

DIN EN ISO 15681-1

ICS 13.060.50

**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung von Orthophosphat und Gesamt-
phosphor mittels Fließanalytik (FIA und CFA) –
Teil 1: Verfahren mittels Fließinjektionsanalyse (FIA)
(ISO 15681-1:2003);
Deutsche Fassung EN ISO 15681-1:2004**

Water quality –

Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by
flow analysis (FIA and CFA) –

Part 1: Method by flow injection analysis (FIA) (ISO 15681-1:2003);

German version EN ISO 15681-1:2004

Qualité de l'eau –

Dosage des orthophosphates et du phosphore total par analyse en flux
(FIA et CFA) –

Partie 1: Méthode par analyse avec injection en flux (FIA)

(ISO 15681-1:2003);

Version allemande EN ISO 15681-1:2004

Gesamtumfang 29 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Diese Norm ist Bestandteil der Reihe
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung
Anionen (Gruppe D)
und beschreibt das Verfahren
Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtphosphor mittels Fließ-
analytik (FIA und CFA) — Teil 1: Verfahren mittels Fließinjektionsanalyse
(FIA) (D 45).

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 15681-1:2003, die vom ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ (Sekretariat: Deutschland) erarbeitet wurde, wurde vom CEN aufgrund der Ergebnisse des Einstufigen Annahmeverfahrens (UAP) ohne Änderungen als Europäische Norm EN ISO 15681-1:2004 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 im Abschnitt 2 zitierte Norm ISO 6878, *Water quality — Determination of phosphorus — Ammonium molybdate spectrometric method* ist bereits 2004-06 erschienen.

Bei der Anwendung der Verfahrensvariante nach Anhang C ist zu beachten, dass diese nicht validiert wurde.

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 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) und dem 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 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) 26 01 – 24 48, oder der Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin), 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 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2
ISO 6878	siehe DIN EN ISO 6878
ISO 8466-1	siehe DIN 38402-51
ISO 15681-2	siehe DIN EN ISO 15681-2

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 EN ISO 6878, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Phosphor — Photometrisches Verfahren mittels Ammoniummolybdat*

DIN EN ISO 15681-2, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtposphor mittels Fließanalytik (FIA und CFA) — Teil 2: Verfahren mittels kontinuierlicher Durchflussanalyse (CFA)*

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*

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit —

**Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtposphor
mittels Fließanalytik (FIA und CFA) —**

**Teil 1: Verfahren mittels Fließinjektionsanalyse (FIA)
(ISO 15681-1:2003)**

Water quality — Determination of orthophosphate and
total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA) —
Part 1: Method by flow injection analysis (FIA)
(ISO 15681-1:2003)

Qualité de l'eau — Dosage des orthophosphates
et du phosphore total par analyse en flux (FIA et CFA) —
Partie 1: Méthode par analyse avec injection en flux (FIA)
(ISO 15681-1:2003)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 21. Dezember 2004 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 Tschechische 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	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Störungen	5
3.1 Allgemeine Störungen	5
3.2 Störungen bei der Bestimmung von Gesamtphosphor	6
4 Grundlage des Verfahrens	6
4.1 Bestimmung von Orthophosphat	6
4.2 Gesamtphosphor nach manuellem Aufschluss	6
5 Reagenzien	6
6 Geräte	10
7 Probenahme und Probenvorbereitung	11
8 Durchführung	12
8.1 Analysenvorbereitung	12
8.2 Systemprüfung	12
8.3 Kontrolle des Reagenzienblindwerts	12
8.4 Kalibrierung	13
8.5 Kontrolle der Aufschluss-Wirksamkeit für die Gesamtphosphor-Bestimmung	13
8.6 Messung	13
8.7 Abschließende Maßnahmen	14
9 Berechnung der Ergebnisse	14
10 Angabe der Ergebnisse	14
11 Analysenbericht	14
Anhang A (informativ) Beispiel für ein FIA-System	15
Anhang B (informativ) Verfahrenskenndaten	16
Anhang C (informativ) Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtphosphor mit der FIA nach Ascorbinsäure-Reduktion	18
Anhang D (informativ) Ersatz von Hydrazinsulfat durch DEHA (N,N-Diethylhydroxylamin)	24
Literaturhinweise	25

Vorwort

Der Text von ISO 15681-1:2003 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 15681-1:2004 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 Juni 2005, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 2005 zurückgezogen werden.

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 der Internationalen Norm ISO 15681-1:2003 wurde von CEN als EN ISO 15681-1:2004 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Die Reihe von ISO 15681 enthält folgende Teile, alle unter dem allgemeinen Titel „Water quality — Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA)“:

- Part 1: Method by flow injection analysis (FIA);
- Part 2: Method by continuous flow analysis (CFA).

Einleitung

Verfahren unter Verwendung von Fließanalytik automatisieren nasschemische Verfahren und sind besonders geeignet zur Untersuchung vieler Analyten in Wasser in großen Probenserien und bei hoher Analysenfrequenz.

Die Analyse kann mit Hilfe der Fließinjektionsanalyse (FIA) [1], [2] oder mit der kontinuierlichen Durchflussanalyse (CFA) [3] vorgenommen werden. Beide Verfahren besitzen den Vorteil des automatischen Dosiersystems in ein Fließsystem (Manifold), in dem der in der Probe enthaltene Analyt beim Durchgang durch das Manifold mit der Reagenzlösung reagiert. Die Probenvorbereitung kann in das Manifold integriert werden. Das Reaktionsprodukt wird in einem Durchflussdetektor (z. B. einem Durchflussphotometer) gemessen. Dieser Teil von ISO 15681 enthält das FIA-Verfahren.

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

WARNUNG — Anwender dieses Teils von ISO 15681 sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieser Teil von ISO 15681 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. Lösungsreste von Molybdat und Ammonium sollten in geeigneter Weise entsorgt werden. Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach diesem Teil von ISO 15681 Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 15681 legt ein Fließinjektionsanalyseverfahren (FIA) für die Bestimmung von Orthophosphat in Massenkonzentrationen von 0,01 mg/l bis 1,0 mg/l P und Gesamtphosphor nach manuellem Aufschluss nach ISO 6878, [5], [6] für Massenkonzentrationen von 0,1 mg/l bis 10 mg/l P fest. Der Anwendungsbereich kann durch Veränderung der Betriebsbedingungen variiert werden.

Dieser Teil von ISO 15681 ist auf unterschiedliche Wässer anwendbar (wie Grund-, Trink-, Oberflächenwasser, Eluate und Abwasser).

Das Verfahren kann auch auf Meerwasser angewandt werden, jedoch unter Änderung der Empfindlichkeit; die Träger- und Bezugslösungen müssen an die Salinität der Probe angepasst 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 — Specifications and test methods*

ISO 5667-1, *Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design on 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 6878¹⁾, *Water quality — Determination of phosphorus — Ammonium molybdate spectrometric method*

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 Störungen

3.1 Allgemeine Störungen

ISO 6878, Anhang B, enthält eine Liste allgemeiner Störungen. Zusätzlich, oder im Gegensatz zu der zitierten Norm, gelten die folgenden Empfehlungen:

- a) Arsenat verursacht erhebliche Störungen. 100 µg/l As als Arsenat täuschen etwa 30 µg/l P vor.
- b) Die Störung durch Silicat kann vernachlässigt werden, wenn der Gehalt an Silicat die Konzentration an Phosphor um nicht mehr als das 60fache übertrifft.

1) Noch zu veröffentlichen.