

DIN EN ISO 14403-2

ICS 13.060.50

Ersatz für
DIN EN ISO 14403:2002-07

**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung von Gesamtcyanid und freiem Cyanid mittels Fließanalytik
(FIA und CFA) –
Teil 2: Verfahren mittels kontinuierlicher Durchflussanalyse (CFA)
(ISO 14403-2:2012);
Deutsche Fassung EN ISO 14403-2:2012**

Water quality –
Determination of total cyanide and free cyanide using flow analysis (FIA and CFA) –
Part 2: Method using continuous flow analysis (CFA) (ISO 14403-2:2012);
German version EN ISO 14403-2:2012

Qualité de l'eau –
Dosage des cyanures totaux et des cyanures libres par analyse en flux (FIA et CFA) –
Partie 2: Méthode par analyse en flux continu (CFA) (ISO 14403-2:2012);
Version allemande EN ISO 14403-2:2012

Gesamtumfang 28 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 14403-2:2012) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitskreis NA 119-01-03-01-05 AK „Fließanalysenverfahren“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

In der Reihe ISO 14403 existieren folgende Teile unter dem Haupttitel *Water quality — Determination of total cyanide and free cyanide using flow analysis (FIA and CFA)*:

- *Part 1: Method with flow injection analysis (FIA)*
- *Part 2: Method with continuous flow analysis (CFA)*

Diese Norm ist Bestandteil der Reihe

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung
Anionen (Gruppe D)

Bezeichnung des Verfahrens:

Bestimmung von Gesamtcyanid und freiem Cyanid mittels Fließanalytik (FIA und CFA) — Teil 2: Verfahren mittels kontinuierlicher Durchflussanalyse (CFA) (D 3):

Verfahren DIN EN ISO 14403-2 — D 3

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 14403:2002-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Norm wurde aufgeteilt, wobei das bereits in DIN EN ISO 14403:2002-07 enthaltene CFA-Verfahren in diese Norm DIN EN ISO 14403-2 aufgenommen wurde; die Norm DIN EN ISO 14403-1 enthält das neu aufgenommene FIA-Verfahren;
- b) der Text wurde entsprechend der Aufteilung redaktionell angepasst;
- c) der Titel wurde an die Aufteilung angepasst.

Frühere Ausgaben

DIN EN ISO 14403: 2002-07

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

ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 5667-3	siehe DIN EN ISO 5667-3
ISO 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2
ISO 8466-1	siehe DIN 38402-51
ISO 8466-2	siehe DIN ISO 8466-2

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.

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

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

Alle für die Abwasserverordnung (AbwV¹⁾) nach § 57, Absatz 1, Nummer 1 des Gesetzes zur Ordnung des Wasserhaushaltes (Wasserhaushaltsgesetz — WHG¹⁾) über „Anforderungen an das Einleiten von Abwasser in Gewässer“ relevanten Einheitsverfahren sind zusammen mit der AbwV und dem WHG als Loseblattsammlung „Analysenverfahren in der Abwasserverordnung — Rechtsvorschriften und Normen“ (Ergänzungsbände) von der Beuth Verlag GmbH 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 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 030 2601–2448, oder die Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin), Auskunft.

1) Nachgewiesen in der DITR-Datenbank der DIN Software GmbH, zu beziehen bei: Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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 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*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

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

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Gesamtcyanid und
freiem Cyanid mittels Fließanalytik (FIA und CFA) - Teil 2:
Verfahren der kontinuierlichen Durchflussanalyse (CFA) (ISO
14403-2:2012)

Water quality - Determination of total cyanide and free
cyanide using flow analysis (FIA and CFA) - Part 2: Method
using continuous flow analysis (CFA) (ISO 14403-2:2012)

Qualité de l'eau - Dosage des cyanures totaux et des
cyanures libres par analyse en flux (FIA et CFA) - Partie 2:
Méthode par analyse en flux continu (CFA) (ISO 14403-
2:2012)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 13. Juli 2012 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 des CEN-CENELEC 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, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

Seite

Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Störungen	6
4.1 Störungen durch Oxidationsmittel.....	6
4.2 Störungen durch Sulfid-, Sulfit-, Nitrit- und Carbonylverbindungen	6
4.3 Andere Störungen.....	6
5 Grundlage des Verfahrens	7
5.1 Bestimmung des Gesamtcyanids	7
5.2 Bestimmung des freien Cyanids	7
6 Reagenzien	7
7 Geräte.....	10
7.1 Kontinuierliches Durchflussanalysensystem für das Destillationsverfahren.....	10
7.2 Kontinuierliches Durchflussanalysensystem für das Gasdiffusionsverfahren	11
7.3 Sonstige Geräte.	12
8 Probenahme und Probenvorbereitung	12
9 Durchführung	13
9.1 Einstellung des Durchflusssystems	13
9.2 Messung des Reagenzienblindwerts	13
9.3 Prüfung der Eignung des Durchflusssystems	14
9.3.1 Mindestextinktion	14
9.3.2 Wiederfindungsraten	14
9.4 Kalibrierung.....	14
9.5 Probenmessung.....	15
10 Auswertung	15
11 Angabe der Ergebnisse.....	15
12 Analysenbericht	16
Anhang A (informativ) Beispiele für Durchflusssysteme	17
Anhang B (normativ) Bestimmung der tatsächlichen Cyanid-Konzentration in der Kaliumcyanid-Lösung (6.20.1)	19
B.1 Allgemeines	19
B.2 Zusätzliche Reagenzien	19
B.3 Bestimmung der Cyanid-Konzentration in Kaliumcyanid-Lösung (6.20.1)	19
Anhang C (informativ) Beispiel für die Bestimmung des Gesamtcyanids und des freien Cyanids durch kontinuierliche Durchflussanalyse (CFA) mit Gasdiffusion und amperometrischer Detektion.....	20
C.1 Amperometrische Detektion.....	20
C.2 Zusätzliche Literaturhinweise für die Anwendung der amperometrischen Detektion	20
Anhang D (informativ) Verfahrenskenndaten	22
Literaturhinweise	24

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 14403-2:2012) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ 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 Januar 2013, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Januar 2013 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 14403:2002.

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

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 14403-2:2012 wurde vom CEN als EN ISO 14403-2:2012 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Fließanalytische Verfahren automatisieren nasschemische Verfahrensweisen und sind insbesondere geeignet, wenn viele Analyte in Wasser in großen Probenserien mit hoher Analysenfrequenz zu behandeln sind.

Die Analysen können mit der Fließinjektionsanalyse (FIA) oder der kontinuierlichen Durchflussanalyse (CFA) durchgeführt werden. Beiden Verfahren gemeinsam ist die automatische Dosierung der Probe in ein Durchflusssystem (Manifold), in dem die Analyte in der Probe mit den das Manifold durchfließenden Reaktionslösungen reagieren. Die Probenvorbereitung darf in das Manifold integriert werden. Das Reaktionsprodukt wird in einem Durchflussdetektor (z. B. Durchflussphotometer) gemessen.

Das Vorwort enthält eine Liste von Teilen dieser Internationalen Norm.

Es sollte untersucht werden, ob und in welchem Maße bestimmte Probleme die Festlegung zusätzlicher Randbedingungen erfordern.

WARNUNG — Anwender dieses Teils von ISO 14403 sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieser Teil von ISO 14403 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 diesem Teil von ISO 14403 Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 14403 legt Verfahren für die Bestimmung von Cyaniden in verschiedenen Wässern (wie z. B. Grund-, Trink-, Oberflächen-, Sicker- und Abwasser) mit Cyanid-Konzentrationen von üblicherweise 2 µg/l bis 500 µg/l fest, die als Cyanid-Ionen in der unverdünnten Probe angegeben werden. Der Einsatzbereich kann durch Änderung der Durchführungsbedingungen angepasst werden, z. B. durch Verdünnen der ursprünglichen Probe oder Änderung der Weglänge der Durchflussskivette.

Der in diesem Teil von ISO 14403 beschriebene geeignete Massenkonzentrationsbereich beträgt 10 µg/l bis 100 µg/l.

Meerwasser kann nach Anpassung von Reagenz- und Bezugslösungen (Kalibrierlösungen) an den Salzgehalt der Proben sowie mit möglichen Änderungen in der Empfindlichkeit analysiert 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, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 5667-3, *Water quality — Sampling — Part 3: 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*

ISO 8466-2, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 2: Calibration strategy for non-linear second-order calibration functions*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe:

3.1

freies Cyanid

leicht freisetzbares Cyanid

Summe der Cyanid-Ionen und dem in einfachen Metallcyaniden-Komplexen gebundenen Cyanid, die HCN bei pH 3,8 freisetzen

3.2

Gesamtcyanid

freies Cyanid (3.1) und zusätzlich in stärkeren Metallcyanid-Komplexen gebundenes Cyanid, mit Ausnahme des in Gold-, Kobalt-, Platin-, Ruthenium- und Rhodium-Komplexen gebundenen Cyanids, das teilweise erfasst wird

ANMERKUNG 1 Thiocyanat, organisch gebundene Cyanide und Cyanate gehören nach dieser Definition nicht zum Gesamtcyanid.

ANMERKUNG 2 Einige organisch gebundene Cyanide werden bei Anwendung des Destillationsverfahren ebenfalls bestimmt.