

DIN EN ISO 9562

ICS 13.060.50

Ersatz für
DIN EN 1485:1996-11**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung adsorbierbarer organisch gebundener
Halogene (AOX) (ISO 9562:2004);
Deutsche Fassung EN ISO 9562:2004**

Water quality –
Determination of adsorbable organically bound halogens (AOX)
(ISO 9562:2004);
German version EN ISO 9562:2004

Qualité de l'eau –
Dosage des composés organiques halogénés adsorbables (AOX)
(ISO 9562:2004);
Version allemande EN ISO 9562:2004

Gesamtumfang 32 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Diese Norm ist Bestandteil der Reihe

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und
Schlammuntersuchung —
Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)

und beschreibt das Verfahren

Wasserbeschaffenheit — Bestimmung adsorbierbarer organisch gebundener Halogene (AOX) (H 14).

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 9562:2004, 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 Änderung als Europäische Norm EN ISO 9562 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 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 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 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 — 24 48, oder der Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin, Postanschrift 10772, Auskunft.

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

ISO 1773	siehe DIN ISO 1773
ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 8245	siehe DIN EN 1484

Änderungen

Gegenüber DIN EN 1485:1996-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- Änderung der Norm-Nummer;
- Änderungen hinsichtlich Aufbau, Durchführung und Auswertung des Analyseverfahrens;
- die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 38409-14: 1985-03

DIN EN 1485: 1996-11

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 1773, *Laborgeräte aus Glas — Erlenmeyer-, Rund- und Stehkolben, enghalsig (ISO 1773:1997)*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1997*

DIN EN 1484, *Wasseranalytik — Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC); Deutsche Fassung EN 1484:1997*

Deutsche Fassung

Wasserbeschaffenheit – Bestimmung adsorbierbarer organisch gebundener Halogene (AOX) (ISO 9562:2004)

Water quality – Determination of adsorbable organically bound halogens (AOX) (ISO 9562:2004)

Qualité de l'eau – Dosage des composés organiques halogénés adsorbables (AOX) (ISO 9562:2004)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 2. September 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
Vorwort	3
Einleitung	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Störungen	5
5 Grundlage des Verfahrens	5
6 Reagenzien	5
7 Geräte	8
8 Probenahme und Vorbereitung	10
9 Durchführung	10
10 Berechnungsverfahren	15
11 Verfahrenskennndaten	15
12 Analysenbericht	16
Anhang A (informativ) Bestimmung gelöster adsorbierbarer organisch gebundener Halogene nach Festphasenextraktion (SPE-AOX) in Wässern mit hohem Salzgehalt	17
Anhang B (informativ) Handhabung der Aktivkohle	23
Anhang C (informativ) Verfahrenskennndaten	23
Literaturhinweise	28

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 9562:2004) 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 März 2005, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis März 2005 zurückgezogen werden.

Dieses Dokument ersetzt EN 1485:1996.

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 9562:2004 wurde vom CEN als EN ISO 9562:2004 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Adsorbierbare organisch gebundene Halogene (AOX) sind ein analytischer Konventionsparameter, der zur Kontrolle der Wasserbeschaffenheit verwendet wird. Er ist ein Maß für die Summe von organisch gebundenem Chlor, Brom und Iod (aber nicht Fluor), die an Aktivkohle unter festgelegten Bedingungen adsorbiert werden können und, falls die Probe nicht filtriert worden ist, sich auch an oder in den suspendierten Stoffen befinden.

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 Internationalen 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.

WICHTIG — Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Internationalen Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren fest für die direkte Bestimmung einer Massenkonzentration von üblicherweise 10 µg/l organisch gebundener Halogene Chlor, Brom und Iod (angegeben als Chlorid), die an Aktivkohle adsorbierbar sind.

Dieses Verfahren gilt für Konzentrationen < 1 g/l an anorganischen Chlorid-Ionen in der Analysenprobe (siehe 9.2). Proben mit höheren Konzentrationen werden vor der Analyse verdünnt.

Dieses Verfahren gilt auch für Proben mit suspendierten Stoffen, bei denen an den Feststoffen adsorbierte Halogene (z. B. ungelöste Halogenide) mit erfasst werden. Eine Filtration der Probe vor der Analyse erlaubt eine getrennte Bestimmung von gelösten und partikulären adsorbierbaren organisch gebundenen Halogenen (AOX).

Filtrierte Proben mit einem hohen Gehalt an anorganischem Chlorid können nach dem modifizierten Verfahren (SPE-AOX) (siehe Anhang A) analysiert werden. Die Ergebnisse können sich jedoch signifikant von denen des im Hauptteil festgelegten Verfahrens unterscheiden.

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 1773:1997, *Laboratory glassware — Narrow-necked boiling flasks*

ISO 3696:1987, *Water for laboratory use — Specification and test methods*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

adsorbierbare organisch gebundene Halogene

AOX

die äquivalente Masse der Halogene Chlor, Brom und Iod in organischen Verbindungen, die nach dieser Internationalen Norm bestimmt und als Chlorid angegeben wird

3.2

gelöster organischer Kohlenstoff

DOC

die Masse an organischem Kohlenstoff in einer Wasserprobe nach der Filtration durch ein Filter der Porenweite 0,45 µm, einschließlich Cyanat und Thiocyanat

4 Störungen

4.1 Hohe AOX-Werte können durch die Gegenwart von aktivem Chlor und einigen irreversibel an Aktivkohle gebundenen Brom- und Iodverbindungen entstehen. Reaktionen dieser Oxidationsmittel mit organischen Probenbestandteilen und mit Aktivkohle können durch die Zugabe von Natriumsulfit unmittelbar nach der Probenahme verhindert werden.

4.2 Organische Brom- und Iodverbindungen können während der Zersetzung elementares Brom bzw. Iod bilden; dies kann zu höheren Oxidationsprodukten führen. Diese AOX-Bestandteile werden gegebenenfalls unvollständig erfasst, was zu Minderbefunden führt.

4.3 Lebendzellen in den Proben (z. B. Mikroorganismen oder Algen) können aufgrund ihres Chloridgehalts zu Überbefunden führen. In diesem Fall wird die Probe frühestens 8 h nach dem Ansäuern analysiert.

4.4 Bei Proben mit hohen Chloridkonzentrationen (etwa 1 g/l) kann das Schüttelverfahren (9.3.2) störanfälliger sein als das Säulenverfahren (9.3.4).

4.5 Alkohole, Aromaten oder Carbonsäuren können zu Minderbefunden führen (z. B. bei einem DOC-Wert über 100 mg/l).

4.6 Bei Proben mit suspendierten Stoffen werden die Partikel beim Rührverfahren (9.3.3) gegebenenfalls nicht ausreichend mit erfasst. Enthalten die Partikel Stoffe, die zum AOX-Wert beitragen, wird das Schüttelverfahren oder das Säulenverfahren empfohlen.

4.7 Die Wiederfindung einiger polarer und hydrophiler Verbindungen, z. B. Monochloressigsäure, ist unvollständig.

5 Grundlage des Verfahrens

Ansäuern der Wasserprobe mit Salpetersäure. Adsorption der in der Wasserprobe enthaltenen organischen Substanzen an Aktivkohle entweder durch das Schüttelverfahren, das Rührverfahren oder das Säulenverfahren. Verdrängen der anorganischen Halogenide durch Waschen der Aktivkohle mit einer angesäuerten Nitrat-Lösung. Verbrennen der beladenen Kohle in einem Sauerstoffstrom. Adsorption der Halogenwasserstoffe und nachfolgende argentometrische Bestimmung der Halogenidionen, z. B. mit der Mikroculometrie. Angabe des Ergebnisses als Massenkonzentration an Chlorid.

6 Reagenzien

Nur Reagenzien anerkannter analytischer Reinheit und Wasser verwenden. Die Reinheit des Wassers, der Reagenzien und der Gase prüfen.

Der AOX-Blindwert muss im Vergleich zum niedrigsten zu bestimmenden AOX-Gehalt vernachlässigbar klein sein. Der gesamte, durch Wasser, Reagenzien und Gase hervorgerufene AOX-Gehalt kann durch Messen des Gesamtblindwerts (10.2) ermittelt werden.

6.1 Wasser, der Qualität 1 nach ISO 3696:1997.

6.2 Aktivkohle, für eine der drei in 6.2.1 bis 6.2.3 beschriebenen Verfahren. Zur Handhabung der Aktivkohle siehe Anhang B.

Zur Bestimmung der Adsorptionskapazität können verschiedene Verfahren angewendet werden. Eines dieser Verfahren ist in [1] beschrieben. Die Iodzahl gibt einen Hinweis auf die Adsorptionskapazität der Aktivkohle. Nach [1] bestimmte Iodzahlen müssen $> 1\,050$ sein.

Der Blindwert der gewaschenen Aktivkohle muss kleiner als $15\,\mu\text{g}$ Chlorid je Gramm Aktivkohle sein.

6.2.1 Aktivkohle für das Schüttelverfahren, mit einer Korngröße von etwa $10\,\mu\text{m}$ bis $50\,\mu\text{m}$.

6.2.2 Aktivkohlevliese für das Rührverfahren, im Handel erhältlich¹⁾.

6.2.3 Aktivkohle für das Säulenverfahren, mit einer Korngröße von etwa $50\,\mu\text{m}$ bis $150\,\mu\text{m}$.

6.3 Salpetersäure, HNO_3 .

6.3.1 Konzentrierte Salpetersäure, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,4\,\text{g/ml}$, $w(\text{HNO}_3) = 65\,\%$ Massenanteil.

6.3.2 Verdünnte Salpetersäure, $c(\text{HNO}_3) = 0,02\,\text{mol/l}$.

6.4 Salzsäure, $c(\text{HCl}) = 0,010\,\text{mol/l}$.

Die Stoffmengenkonzentration muss genau bekannt sein, da die Säure zur Prüfung der Mikrotitration (9.5.1) verwendet wird.

6.5 Schwefelsäure, H_2SO_4 , $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84\,\text{g/ml}$.

6.6 Gase für die Verbrennung, zum Beispiel Sauerstoff (O_2), oder eine Mischung aus Sauerstoff und Inertgas.

¹⁾ Herstellerangaben zu dem geeigneten handelsüblichen Produkt erhalten Sie vom Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., 10772 Berlin. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Internationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieses genannten Produktes durch ISO. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu den gleichen Ergebnissen führen.