

	Wasserbeschaffenheit Bestimmung von Stickstoff Teil 1: Bestimmung von Stickstoff nach oxidativem Aufschluß mit Peroxodisulfat (ISO 11905-1 : 1997) Deutsche Fassung EN ISO 11905-1 : 1998	DIN EN ISO 11905-1
--	--	-------------------------------------

ICS 13.060.01

Deskriptoren: Wasserbeschaffenheit, Stickstoff, Analyseverfahren, Wasseruntersuchung, Fließanalyse

Water quality — Determination of nitrogen — Part 1: Method using oxidative digestion with peroxodisulfate (ISO 11905-1 : 1997);

German version EN ISO 11905-1 : 1998

Qualité de l'eau — Dosage de l'azote — Partie 1: Méthode par minéralisation oxydante au peroxodisulfate (ISO 11905-1 : 1997);

Version allemande EN ISO 11905-1 : 1998

Die Europäische Norm EN ISO 11905-1 : 1998 hat den Status einer Deutschen Norm.

Diese Norm ist Bestandteil der Reihe

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser-
und Schlammuntersuchung

Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)

und beschreibt das Verfahren

Bestimmung von Stickstoff — Teil 1: Bestimmung von
Stickstoff nach oxidativem Aufschluß mit Peroxodisulfat (H 36)

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 11905-1, die vom ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ (Sekretariat: Deutschland) erarbeitet wurde, wurde von CEN aufgrund der Ergebnisse des Einstufigen Annahmeverfahrens (UAP) ohne Änderungen als Europäische Norm EN ISO 11905-1 übernommen.

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 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 dem WILEY-VCH Verlag 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 16 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)
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 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, 10772 Berlin (Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin), Auskunft.

ICS 13.060.01

Deskriptoren: Wasser, Beschaffenheit, Wasserverunreinigung, Wasseruntersuchungen, chemische Analyse, Inhaltsbestimmung, Stickstoff, oxidativer Aufschluß

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit

Bestimmung von Stickstoff

Teil 1: Bestimmung von Stickstoff nach oxidativem Aufschluß mit Peroxodisulfat
(ISO 11905-1 : 1997)

Water quality — Determination of nitrogen — Part 1:
Method using oxidative digestion with peroxodisulfate
(ISO 11905-1 : 1997)

Qualité de l'eau — Dosage de l'azote — Partie 1:
Méthode par minéralisation oxydante au peroxodisulfate
(ISO 11905-1 : 1997)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 25. April 1998 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, der Tschechischen Republik 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

Vorwort

Der Text der Internationalen Norm des Technischen Komitees ISO/TC 147 „Water quality“ der International Organization for Standardization (ISO) wurde als Europäische Norm durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, 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 November 1998, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 1998 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, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm ISO 11905-1 : 1997 wurde von CEN als Europäische Norm ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

ANMERKUNG: Die normativen Verweisungen auf internationale Publikationen sind im Anhang ZA (normativ) aufgeführt.

Einleitung

Dieser Teil der ISO 11905 beschreibt die Bestimmung von Stickstoffverbindungen als Nitrat in Wasser nach Aufschluß mit Peroxodisulfat. Einzelheiten zu diesem Bestimmungsverfahren über eine Fließanalyse nach Reduktion des Nitrats zu Nitrit an kupferisiertem Cadmium sind angegeben. Das im Teil 1 beschriebene Verfahren dient als Referenzverfahren. Der Anhang C liefert Angaben über geeignete Alternativverfahren. Im Rahmen des Anwendungsbereiches dieses Verfahrens sind Alternativen zulässig, wenn die Ergebnisse vergleichbar oder besser als die in Tabelle A.1 angegebenen sind. Angaben zur Vergleichbarkeit werden nach ISO 5725-2 ermittelt und nach ISO 2854 bewertet.

Die Massenkonzentrationen an Stickstoff werden in Milligramm Stickstoff je Liter (mg/l) angegeben.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der ISO 11905 legt ein Verfahren zur Bestimmung von Stickstoff fest, der in Form von freiem Ammoniak, Ammonium, Nitrit, Nitrat und organischen Stickstoffverbindungen in Wässern vorkommt und unter den beschriebenen oxidativen Bedingungen in Nitrat umwandelbar ist.

Gelöster gasförmiger Stickstoff wird mit diesem Verfahren nicht erfaßt.

Das Verfahren ist geeignet zur Analyse von natürlichem Süßwasser, Meerwasser, Trinkwasser, Oberflächenwasser und behandeltem Abwasser einer Aufbereitungsanlage. Es kann auch zur Analyse von Abwasser und Industrieabwasser eingesetzt werden, wenn die Masse an organischem Material in der Analysenprobe, berechnet als Kohlenstoff (C) und bestimmt als Gesamter Organischer Kohlenstoff (TOC), unter 40 mg/l liegt, oder der chemische Sauerstoffbedarf (CSB) unter 120 mg/l, berechnet als Sauerstoff (O₂) und bestimmt nach den entsprechenden Internationalen Normen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Normen enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil von diesem Teil der ISO 11905 sind. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle Normen unterliegen der Überarbeitung. Vertragspartner, deren Vereinbarung auf diesem Teil der ISO 11905 basieren, sind gehalten, nach Möglichkeit die neueste Ausgabe der nachfolgend aufgeführten Normen anzuwenden. IEC- und ISO- Mitglieder verfügen über Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

ISO 3696 : 1987

Water for analytical laboratory use — Specification and test methods

ISO 5725-2 : 1994

Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic methods for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method

3 Arbeitsbereich

Bei Einsatz der größten Teilprobe, wie in 9.1 festgelegt, kann Stickstoff (N) bis zu einer Massenkonzentration von 5 mg/l bestimmt werden. Wesentlich höhere Konzentrationen werden bestimmt, indem kleinere Teilproben gewählt werden.

Die Nachweisgrenze liegt bei Einsatz des größten Analysenaliquots und, bezogen auf die Massenkonzentration an Stickstoff (N), üblicherweise bei 0,02 mg/l. Sie hängt vom Verfahren ab, mit dem die nach der Oxidation erhaltene Nitratkonzentration gemessen wird.

4 Empfindlichkeit

Die Empfindlichkeit hängt vom Verfahren ab, mit dem die nach Oxidation erhaltene Nitratkonzentration gemessen wird.

Die häufigsten Störungen werden durch gelöste oder suspendierte organische Inhaltsstoffe verursacht, da diese die Oxidationskapazität des Peroxodisulfats herabsetzen. Um einen ausreichenden Überschuß an Oxidationsmittel sicherzustellen, darf der CSB der Originalprobe 120 mg/l, berechnet als O₂, oder der TOC 40 mg/l, berechnet als C, nicht überschreiten; andernfalls ist es notwendig, die Probe zu verdünnen.

Nicht alle organischen Stickstoffverbindungen werden durch die Oxidation quantitativ in Nitrat überführt. Geringe Ausbeuten können bei Verbindungen mit doppelt- oder dreifach gebundenen Stickstoffatomen und bei Substanzen mit einer $>\text{C}=\text{NH}$ -Gruppe auftreten. Bei Verbindungen mit freien Aminogruppen sind die Wiederfindungsraten nicht quantitativ, aber in keinem Fall geringer als 87 %; gute Wiederfindungsraten wurden bei einigen heterocyclischen Verbindungen erzielt, siehe Anhang B. Insgesamt liefert das Verfahren gute Wiederfindungsraten bei organischen Stickstoffverbindungen, und die Ergebnisse — erzielt an einer großen Anzahl Realproben mit signifikant hohen Anteilen an organischen Stoffen — weichen nicht wesentlich von den Ergebnissen ab, die mittels instrumenteller Hochtemperaturoxidations- oder -reduktionssysteme erhalten werden.

5 Grundlagen des Verfahrens

Ammoniak, Nitrit und viele der in der Probe vorhandenen organischen Stickstoffverbindungen werden unter Einsatz von Peroxodisulfat in einem gepufferten, alkalischen System durch Erhitzen unter erhöhtem Druck in einem geschlossenen Gefäß zu Nitrat oxidiert.

Anschließend wird Nitrat zu Nitrit reduziert, indem die Lösung durch eine Rohrschlange mit kupferisiertem Cadmium geleitet wird. Das entstandene Nitrit reagiert mit 4-Aminobenzolsulfonamid und N-(1-Naphthyl)-1,2-diaminoethan-dihydrochlorid zu einem rosa Farbstoff, dessen Extinktion bei 540 nm bestimmt wird.

6 Reagenzien

Zur Analyse nur Wasser des Reinheitsgrades 3 nach ISO 3696 und nur Reagenzien von anerkannter analytischer Qualität verwenden.

6.1 Schwefelsäure, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 4 \text{ mol/l}$

Vorsichtig ($110 \pm 0,5$) ml konzentrierte Schwefelsäure (H_2SO_4 , $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$) in etwa 350 ml Wasser einrühren. Auf Raumtemperatur abkühlen lassen und mit Wasser auf (500 ± 10) ml auffüllen. In einem Glas- oder Kunststoffgefäß aufbewahren. Das Reagenz ist unbegrenzt haltbar.

Warnhinweis: Dieses Reagenz kann schwere Verätzungen hervorrufen. Handschuhe und Augenschutz beim Herstellen und bei der Handhabung der Säure tragen.

6.2 Natriumhydroxid-Lösung, $c(\text{NaOH}) \approx 0,375 \text{ mol/l}$

($15,0 \pm 0,5$) g Natriumhydroxid in etwa 900 ml Wasser lösen. Auf Raumtemperatur abkühlen lassen und mit Wasser auf ($1\,000 \pm 10$) ml auffüllen. In einem Polyethengefäß aufbewahren. Dieses Reagenz ist mindestens 6 Monate haltbar.

Warnhinweis: Dieses Reagenz ist ätzend. Handschuhe und Augenschutz beim Herstellen der Lösung und deren Handhabung tragen.