

**DIN EN ISO 6878**

ICS 13.060.50

Ersatz für  
DIN EN 1189:1996-12

**Wasserbeschaffenheit –  
Bestimmung von Phosphor –  
Photometrisches Verfahren mittels Ammoniummolybdat  
(ISO 6878:2004);  
Deutsche Fassung EN ISO 6878:2004**

Water quality –  
Determination of phosphorus –  
Ammonium molybdate spectrometric method (ISO 6878:2004);  
German version EN ISO 6878:2004

Qualité de l'eau –  
Dosage du phosphore –  
Méthode spectrométrique au molybdate d'ammonium (ISO 6878:2004);  
Version allemande EN ISO 6878:2004

Gesamtumfang 29 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

## **Die Europäische Norm EN ISO 6878:2004 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 Internationale Norm ISO 6878:2004, 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 6878:2004 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.

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 Stoffkenngößen (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 — 25 49, oder der Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin, Postanschrift 10772, Auskunft.

### Änderungen

Gegenüber DIN EN 1189:1996-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Norm-Nummer geändert;
- b) Änderungen hinsichtlich Aufbau, Durchführung und Auswertung des Analysenverfahrens.

### Frühere Ausgaben

DIN 38405-11: 1983-10

DIN EN 1189: 1996-12

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von Phosphor –  
Photometrisches Verfahren mittels Ammoniummolybdat  
(ISO 6878:2004)

Water quality – Determination of phosphorus –  
Ammonium molybdate spectrometric method  
(ISO 6878:2004)

Qualité de l'eau – Dosage du phosphore – Méthode  
spectrométrique au molybdate d'ammonium  
(ISO 6878:2004)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 21. Mai 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 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     |
|------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Vorwort</b> .....                                                                     | <b>2</b>  |
| <b>Einleitung</b> .....                                                                  | <b>3</b>  |
| <b>1 Anwendungsbereich</b> .....                                                         | <b>3</b>  |
| <b>2 Störungen</b> .....                                                                 | <b>4</b>  |
| <b>3 Grundlage der Verfahren</b> .....                                                   | <b>4</b>  |
| <b>4 Bestimmung von Orthophosphat</b> .....                                              | <b>4</b>  |
| <b>5 Bestimmung von Orthophosphat nach Lösemittel-Extraktion</b> .....                   | <b>10</b> |
| <b>6 Bestimmung von hydrolysierbarem Phosphat und Orthophosphat</b> ..                   | <b>12</b> |
| <b>7 Bestimmung von Gesamtphosphor nach Oxidation mit Peroxodisulfat</b> .....           | <b>15</b> |
| <b>8 Bestimmung von Gesamtphosphor nach Salpetersäure-Schwefelsäure-Aufschluss</b> ..... | <b>18</b> |
| <b>Anhang A (informativ) Störungen</b> .....                                             | <b>21</b> |
| <b>Anhang B (informativ) Verfahrenskenndaten</b> .....                                   | <b>23</b> |
| <b>Literaturhinweise</b> .....                                                           | <b>25</b> |

## Vorwort

Dieses Dokument EN ISO 6878:2004 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 Dezember 2004, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Dezember 2004 zurückgezogen werden.

Dieses Dokument ersetzt EN 1189:1996.

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 6878:2004 wurde vom CEN als EN ISO 6878:2004 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

## Einleitung

Diese Internationale 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.

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

**WARNUNG — Anwender dieser 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. Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Internationalen Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten. Lösungsabfälle von Molybdat und Antimon sollten ordnungsgemäß beseitigt werden.**

## 1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt Verfahren für die Bestimmung von

- Orthophosphat (siehe Abschnitt 4);
- Orthophosphat nach Lösemittel-Extraktion (siehe Abschnitt 5);
- hydrolysierbarem Phosphat und Orthophosphat (siehe Abschnitt 6);
- Gesamtphosphor nach Aufschluss (siehe Abschnitte 7 und 8) fest.

Die Verfahren sind auf alle Wasserarten, einschließlich Meerwasser und Abwasser, 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.

## 2 Störungen

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

## 3 Grundlage der Verfahren

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 Peroxodisulfat zu Orthophosphat umgesetzt. Bei schwer aufschließbaren Substanzen wird ein Salpetersäure-Schwefelsäure-Aufschluss benötigt.

## 4 Bestimmung von Orthophosphat

### 4.1 Reagenzien

Für die Analyse werden nur Reagenzien des Reinheitsgrades zur „Analyse“ und 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.

#### 4.1.1 Schwefelsäure-Lösung, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 9 \text{ mol/l}$ .

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

#### 4.1.2 Schwefelsäure-Lösung, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 4,5 \text{ mol/l}$ .

500 ml  $\pm$  5 ml Wasser in ein 2-l-Becherglas geben. Vorsichtig unter ständigem Rühren und Kühlen 500 ml  $\pm$  5 ml Schwefelsäure (4.1.1) zugeben. Gut mischen und die Lösung auf Raumtemperatur abkühlen lassen.

#### 4.1.3 Schwefelsäure-Lösung, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 2 \text{ mol/l}$ .

300 ml  $\pm$  3 ml Wasser in ein 1-l-Becherglas geben. Vorsichtig unter ständigem Rühren und Kühlen 110 ml  $\pm$  2 ml Schwefelsäure (4.1.1) zugeben. Im Messkolben mit Wasser auf 500 ml  $\pm$  2 ml auffüllen und gut mischen.

**4.1.4 Natriumhydroxid-Lösung,  $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/L}$ .**

80 g  $\pm$  1 g Natriumhydroxid-Pellets in Wasser auflösen, kühlen und mit Wasser auf 1 l auffüllen.

**4.1.5 Ascorbinsäure-Lösung,  $\rho = 100 \text{ g/L}$ .**

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

ANMERKUNG Die Lösung ist, in einer braunen Glasflasche im Kühlschrank aufbewahrt, zwei Wochen haltbar, und kann verwendet werden, so lange sie farblos bleibt.

**4.1.6 Saure Molybdat-Lösung I**

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

Die Molybdat-Lösung unter Rühren zu 300 ml  $\pm$  5 ml Schwefelsäure (4.1.1) geben. Danach die Tartrat-Lösung zusetzen und gut mischen.

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

**4.1.7 Saure Molybdat-Lösung II**

Vorsichtig 230 ml  $\pm$  0,5 ml Schwefelsäure (4.1.1) unter Kühlung zu 70 ml  $\pm$  5 ml Wasser geben. 13 g  $\pm$  0,5 g Ammoniumheptamolybdat-Tetrahydrat  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{ H}_2\text{O}]$  in 100 ml  $\pm$  5 ml Wasser lösen, zu der Säurelösung zufügen und gut mischen. 0,35 g  $\pm$  0,05 g Kaliumantimon(III)oxidentartrat-Hemihydrat  $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2} \text{ H}_2\text{O}]$  in 100 ml  $\pm$  5 ml Wasser lösen, zur sauren Molybdat-Lösung hinzugeben und gut mischen.

Dieses Reagenz verwenden, wenn die Proben mit Schwefelsäure (4.1.2) angesäuert wurden (siehe auch Abschnitte 6, 7 und 8).

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

**4.1.8 Kompensationslösung für Trübung/Färbung**

Zwei Volumenteile Schwefelsäure (4.1.2) mit einem Volumenteil Ascorbinsäure (4.1.5) mischen.

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

**4.1.9 Natriumthiosulfat-Pentahydrat-Lösung,  $\rho = 12,0 \text{ g/L}$ .**

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

ANMERKUNG Das Reagenz ist, in einer braunen Glasflasche aufbewahrt, mindestens vier Wochen haltbar.

**4.1.10 Orthophosphat-Stammlösung, mit  $\rho_{\text{P}} = 50 \text{ mg/L}$ .**

Einige Gramm Kaliumdihydrogenphosphat bei 105 °C bis zur Massenkonzanz trocknen. 0,219 7 g  $\pm$  0,000 2 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  in etwa 800 ml  $\pm$  10 ml Wasser in einem