

DIN EN ISO 11732

ICS 13.060.50

Ersatz für
DIN EN ISO 11732:1997-09

**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung von Ammoniumstickstoff –
Verfahren mittels Fließanalytik (CFA und FIA) und spektrometrischer
Detektion (ISO 11732:2005);
Deutsche Fassung EN ISO 11732:2005**

Water quality –
Determination of ammonium nitrogen –
Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection (ISO 11732:2005);
German version EN ISO 11732:2005

Qualité de l'eau –
Dosage de l'azote ammoniacal –
Méthode par analyse en flux (CFA et FIA) et détection spectrométrique (ISO 11732:2005);
Version allemande EN ISO 11732:2005

Gesamtumfang 25 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Diese Norm ist Bestandteil der Reihe

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

Kationen (Gruppe E)

und beschreibt das Verfahren

Bestimmung von Ammoniumstickstoff — Verfahren mittels Fließanalytik (CFA und FIA) und spektrometrischer Detektion (E 23).

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 11732:2005, die vom ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ (Sekretariat: Deutschland) erarbeitet wurde, wurde vom CEN aufgrund der Ergebnisse der auf der Basis der Wiener Vereinbarung durchgeführten Parallelumfrage und der formellen Abstimmung ohne Änderungen als Europäische Norm EN ISO 11732 übernommen.

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 von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

Die als DIN-Normen veröffentlichten Einheitsverfahren sind bei der Beuth Verlag GmbH einzeln oder zusammengefasst erhältlich. Außerdem werden die genormten Einheitsverfahren in der Loseblatt-Sammlung „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ gemeinsam von der Beuth Verlag GmbH und von dem Wiley-VCH Verlag publiziert.

Alle für die Abwasserverordnung (AbwV) — enthalten in der neuen Verordnung zu § 7a des Gesetzes zur Ordnung des Wasserhaushaltes (WHG) über „Anforderungen an das Einleiten von Abwasser in Gewässer und zur Anpassung des Abwasserabgabengesetzes“ — relevanten Einheitsverfahren sind zusammen mit der AbwV und dem WHG und allen noch fortgeltenden Abwasserverwaltungsvorschriften als Loseblattsammlung „Analysenverfahren in der Abwasserverordnung — Rechtsvorschriften und Normen“ mit dem Ergänzungsband 1 (DIN-Normen), Ergänzungsband 2 (DIN-EN- und DIN-EN-ISO-Normen) und dem Ergänzungsband 3 (DIN-, DIN-EN- und DIN-EN-ISO-Normen) herausgegeben worden.

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)
Sensorische Verfahren (Gruppe B)	(DIN 38403)
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 Internationaler und Europäischer 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 48, oder die Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin, Postanschrift 10772, Auskunft.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 5667-1	siehe DIN EN 25667-1
ISO 5667-2	siehe DIN EN 25667-2
ISO 5667-3	siehe DIN EN ISO 5667-3
ISO 8466-1	siehe DIN 38402-51

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 11732:1997-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Berücksichtigung neuer Normativer Verweise;
- b) Aufnahme der Beispiele für Fließanalytiksystem in den Anhang und Erweiterung um ein korrespondierendes System;
- c) Streichung der Beispiele für Kalibriergeraden im Anhang;
- d) die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 38406-23: 1993-12
DIN EN ISO 11732: 1997-09

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN EN 25667-1, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Aufstellung von Probenahmeprogrammen*

DIN EN 25667-2, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 2: Anleitung zur Probenahmetechnik*

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Wasserproben*

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

Deutsche Fassung

**Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von Ammoniumstickstoff –
Verfahren mittels Fließanalytik (CFA und FIA) und
spektrometrischer Detektion (ISO 11732:2005)**

Water quality – Determination of ammonium nitrogen –
Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric
detection (ISO 11732:2005)

Qualité de l'eau – Dosage de l'azote ammoniacal –
Méthode par analyse en flux (CFA et FIA) et détection
spectrométrique (ISO 11732:2005)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 3. Januar 2005 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 Management-Zentrum 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 Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Bestimmung von Ammonium-Stickstoff mit der Fließinjektionsanalyse (FIA) und photometrischer Detektion	4
3.1 Grundlage des Verfahrens	4
3.2 Störungen	4
3.3 Reagenzien	5
3.4 Geräte	7
3.5 Probenahme und Probenvorbereitung	8
3.6 Durchführung	8
3.6.1 Einstellung des Fließinjektionssystem	8
3.6.2 Anforderungen an das Messsystem	8
3.6.3 Prüfung des Reagenzienblindwerts	9
3.6.4 Kalibrierung	9
3.6.5 Messung.....	10
4 Bestimmung von Ammonium-Stickstoff mit der kontinuierlichen Durchflussanalyse (CFA) und photometrischer Detektion	10
4.1 Grundlage des Verfahrens	10
4.2 Störungen	10
4.3 Reagenzien	10
4.4 Geräte	11
4.5 Durchführung	12
4.5.1 Einstellung des Durchflussanalysensystems	12
4.5.2 Anforderung an das Messsystem.....	12
4.5.3 Prüfung des Reagenzienblindwerts	12
4.5.4 Kalibrierung	13
4.5.5 Messung.....	13
5 Berechnung	13
5.1 Auswertung.....	13
5.2 Angabe der Ergebnisse	13
6 Verfahrenskenndaten	14
7 Analysenbericht	14
Anhang A (informativ) Beispiele für Fließanalytiksysteme	15
Anhang B (informativ) Verfahrenskenndaten	19
Literaturhinweise	21

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 11732:2005) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee 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 August 2005, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis August 2005 zurückgezogen werden.

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 11732:1997.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 11732:2005 wurde vom CEN als EN ISO 11732:2005 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Fließanalytische Verfahren automatisieren nasschemische Bestimmungsverfahren und sind somit zur Bearbeitung großer Probenserien mit hoher Analysenfrequenz (bis 100 Proben je Stunde) geeignet.

Es wird zwischen der Fließinjektionsanalyse (FIA) ^{[1], [2]} und der kontinuierlichen Durchflussanalyse (CFA) ^[3] unterschieden. Beiden Verfahren ist die automatische Dosierung der Probe in ein Fließsystem (Manifold), in dem die Probeninhaltsstoffe mit den Reagenzlösungen während des Durchfließens reagieren, gemeinsam. Die Probenvorbereitung kann in das Fließsystem integriert werden. Das Reaktionsprodukt wird in einem Durchflussdetektor photometrisch gemessen.

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

WARNUNG — Anwender dieser Internationalen Norm sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese Internationale 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.

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

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt Verfahren zur Bestimmung von Ammonium-Stickstoff in unterschiedlichen Wässern fest (wie z. B. Grund-, Trink-, Oberflächen- und Abwässern) in Massenkonzentrationen von 0,1 mg/l bis 10 mg/l (in der unverdünnten Probe), wobei entweder die FIA (Abschnitt 3) oder die CFA (Abschnitt 4) eingesetzt wird. In Einzelfällen kann durch Variation der Arbeitsbedingungen der Anwendungsbereich verändert werden.

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).

ISO 3696:1987, *Water for analytical use — Specification and test methods*

ISO 5667-1, *Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes*

ISO 5667-2, *Water quality — Sampling — Part 2: Guidance on sampling techniques*

ISO 5667-3, *Water quality — Sampling — Part 3: Guidance on the preservation and handling of water samples*

ISO 8466-1, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*

3 Bestimmung von Ammonium-Stickstoff mit der Fließinjektionsanalyse (FIA) und photometrischer Detektion

3.1 Grundlage des Verfahrens

Die ammoniumhaltige Probe wird mit einem Injektionsventil in einen kontinuierlich fließenden Trägerstrom eingespeist und mit einer ebenfalls kontinuierlich fließenden alkalischen Lösung vermischt. Das sich dabei bildende Ammoniak wird in einer Diffusionszelle aus der Lösung über eine hydrophobe, semipermeable Membran abgetrennt und von einem fließenden Akzeptorstrom, der einen pH-Indikator enthält, aufgenommen. Aufgrund der pH-Wert-Verschiebung tritt eine Farbänderung der Indikatorlösung auf, die photometrisch im Durchfluss gemessen wird. Weitere Angaben zu dieser Analysetechnik siehe ^[4], ^[5], ^[6], ^[7] und ^[8].

ANMERKUNG Eine Ausrüstung wie oben beschrieben, jedoch mit CFA anstelle von FIA, ist im Handel erhältlich; diese Gerätekombination ist jedoch nicht validiert.

3.2 Störungen

Flüchtige Amine, falls vorhanden, diffundieren durch die Membran und führen zu einer pH-Wert-Verschiebung. Liegen gleiche Massenkonzentrationen von flüchtigen Aminen (z. B. Methylamin oder Ethylamin) und Ammonium vor, ist mit Überbefunden zu rechnen ^[12]. In besonderen Fällen kann es notwendig sein, vor der Analyse eine (Online-)Destillation der auf pH 5,8 eingestellten Probe vorzunehmen.

In Ausnahmefällen können Störungen auftreten, wenn die Probe durch die Zumischung der alkalischen Reagenzlösung nicht einen pH-Wert von mindestens 12 erreicht, da dann Ammonium nicht vollständig in Ammoniak überführt wird. Dies kann insbesondere bei stark sauren und gepufferten Proben auftreten. In diesen Fällen sollte die Probe vor der Messung mit Natriumhydroxid-Lösung (3.3.2 oder 3.3.3) auf einen pH-Wert zwischen 3 und 5 eingestellt werden.