffüllen.
- In einer Polyethylenflasche aufbewahren.

Dieses Reagenz ist unbegrenzt haltbar.

WARNUNG: Bei der Verwendung dieses Reagenzes sind Augenschutz und Schutzkleidung notwendig.

3.4 Natriumazidlösung, $\rho(\text{NaN}_3) = 0,5 \text{ g/l}$

- $(0,05 \pm 0,005) \text{ g}$ Natriumazid in etwa 90 ml Wasser lösen und in einem Meßzylinder mit Wasser auf 100 ml auffüllen.
- In einer Glasflasche aufbewahren.

Dieses Reagenz ist unbegrenzt haltbar.

WARNUNG: Dieses Reagenz ist bei der Einnahme sehr giftig. Kommt das feste Reagenz mit Säuren in Berührung, so wird ein sehr giftiges Gas freigesetzt.

ANMERKUNG: Anstelle von Natriumazidlösung kann auch eine Amidosulfonlösung, $\rho(\text{NH}_2 \cdot \text{SO}_3\text{H}) = 0,75 \text{ g/l}$ verwendet werden.

3.5 Natriumsalizylatlösung, $\rho(\text{HO-C}_6\text{H}_4\text{-COONa}) = 10 \text{ g/l}$

- $(1 \pm 0,1) \text{ g}$ Natriumsalizylat, $(\text{HO-C}_6\text{H}_4\text{-COONa})$ in $(100 \pm 1) \text{ ml}$ Wasser lösen.
- In Glas- oder Polyethylenflaschen aufbewahren.
- Diese Lösung an jedem Arbeitstag frisch herstellen.