

DIN 38405-9

ICS 13.060.50

Ersatz für
DIN 38405-9:1979-05

**Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und
Schlammuntersuchung –
Anionen (Gruppe D) –
Teil 9: Photometrische Bestimmung von Nitrat (D 9)**

German standard methods for examination of water, waste water and sludge –
Anions (group D) –
Part 9: Spectrometric determination of nitrate (D 9)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des
boues –
Anions (groupe D) –
Partie 9: Dosage spectrométrique de nitrate (D 9)

Gesamtumfang 17 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Grundlagen des Verfahrens.....	6
4 Störungen	6
5 Bezeichnung.....	7
6 Reagenzien	7
7 Geräte.....	8
8 Probenahme, Probenkonservierung und -lagerung.....	8
9 Durchführung	8
10 Auswertung	9
11 Angabe des Ergebnisses	9
12 Analysenbericht.....	10
13 Verfahrenskennndaten	10
Anhang A (informativ) Photometrische Bestimmung von Nitrat mittels p-Fluorphenol in Verbindung mit einer Wasserdampfdestillation	11
Anhang B (informativ) Umrechnungsfaktoren	15
Anhang C (informativ) Erläuterungen	16
Literaturhinweise	17

Bilder

Bild 1 — Reaktionsgleichung der Nitrierung von 2,6-Dimethylphenol	6
Bild A.1 — Reaktionsgleichung der Nitrierung von p-Fluorphenol zu 2-Nitro-4-fluorphenol.....	11

Tabellen

Tabelle 1 — Chlorid-Toleranzen, gemessen in einer 1-cm-Rechteckküvette bei 338 nm	6
Tabelle 2 — Verfahrenskennndaten nach DIN ISO 5725-2 für die photometrische Bestimmung des Nitrat-Stickstoffs (NO₃-N)	10
Tabelle D.5 — Verdünnungsstufen	12
Tabelle B.1 — Umrechnungsfaktoren.....	15

Vorwort

Dieses Dokument wurde im NA 119-01-03-01 UA „Allgemeine und anorganische Analytik“ des NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im Normenausschuss Wasserwesen (NAW) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Diese Norm wurde gemeinsam mit der Wasserchemischen Gesellschaft — eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker — aufgestellt (siehe Anhang C).

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 zusätzlicher Randbedingungen erforderlich ist.

Zu DIN 38405 „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Anionen (Gruppe D)“ gehören weitere Teile. Eine Übersicht der Gruppen A bis T der „Deutschen Einheitsverfahren“ enthält Anhang C.

Änderungen

Gegenüber DIN 38405-9:1979-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) das Verfahren wurde völlig neu bearbeitet, indem
 - der Anwendungsbereich auf Konzentrationen von 0,1 mg/l bis etwa 25,0 mg/l erweitert wurde;
 - Änderung der Wellenlänge von 324 nm auf 338 nm;
 - der Abschnitt Störungen aufgenommen wurde, da Chlorid je nach vorhandener Nitrat-Konzentration in unterschiedlichen Konzentrationen stören kann;
 - die Probenkonservierung festgelegt wurde, Salzsäure nicht zur Konservierung verwendet werden darf;
 - Validierungsdaten aufgenommen und neue Verfahrenskenngrößen ermittelt wurden. Einzelheiten zum Ringversuch und die Verfahrenskennndaten des Nitrat-Standardverfahrens sind im Abschnitt 13 enthalten.
- b) das Verfahren DIN 38405 — D 9 — 1 wurde ersatzlos gestrichen;
- c) das Verfahren DIN 38405 — D 9 — 2 wird zu DIN 38405 — D 9;
- d) das Verfahren DIN 38405 — D 9 — 3 wird zum informativen Anhang A;
- e) die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 38405-9: 1979-05

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

Einleitung

Nitrat-Ionen kommen in Trink-, Grund-, Oberflächenwasser und Abwasser in unterschiedlichen Konzentrationen vor und sind auch in den Abläufen biologischer Abwasserbehandlungsanlagen sowie in bestimmten industriellen Abwässern enthalten, in letzteren auch in höheren Konzentrationen.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur photometrischen Bestimmung des Nitrat-Ions mittels 2,6-Dimethylphenol fest (siehe Bild 1).

Das Verfahren ist zur Bestimmung von Nitrat-Stickstoff im Konzentrationsbereich von 0,10 mg/l bis 5,00 mg/l bei Verwendung einer 5-cm-Rechteckküvette sowie von 0,5 mg/l bis etwa 25,0 mg/l bei Verwendung einer 1-cm-Rechteckküvette geeignet. Es ist für Trinkwasser, Grundwasser und wenig verschmutztes Oberflächenwasser bzw. Abwasser anwendbar.

ANMERKUNG Bei unbekannten Proben bzw. Proben mit höheren Nitratkonzentrationen haben sich Vortests mittels im Handel verfügbarer Nitrat-Teststäbchen bewährt. Damit erhält der Anwender im Vorfeld vor der photometrischen Messung eine Information zum möglichen Messbereich bzw. eine Vorabinformation zur notwendigen Verdünnung.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 32645, *Chemische Analytik — Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze unter Wiederholbedingungen — Begriffe, Verfahren, Auswertung*

DIN 38402-11, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme von Abwasser (A 11)*

DIN 38402-12, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme aus stehenden Gewässern (A 12)*

DIN 38402-13, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme aus Grundwasserleitern (A 13)*

DIN 38402-15, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme aus Fließgewässern (A 15)*

DIN 38402-51, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Kalibrierung von Analysenverfahren, Auswertung von Analysenergebnissen und lineare Kalibrierfunktionen für die Bestimmung von Verfahrenskenngrößen (A 51)*

DIN 38405-1, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Anionen (Gruppe D) — Bestimmung der Chlorid-Ionen (D 1)*

DIN 58963-1, *Küvetten für photometrische Messungen — Begriffe*

DIN 58963-2, *Küvetten für photometrische Messungen — Präzisions-Rechteckküvetten; Maße, Anforderungen*

DIN EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben*

DIN ISO 1773, *Laborgeräte aus Glas — Erlenmeyer-, Rund- und Stehkolben, enghalsig*

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

DIN ISO 5667-5, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 5: Anleitung zur Probenahme von Trinkwasser aus Aufbereitungsanlagen und Rohrnetzsystemen*

DIN ISO 8466-2, *Wasserbeschaffenheit — Kalibrierung und Auswertung analytischer Verfahren und Beurteilung von Verfahrenskennwerten — Teil 2: Kalibrierstrategie für nichtlineare Kalibrierfunktionen zweiten Grades*

3 Grundlagen des Verfahrens

Nitrat-Ionen reagieren in schwefel- und phosphorsaurer Lösung mit 2,6-Dimethylphenol zu 4-Nitro-2,6-dimethylphenol innerhalb einer Reaktionszeit von etwa 5 min.

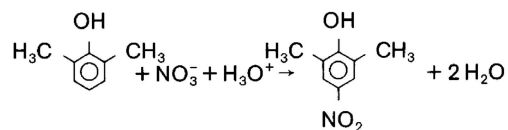


Bild 1 — Reaktionsgleichung der Nitrierung von 2,6-Dimethylphenol

Das entstandene 4-Nitro-2,6-dimethylphenol wird bei einer Wellenlänge von 338 nm gemessen.

4 Störungen

In der Probe vorhandenes Chlorid kann zu Störungen führen, siehe Tabelle 1.

Tabelle 1 — Chlorid-Toleranzen, gemessen in einer 1-cm-Rechteckküvette bei 338 nm

Standard NO ₃ -N mg/l	Aufstockung Chlorid mg/l	Wiederfindung Nitrat %
1	0	100,0
	100	95,2
	200	85,6
	250	84,6
	300	89,2
	500	58,2
10	0	100,0
	100	97,9
	200	95,0
	250	93,1
	300	93,4
	500	79,3
20	0	100,0
	100	97,1
	200	93,9
	250	91,0
	300	92,1
	500	78,0

Daher ist es zwingend notwendig, vor der Analyse auf Nitrat die Proben auf eventuell vorhandenes Chlorid zu untersuchen. Beträgt die Wiederfindung von Nitrat weniger als 95 %, sollte das Verfahren DIN 38405 —D 9 — Anhang A (p-Fluorphenolverfahren) angewendet werden.