

	Wasserbeschaffenheit Bestimmung von Phosphor Photometrisches Verfahren mittels Ammoniummolybdat Deutsche Fassung EN 1189 : 1996	DIN EN 1189
ICS 13.060.40		Ersatz für DIN 38405-11 : 1983-10
Deskriptoren: Wasserbeschaffenheit, Phosphor, Bestimmung, Wasserwesen, photometrisches Verfahren		
Water quality — Determination of phosphorus — Ammonium molybdate spectrometric method; German version EN 1189 : 1996 Qualité de l'eau — Dosage du phosphore — Dosage spectrométrique à l'aide du molybdate d'ammonium; Version allemande EN 1189 : 1996		
Die Europäische Norm EN 1189 : 1996 hat den Status einer Deutschen Norm.		
Diese Norm ist Bestandteil der Reihe Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung Anionen (Gruppe D) und beschreibt das Verfahren Bestimmung von Phosphor; Photometrisches Verfahren mittels Ammoniummolybdat (D 11)		
Nationales Vorwort		
Die Europäische Norm EN 1189, die vom CEN/TC 230 "Wasseranalytik" (Sekretariat: Deutschland) erarbeitet wurde, wurde vom CEN aufgrund der Ergebnisse der formellen Abstimmung angenommen.		
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.		
Die als DIN-Normen veröffentlichten Einheitsverfahren sind beim Beuth Verlag GmbH einzeln oder zusammengefaßt erhältlich. Außerdem werden die genormten Einheitsverfahren in der Loseblatt-Sammlung "Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung" gemeinsam vom Beuth Verlag GmbH und von der VCH Verlagsgesellschaft publiziert.		
Die für das Wasserhaushaltsgesetz (WHG) und für das Abwasserabgabengesetz (AbwAG) relevanten Einheitsverfahren sind zusammen mit dem WHG und allen bisher erschienenen Abwasserverwaltungsvorschriften als DIN-Taschenbuch (DIN-TAB 230) herausgegeben worden.		
Fortsetzung Seite 2 und 23 Seiten EN		
Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.		

Normen oder Norm-Entwürfe mit dem Gruppentitel "Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung" sind in folgende Gebiete (Haupttitel) aufgeteilt:

Allgemeine Angaben (Gruppe A)	(DIN 38402)
Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)	(DIN 38404)
Anionen (Gruppe D)	(DIN 38405)
Kationen (Gruppe E)	(DIN 38406)
Gemeinsam erfaßbare Stoffgruppen (Gruppe F)	(DIN 38407)
Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)	(DIN 38408)
Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)	(DIN 38409)
Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)	(DIN 38410)
Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)	(DIN 38411)
Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)	(DIN 38412)
Einzelkomponenten (Gruppe P)	(DIN 38413)
Schlamm und Sedimente (Gruppe S)	(DIN 38414)
Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)	(DIN 38415)

Außer den in der Reihe DIN 38402 bis DIN 38415 genormten Untersuchungsverfahren liegen eine Reihe Europäischer und Internationaler Normen als DIN EN-, DIN EN ISO- und DIN ISO-Normen vor, die ebenfalls Bestandteil der "Deutschen Einheitsverfahren" sind.

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Telefon (0 30) 26 01 – 24 23, oder der Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin, Auskunft.

Änderungen

Gegenüber DIN 38405-11 : 1983-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Titel geändert.
- b) Durchführung und Auswertung des Analysenverfahrens geringfügig geändert.

Frühere Ausgaben

DIN 38405-11: 1983-10

ICS 13.060.40

Deskriptoren: Wasseruntersuchung, Wasser, Qualität, chemische Analyse, Gehaltsbestimmung, Phosphor, Phosphat, Spektrometrie, Ammoniummolybdat

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit

Bestimmung von Phosphor
Photometrisches Verfahren mittels Ammoniummolybdat

Water quality — Determination of phosphorus — Ammonium molybdate spectrometric method

Qualité de l'eau — Dosage du phosphore — Dosage spectrométrique à l'aide du molybdate d'ammonium

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 1996-08-25 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Zentralsekretariat oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und dem Vereinigten Königreich.

CEN

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Einleitung	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Grundlagen des Verfahrens	4
3 Bestimmung von Orthophosphat	4
3.1 Reagenzien	4
3.2 Geräte	6
3.3 Probenahme und Proben	7
3.4 Durchführung	7
3.5 Angabe der Ergebnisse	9
3.6 Analysenbericht	10
4 Bestimmung von Orthophosphat nach Lösemittel-Extraktion	10
4.1 Reagenzien	10
4.2 Probenahme und Proben	10
4.3 Durchführung	11
4.4 Angabe der Ergebnisse	12
4.5 Analysenbericht	12
5 Bestimmung von hydrolysierbarem Phosphat und Orthophosphat ..	12
5.1 Reagenzien	12
5.2 Geräte	12
5.3 Probenahme und Proben	12
5.4 Durchführung	13
5.5 Angabe der Ergebnisse	14
5.6 Analysenbericht	14
6 Bestimmung von Gesamtphosphor nach Oxidation mit Peroxodisulfat ..	14
6.1 Reagenzien	14
6.2 Geräte	15
6.3 Probenahme und Proben	15
6.4 Durchführung	15
6.5 Angabe der Ergebnisse	17
6.6 Analysenbericht	17
7 Bestimmung von Gesamtphosphor nach Salpetersäure-Schwefelsäure-Aufschluß	17
7.1 Reagenzien	17
7.2 Geräte	18
7.3 Probenahme und Proben	18

Inhalt

	Seite
7.4 Durchführung	18
7.5 Angabe der Ergebnisse	19
7.6 Analysenbericht	20
Anhang A (informativ) Verfahrenskenndaten	21
Anhang B (informativ) Störungen	22
Anhang C (informativ) Literaturhinweise	23

Vorwort

Diese Europäische Norm basiert auf der Internationalen Norm ISO 6878-1 : 1986. Diese Europäische Norm wurde von CEN/TC 230 "Wasseranalytik" erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis April 1997, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis April 1997 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen:

Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und das Vereinigte Königreich.

Anhänge, die mit "informativ" bezeichnet werden, sind nur zur Information angegeben. In dieser Norm sind die Anhänge A, B und C informativ.

Einleitung

Diese Europäische Norm legt Verfahren zur Bestimmung verschiedener Arten von Phosphorverbindungen, die in Grund-, Oberflächen- und Abwässern in verschiedenen Konzentrationen in gelöster und ungelöster Form vorliegen können, fest.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt Verfahren für die Bestimmung von

- Orthophosphat (siehe Abschnitt 3);
- Orthophosphat nach Lösemittel-Extraktion (siehe Abschnitt 4);
- hydrolysierbarem Phosphat und Orthophosphat (siehe Abschnitt 5);
- löslichem Phosphor und Gesamtphosphor nach Aufschluß (siehe Abschnitt 6 und 7) fest.

Diese Verfahren sind auf alle Wasserarten, einschließlich Meerwasser und Abwässer, anwendbar. Ohne Verdünnung der Proben können Phosphor-Konzentrationen im Bereich von 0,005 mg/l bis 0,8 mg/l Phosphor bestimmt werden.

Ein Extraktionsschritt gestattet es, niedrigere Phosphorkonzentrationen mit einer Nachweisgrenze von etwa 0,000 5 mg/l zu bestimmen.

Einige bekannte Störungen sind im Anhang B aufgeführt. Weitere Störungen können auftreten. Es wird empfohlen, dies zu prüfen, und auftretende Störungen zu beseitigen.

2 Grundlagen des Verfahrens

Reaktion der Orthophosphat-Ionen in saurer Lösung mit Molybdat- und Antimon-Ionen unter Bildung eines Antimon-Phosphormolybdat-Komplexes.

Reduktion des Komplexes mit Ascorbinsäure zu einem stark gefärbten Molybdänblau-Komplex. Messung der Extinktion dieses Komplexes zur Konzentrationsbestimmung des vorhandenen Orthophosphats.

Polyphosphate und einige Organophosphorverbindungen werden bestimmt, nachdem sie mit Schwefelsäure zum molybdat-reaktiven Orthophosphat hydrolysiert worden sind.

Viele Organophosphorverbindungen werden durch Aufschluß mit Persulfat zu Orthophosphat umgesetzt. Bei schwer aufschließbaren Substanzen wird ein Salpetersäure-Schwefelsäure-Aufschluß eingesetzt.

3 Bestimmung von Orthophosphat

3.1 Reagenzien

3.1.1 Allgemeines

Für die Analyse werden nur Reagenzien des Reinheitsgrades "zur Analyse" und destilliertes Wasser mit einer Phosphormassenkonzentration, die im Vergleich zur niedrigsten zu bestimmenden Konzentration vernachlässigbar klein ist, verwendet. Bei geringen Phosphorkonzentrationen wird doppelt destilliertes Wasser aus einer Glasapparatur empfohlen.

3.1.2 Schwefelsäure, Lösung, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 9 \text{ mol/l}$

(500 ± 5) ml Wasser in ein 2-l-Becherglas geben. Vorsichtig unter ständigem Rühren und Kühlen (500 ± 5) ml Schwefelsäure, $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$, zugeben. Gut mischen und die Lösung auf Raumtemperatur abkühlen lassen.

3.1.3 Schwefelsäure, Lösung, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 4,5 \text{ mol/l}$

(500 ± 5) ml Wasser in ein 2-l-Becherglas geben. Vorsichtig unter ständigem Rühren und Kühlen (500 ± 5) ml Schwefelsäure (siehe 3.1.2) zugeben. Gut mischen und die Lösung auf Raumtemperatur abkühlen lassen.

3.1.4 Schwefelsäure, Lösung, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2 \text{ mol/l}$

(300 ± 3) ml Wasser in ein 1-l-Becherglas geben. Vorsichtig unter ständigem Rühren und Kühlen (110 ± 2) ml Schwefelsäure (siehe 3.1.2) zugeben. Mit Wasser auf (500 ± 2) ml auffüllen und gut mischen.

3.1.5 Natriumhydroxid, Lösung, $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/l}$

(80 ± 1) g Natriumhydroxid-Pellets in Wasser auflösen, kühlen und mit Wasser auf 1 l auffüllen.

3.1.6 Ascorbinsäure, Lösung, $\rho = 100 \text{ g/l}$

(10 ± 0,5) g Ascorbinsäure ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) in (100 ± 5) ml Wasser lösen.

ANMERKUNG: Die Lösung ist, in einer braunen Glasflasche im Kühlschrank aufbewahrt, 2 Wochen haltbar, und kann verwendet werden, solange sie farblos bleibt.

3.1.7 Saure Molybdat-Lösung I

(13 ± 0,5) g Ammoniumheptamolybdat-Tetrahydrat $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}]$ in (100 ± 5) ml Wasser lösen. (0,35 ± 0,05) g Kaliumantimon(III)oxidentartrat-Hemihydrat $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}]$ in (100 ± 5) ml Wasser lösen.

Die Molybdat-Lösung unter Rühren zu (300 ± 5) ml Schwefelsäure (siehe 3.1.2) geben. Danach die Tartrat-Lösung zusetzen und gut mischen.

ANMERKUNG: Das Reagenz ist, in einer braunen Glasflasche aufbewahrt, mindestens zwei Monate haltbar.

3.1.8 Saure Molybdat-Lösung II

(230 ± 0,5) ml Schwefelsäure (siehe 3.1.2) unter Kühlung zu (70 ± 5) ml Wasser geben. (13 ± 0,5) g Ammoniumheptamolybdat-Tetrahydrat $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}]$ in (100 ± 5) ml Wasser lösen, zu der Säurelösung zufügen und gut mischen. (0,35 ± 0,05) g Kaliumantimon(III)oxidentartrat-Hemihydrat $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}]$ in (100 ± 5) ml Wasser lösen, zur sauren Molybdat-Lösung hinzugeben und gut mischen.

Dieses Reagenz verwenden, wenn die Proben mit Schwefelsäure (siehe 1.3.3) angesäuert wurden (siehe Abschnitt 5, 6 und 7).

ANMERKUNG: Das Reagenz ist, in einer braunen Flasche aufbewahrt, mindestens zwei Monate haltbar.

3.1.9 Kompensationslösung für Trübung/Färbung

Zwei Volumenteile Schwefelsäure (siehe 3.1.2) mit einem Volumenteil Ascorbinsäure (siehe 3.1.6) mischen.

ANMERKUNG: Das Reagenz ist, in einer braunen Glasflasche im Kühlschrank aufbewahrt, einige Wochen haltbar.

3.1.10 Natriumthiosulfat-Pentahydrat, Lösung, $\rho = 12,0 \text{ g/l}$

($1,20 \pm 0,05$) g Natriumthiosulfat-Pentahydrat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) in (100 ± 5) ml Wasser lösen. Danach ($0,05 \pm 0,005$) g wasserfreies Natriumcarbonat (Na_2CO_3) als Konservierungsmittel zugeben.

ANMERKUNG: Das Reagens ist, in einer braunen Glasflasche aufbewahrt, mindestens 4 Wochen haltbar.

3.1.11 Orthophosphat, Stammlösung mit $\rho = 50 \text{ mg/l}$

Einige Gramm Kaliumdihydrogenphosphat bei 105°C bis zur Massenkonzanz trocknen. ($0,2197 \pm 0,0002$) g KH_2PO_4 in etwa (800 ± 10) ml Wasser in einem 1 000-ml-Meßkolben auflösen, mit ($10 \pm 0,5$) ml Schwefelsäure (siehe 3.1.3) versetzen und bis zur Marke mit Wasser auffüllen.

ANMERKUNG: Die Lösung ist, in einer gut verschlossenen Glasflasche aufbewahrt, mindestens 3 Monate haltbar. Kühlung auf etwa 4°C ist vorteilhaft.

3.1.12 Orthophosphat, Standardlösung mit $\rho = 2 \text{ mg/l}$

($20 \pm 0,01$) ml Orthophosphat-Stammlösung (siehe 3.1.11) in einen 500-ml-Meßkolben pipettieren und mit Wasser bis zur Marke auffüllen und gut mischen.

Die Lösung am Tag des Gebrauchs ansetzen.

ANMERKUNG: 1 ml dieser Standardlösung enthält $2 \mu\text{g}$ Phosphor.

3.1.13 Salzsäure, $\rho = 1,12 \text{ g/ml}$

3.1.14 Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 2 \text{ mol/l}$

(200 ± 10) ml Salzsäure (siehe 3.1.13) zu (500 ± 10) ml Wasser geben, mischen und auf Raumtemperatur abkühlen, anschließend mit Wasser auf 1 000 ml auffüllen.

3.2 Geräte

3.2.1 Photometer, in Gitter-, Prismen- oder Filterausführung, geeignet für die Aufnahme von Küvetten mit einer optischen Weglänge von 10 mm bis 50 mm.

Das gewählte Photometer muß für die Messung der Extinktion im sichtbaren und nahen Infrarotbereich geeignet sein. Am empfindlichsten ist die Messung bei einer Wellenlänge von 880 nm; wenn ein Empfindlichkeitsverlust akzeptiert werden kann, kann auch bei 700 nm gemessen werden.

ANMERKUNG: Die Nachweisgrenze dieses Verfahrens ist niedriger, wenn ein Photometer mit Küvetten einer optischen Weglänge von 100 mm eingesetzt wird

3.2.2 Filtriervorrichtung für Membranfilter mit $0,45 \mu\text{m}$ Porenweite

3.2.3 Vorbereitung der Glasgeräte

Vor der Verwendung alle Glasgeräte mit Salzsäure (siehe 3.1.13) bei etwa 40°C bis 50°C waschen und gründlich mit Wasser spülen. Keine phosphathaltigen Reinigungsmittel verwenden. Die Glasgeräte sollten vorzugsweise nur für die