

	Wasserbeschaffenheit Bestimmung von freiem Chlor und Gesamtchlor Teil 2: Kolorimetrisches Verfahren mit N,N-Diethyl-1,4-Phenylendiamin für Routinekontrollen (ISO 7393-2 : 1985) Deutsche Fassung EN ISO 7393-2 : 2000	DIN EN ISO 7393-2
--	--	---

ICS 13.060.50

Mit
 DIN EN ISO 7393-1 : 2000-04
 Ersatz für
 DIN 38408-4 : 1984-06

Water quality — Determination of free chlorine and total chlorine — Part 2: Colorimetric method using N,N-diethyl-1,4-phenylenediamine for routine control purposes (ISO 7393-2 : 1985); German version EN ISO 7393-2 : 2000

Qualité de l'eau — Dosage du chlore libre et du chlore total — Partie 2: Méthode colorimétrique à la N,N-diéthylphénylène-1,4 diamine destinée aux contrôles de routine (ISO 7393-2 : 1985); Version allemande EN ISO 7393-2 : 2000

Die Europäische Norm EN ISO 7393-2:2000 hat den Status einer Deutschen Norm.

Diese Norm ist Bestandteil der Reihe

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung —

Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)

und beschreibt das Verfahren

Bestimmung von freiem Chlor und Gesamtchlor — Teil 2: Kolorimetrisches Verfahren mit N,N-Diethyl-1,4-Phenylendiamin für Routinekontrollen (G 4-2).

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 7393-2, die vom ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ (Sekretariat: DIN) erarbeitet wurde, wurde von CEN aufgrund der Ergebnisse des Einstufigen Annahmeverfahrens (UAP) ohne Änderungen als Europäische Norm EN ISO 7393-2 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

Fortsetzung Seite 2
 und 15 Seiten EN

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

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-ENB- und DIN-EN-ISO-Normen) vom DIN herausgegeben worden.

Zu Abschnitt 4.4, Anmerkung, wird darauf hingewiesen, dass mit den Produkten einzelner Hersteller unter Umständen abweichende Ergebnisse erzielt werden; deshalb ist eine Eignungsprüfung erforderlich (siehe Validierungsdokument).

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 - 25 49, oder der Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin), Auskunft.

Änderungen

Gegenüber DIN 38408-4 : 1984-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- DIN EN ISO 7393-1:2000-04 und DIN EN ISO 7393-2:2000-04 ersetzen DIN 38408-4 : 1984-06 vollständig; durch die zusätzliche DIN EN ISO 7393-3 wurde das Verfahren um die iodometrische Bestimmung von Gesamtchlor erweitert;
- Titel geändert;
- Änderungen hinsichtlich Aufbau, Durchführung und Auswertung des Analysenverfahrens.

Frühere Ausgaben

DIN 38408-4: 1984-06

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit

Bestimmung von freiem Chlor und Gesamtchlor
Teil 2: Kolorimetrisches Verfahren mit N,N-Diethyl-1,4-Phenylendiamin
für Routinekontrollen
(ISO 7393-2 : 1985)

Water quality — Determination of free chlorine and total chlorine — Part 2: Colorimetric method using N,N-diethyl-1,4-phenylenediamine for routine control purposes (ISO 7393-2 : 1985)

Qualité de l'eau — Dosage du chlore libre et du chlore total — Partie 2: Méthode colorimétrique à la N,N-diéthylphénylène-1,4 diamine destinée aux contrôles de routine (ISO 7393-2 : 1985)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 20. Januar 2000 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 vom 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 Juli 2000, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juli 2000 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 7393-2:1985 wurde von CEN als Europäische Norm ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

ISO 7393 besteht aus folgenden Teilen:

Teil 1: Titrimetrisches Verfahren mit N,N-Diethyl-1,4-phenylendiamin;

Teil 2: Kolorimetrisches Verfahren mit N,N-Diethyl-1,4-phenylendiamin, für Routinekontrollen;

Teil 3: Iodometrisches Verfahren zur Bestimmung von Gesamtchlor.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 7393 legt ein Verfahren zur Bestimmung von freiem Chlor und Gesamtchlor in Wasser fest, das bequem bei Feldversuchen anwendbar ist; es beruht auf der Messung der Farbintensität durch visuellen Vergleich der Farbe mit einer Skala von regelmäßig kalibrierten Farbstandards.

Meerwasser sowie bromid- und iodidhaltiges Wasser bilden eine Gruppe, für die besondere Verfahren erforderlich sind [2].

Das Verfahren ist zur Bestimmung von Chlor (Cl_2) in Konzentrationsbereichen von 0,000 4 mmol/l bis 0,07 mmol/l (0,03 mg/l bis 5 mg/l) Gesamtchlor geeignet; bei höheren Konzentrationen müssen die Proben verdünnt werden. Falls nicht Arbeitsgeschwindigkeit und Kompaktheit der Ausrüstung Vorrang haben, wird als alternatives Verfahren die spektrometrische Messung beschrieben.

In Anhang A ist ein Verfahren angegeben, mit dem sich gebundenes Chlor vom Monochloramin- sowie Dichloramin-Typ und gebundenes Chlor in Form von Stickstofftrichlorid unterscheiden lassen.

Störungen werden in den Abschnitten 7 und 9 behandelt.

2 Begriffe (siehe Tabelle 1)

Für die Anwendung dieses Teils von ISO 7393 gelten die folgenden Begriffe:

2.1 freies Chlor: Chlor, das als hypochlorige Säure, Hypochlorit-Ion oder als gelöstes elementares Chlor vorliegt.

2.2 gebundenes Chlor: Anteil des Gesamtchlors, der in Form von Chloraminen und organischen Chloraminen vorliegt.

2.3 Gesamtchlor: Chlor, das als „freies Chlor“, als „gebundenes Chlor“ oder in beiden Formen vorliegt.

2.4 Chloramine: Derivate des Ammoniaks, bei denen ein, zwei oder drei Wasserstoffatome durch Chloratome substituiert wurden (Monochloramin NH_2Cl , Dichloramin NHCl_2 , Stickstofftrichlorid NCl_3) und alle chlorierten Derivate von organischen Stickstoffverbindungen, wie sie nach dem in diesem Teil von ISO 7393 festgelegten Verfahren bestimmt werden.

Tabelle 1: Begriffe und Synonyme in Beziehung zu den tatsächlichen Verbindungen in der Lösung

Begriff	Synonym		Verbindungen
Freies Chlor	Freies Chlor	Aktives freies Chlor	Elementares Chlor, hypochlorige Säure
		Potentiell freies Chlor	Hypochlorit
Gesamtchlor	Gesamtes Restchlor		Elementares Chlor, hypochlorige Säure, Hypochlorit, Chloramine

3 Grundlage des Verfahrens

3.1 Bestimmung von freiem Chlor

Direkte Reaktion mit N,N-Diethyl-1,4-phenylendiamin (DPD) unter Bildung einer rot gefärbten Verbindung bei pH 6,2 bis 6,5. Messung der Farbintensität durch visuellen Farbvergleich mit einer Farbskala von permanenten Farbstandards aus Glas oder durch Spektrometrie.

3.2 Bestimmung des Gesamtchlors

Reaktion mit DPD in Gegenwart eines Überschusses an Kaliumiodid, dann Messung wie in 3.1.

4 Reagenzien

Bei der Analyse nur Reagenzien von bekannter Analysenreinheit und Wasser, wie in 4.1 festgelegt, verwenden.

4.1 Wasser, frei von oxidierenden und reduzierenden Substanzen

Vollentsalztes oder destilliertes Wasser, dessen Beschaffenheit wie folgt überprüft wird.

In zwei chlorzehrungsfreie 250-ml-Erlenmeyerkolben (siehe Abschnitt 5) in folgender Reihenfolge geben:

- a) in den ersten: 100 ml von dem zu prüfenden Wasser und etwa 1 g Kaliumiodid (siehe 4.4); durchmischen und nach etwa 1 min 5 ml Pufferlösung (siehe 4.2) und 5 ml DPD-Reagens (siehe 4.3) zugeben;
- b) in den zweiten: 100 ml von dem zu prüfenden Wasser und zwei Tropfen Natriumhypochlorit-Lösung (siehe 4.7); nach 2 min 5 ml Pufferlösung (siehe 4.2) und 5 ml DPD-Reagens (siehe 4.3) zugeben.

Im ersten Erlenmeyerkolben darf keine Färbung auftreten, während im zweiten eine schwache Rosafärbung unbedingt auftreten muss.

Falls das vollentsalzte oder destillierte Wasser nicht den Anforderungen entspricht, mit Chlor versetzen. Nach einer bestimmten Einwirkungszeit und anschließender Dechlorierung die Beschaffenheit des Wassers erneut überprüfen.

Anhang B gibt ein Verfahren zur Herstellung von Wasser an, das frei von oxidierenden und reduzierenden Substanzen ist.

4.2 Pufferlösung, pH = 6,5

In Wasser (siehe 4.1) in folgender Reihenfolge lösen: 24 g wasserfreies Dinatriumhydrogenphosphat (Na_2HPO_4) oder 60,5 g seines Dodekahydrates ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) und 46 g Kaliumdihydrogenphosphat (KH_2PO_4). 100 ml einer Dinatrium-dihydrogenethylenedinitril-tetraacetat-Dihydrat (Dinatrium-EDTA-Dihydrat, $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) in einer Konzentration von 8 g/l enthaltenen Lösung (oder 0,8 g des Feststoffs) zugeben.

Gegebenenfalls 0,020 g Quecksilber(II)-chlorid (HgCl_2) zugeben, um damit Schimmelbildung und Störungen bei der Prüfung auf freies Aktivchlor durch in den Reagenzien vorhandene Iodidspuren zu vermeiden.

Auf 1 000 ml verdünnen und mischen.

ANMERKUNG: Quecksilberhaltige Lösungen müssen in geeigneter Weise entsorgt werden (festgelegt ist z. B. ein Verfahren in ISO 5790 „Anorganische chemische Erzeugnisse für industrielle Zwecke — Allgemeines Verfahren zur Bestimmung des Chloridgehaltes — Mercurimetrisches Verfahren“).