

DIN ISO 15923-1

ICS 13.060.50

**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung von ausgewählten Parametern mittels
Einzelanalysensystemen –
Teil 1: Ammonium, Nitrat, Nitrit, Chlorid, Orthophosphat, Sulfat und
Silikat durch photometrische Detektion (ISO 15923-1:2013)**

Water quality –

Determination of selected parameters by discrete analysis systems –

Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection (ISO 15923-1:2013)

Qualité de l'eau –

Détermination de paramètres sélectionnés par des systèmes d'analyse discrète –

Partie 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chlorure, orthophosphate, sulfate et silicate par détection photométrique (ISO 15923-1:2013)

Gesamtumfang 32 Seiten

Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort	4
Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	7
Einleitung.....	8
1 Anwendungsbereich	9
2 Normative Verweisungen	9
3 Grundlage des Verfahrens	9
4 Störungen	9
5 Reagenzien	10
6 Geräte.....	10
7 Probenahme und Probenvorbereitung.....	10
8 Kalibrierung.....	11
8.1 Kalibrierfunktion	11
8.2 Prüfung der Kalibrierung	11
9 Durchführung	11
10 Berechnung	12
11 Angabe der Ergebnisse.....	12
12 Analysenbericht.....	13
Anhang A (normativ) Korrektur bei Eigenfärbung.....	14
A.1 Allgemeines	14
A.2 Blindwert der Probe korrigieren	14
A.3 Kompensationslösung verwenden	14
Anhang B (normativ) Bestimmung von Ammonium	15
B.1 Grundlage des Verfahrens	15
B.2 Störungen	15
B.3 Reagenzien	15
B.4 Durchführung	16
Anhang C (normativ) Bestimmung der Summe von Nitrat und Nitrit mit dem Hydrazin-Verfahren.....	17
C.1 Grundlage des Verfahrens	17
C.2 Störungen	17
C.3 Reagenzien	17
C.4 Durchführung	19
Anhang D (normativ) Bestimmung von Nitrit.....	20
D.1 Grundlage des Verfahrens	20
D.2 Störungen	20
D.3 Reagenzien	20
D.4 Durchführung	21
Anhang E (normativ) Bestimmung von Chlorid mittels Thiocyanat-Verfahren	22
E.1 Grundlage des Verfahrens	22
E.2 Störungen	22
E.3 Reagenzien	22
E.4 Durchführung	23

Anhang F (normativ) Bestimmung von Orthophosphat	24
F.1 Grundlage des Verfahrens	24
F.2 Störungen.....	24
F.3 Reagenzien.....	24
F.4 Durchführung.....	25
Anhang G (normativ) Bestimmung von Sulfat mit dem Trübungsmessverfahren	26
G.1 Grundlage des Verfahrens	26
G.2 Störungen.....	26
G.3 Reagenzien.....	26
G.4 Durchführung.....	27
Anhang H (normativ) Bestimmung von Silikat	28
H.1 Grundlage des Verfahrens	28
H.2 Störungen.....	28
H.3 Reagenzien.....	28
H.4 Durchführung.....	29
Anhang I (informativ) Verfahrenskennndaten	30
Literaturhinweise.....	32

Nationales Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitskreis NA 119-01-03-01-23 AK „Einzelanalysensysteme“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN.

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

Bezeichnung des Verfahrens:

Bestimmung von ausgewählten Parametern mittels Einzelanalysensystemen — Teil 1: Ammonium, Nitrat, Nitrit, Chlorid, Orthophosphat, Sulfat und Silikat durch photometrische Detektion (D 49):

Verfahren DIN ISO 15923-1 — D 49

Für die Anwendung in Deutschland wird folgender Hinweis gegeben:

ISO 15923-1:2013 wurde identisch als DIN ISO 15923-1 übernommen. Folgende redaktionelle Anmerkungen zur ISO-Fassung bestehen:

Zu Abschnitt 5. Es können im Handel erhältliche Reagenzien und Fertigprodukte eingesetzt werden, sofern sie in der Zusammensetzung und Eigenschaft den Vorgaben dieser Internationalen Norm entsprechen.

In Abschnitt 11, Tabelle 1 lauten die korrekten Umrechnungsfaktoren zu Ammonium:

Tabelle 1 — Umrechnungsfaktoren

Parameter	Einheit	Umrechnungsfaktor	Umgerechnete Einheit
Ammonium	mg/l N	1,287 8	mg/l NH ₄
Ammonium	mg/l NH ₄	0,776 5	mg/l N

Zu C.3.3, weitere Erfahrungen in der Anwendung des Verfahrens haben gezeigt, dass die Lösung arbeitstäglich frisch hergestellt werden sollte.

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

ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 5663	siehe DIN EN 25663
ISO 5667-3	siehe DIN EN ISO 5667-3
ISO 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2
ISO 6777	siehe DIN EN 26777
ISO 6878	siehe DIN EN ISO 6878
ISO 8466-1	siehe DIN 38402-51
ISO 8466-2	siehe DIN ISO 8466-2
ISO 13395	siehe DIN EN ISO 13395
ISO 15682	siehe DIN EN ISO 15682

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 vorliegende Norm enthält das vom Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN und von der Wasserchemischen Gesellschaft – eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker – gemeinsam erarbeitete Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung:

Bestimmung von ausgewählten Parametern mittels Einzelanalysensystemen — Teil 1: Ammonium, Nitrat, Nitrit, Chlorid, Orthophosphat, Sulfat und Silikat durch photometrische Detektion (D 49).

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

Normen oder Norm-Entwürfe mit dem Gruppentitel „*Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung*“ sind in folgende Gebiete (Haupttitel) aufgeteilt:

Allgemeine Angaben (Gruppe A)

Sensorische Verfahren (Gruppe B)

Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)

Anionen (Gruppe D)

Kationen (Gruppe E)

Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F)

Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)

Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)

Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)

Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)

Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)

Einzelkomponenten (Gruppe P)

Schlamm und Sedimente (Gruppe S)

Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)

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: Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin), Auskunft.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 38402-51:1986-05, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Kalibrierung von Analyseverfahren, Auswertung von Analyseergebnissen und lineare Kalibrierfunktionen für die Bestimmung von Verfahrenskenngrößen (A 51)*

DIN EN 25663, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung des Kjeldahl-Stickstoffs — Verfahren nach Aufschluß mit Selen*

DIN EN 26777, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Nitrit — Spektrometrisches Verfahren*

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

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: 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 die 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*

DIN EN ISO 13395, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Nitritstickstoff, Nitratstickstoff und der Summe von beiden mit der Fließanalytik (CFA und FIA) und spektrometrischer Detektion*

DIN EN ISO 15682, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Chlorid mittels Fließanalyse (CFA und FIA) und photometrischer oder potentiometrischer Detektion*

Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von ausgewählten Parametern mittels Einzelanalysensystemen — Teil 1: Ammonium, Nitrat, Nitrit, Chlorid, Orthophosphat, Sulfat und Silikat durch photometrische Detektion

Einleitung

Mit einem Einzelanalysensystem können viele photometrische Bestimmungen automatisiert werden. Mit einem einzigen Gerät kann eine große Anzahl an verschiedenen Parametern bestimmt werden und für jede Probe können die zu bestimmenden Parameter festgelegt werden. Das Arbeiten mit geringen Volumina erfordert weniger Probenmaterial und Reagenzien.

Proben, die oberhalb des üblichen Messbereiches liegen, können entweder automatisch verdünnt oder in Wiederholung mit einem anderen Messbereich gemessen werden.

Dieser Teil von ISO 15923 legt Verfahren mit einem Einzelanalysensystem zur automatischen Bestimmung von Ammonium, Nitrat, Nitrit, Chlorid, Orthophosphat und Silikat durch photometrische Detektion und einem Trübungsmessverfahren zur Bestimmung von Sulfat mit einem Einzelanalysensystem fest. Das Anwendungsgebiet ist Wasser (Grund-, Trink-, Oberflächen- und Abwasser, Eluate und Kesselwasser).

WARNUNG — Anwender dieses Teils von ISO 15923 sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieser Teil von ISO 15923 gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Arbeitgebers, 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 15923 Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 15923 legt Verfahren zur automatischen Durchführung von spektralphotometrischen Analysen und Trübungsmessungen mit einem Einzelanalysensystem zur Bestimmung von Ammonium, Nitrat, Nitrit, Chlorid, Orthophosphat, Sulfat und Silikat fest. Der Anwendungsbereich umfasst Grund-, Trink-, Oberflächen- und Abwasser, Eluate und Kesselwasser.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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 Grundlage des Verfahrens

Ein Einzelanalysensystem ist ein automatisches System für spektralphotometrische Bestimmungen und Trübungsmessungen.

Die Farbreaktionen finden in Reaktionszellen statt, z. B. Küvetten in einem Inkubator. Für jede Bestimmung wird eine separate Reaktionszelle verwendet. Vorgegebene Volumina der Proben und der Reagenzien werden in die Zellen pipettiert und gemischt.

Nach Ablauf der Inkubationszeit wird die Extinktion der Lösung bei der Wellenlänge gemessen, die für die Bestimmung geeignet ist. Dies geschieht, indem die Küvetten durch das Photometer geschoben werden oder indem die Messlösung von den Reaktionszellen zu einem Photometer mit einer Durchflussszelle überführt wird.

4 Störungen

Partikel in der Probe können den Flüssigkeitstransport behindern und die photometrische Bestimmung stören. Die Filtration aller Proben über einen 0,45-µm-Membranfilter wird empfohlen, außer bei der Bestimmung des Gesamtphosphats und Kjeldahl-Stickstoff-Extrakten (siehe Anhänge B und F). Partikel können auch durch Absetzen, Zentrifugieren oder Dialysieren entfernt werden.

Das Verfahren ist für Proben im pH-Bereich von 5 bis 9 anwendbar, der die meisten natürlichen Wässer abdeckt. Proben außerhalb des pH-Bereichs können eine pH-Korrektur erfordern.

Eigenfärbung oder Trübung der Probe stören die Analyse. Zur Vermeidung dieser Störungen siehe Anhang A. Typische Störungen zu jedem Parameter werden zusammen mit den Verfahren in den Anhängen B bis H dargestellt.

ANMERKUNG Störungen durch Eigenfärbung müssen durch die Messung der Extinktion der Probe vor der Zugabe des Farbreagenzes (Blindwertkorrektur der Probe) oder durch die Herstellung einer Kompensationslösung (Messlösung ohne das Farbreagenz) kompensiert werden. Für weitere Details siehe Anhang A. Eine zuverlässige Prozedur zur Korrektur der Trübung gibt es derzeit nicht. Das Lambert-Beersche-Gesetz ist nicht auf trübe Lösungen anwendbar. Darüber hinaus werden viele Farbreagenzien und gefärbte Komplexe an Partikeln adsorbiert.

5 Reagenzien

Die zu verwendenden Reagenzien sind für die jeweiligen Parameter in den Anhängen B bis H beschrieben. Nur Reagenzien mit dem Reinheitsgrad „zur Analyse“ verwenden, sofern nichts Anderes in den Anhängen festgelegt ist. Alle als Feststoff vorliegenden Reagenzien für mindestens 1 h bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ trocknen, vorausgesetzt sie sind thermisch stabil. Die getrockneten Feststoffe vor dem Einwiegen in einem Exsikkator aufbewahren. Die in den Anhängen B bis H angegebenen Reagenzienvolumina dürfen angepasst werden, um laborinternen Anforderungen oder abweichenden instrumentellen Spezifikationen zu entsprechen.

5.1 Wasser, Qualität 1 nach ISO 3696 verwenden.

6 Geräte

6.1 Einzelanalysensystem, im Allgemeinen aus den folgenden Komponenten bestehend:

6.1.1 Probeninjektionssystem, für den automatischen oder manuellen Betrieb.

6.1.2 Probenbehälter.

6.1.3 Reagenzienbehälter, mit oder ohne Kühlung.

6.1.4 Inkubator mit Temperatursteuerung, um eine konstante Temperatur von z. B. 37°C einzuhalten.

6.1.5 UV/VIS-Detektor, z. B. Spektralphotometer, geeignet für einen Wellenlängenbereich zwischen 340 nm und 880 nm.

6.1.6 Steuerungs- und Datenverarbeitungseinheit

6.1.7 Aufzeichnungsgerät, z. B. PC mit Software zur Datenaufnahme und -auswertung.

7 Probenahme und Probenvorbereitung

Für die Probenahme saubere Gefäße verwenden.

Trübungen oder Partikel stören die spektralphotometrische Detektion. Proben durch eine $0,45\text{-}\mu\text{m}$ -Membran filtrieren (Absetzen, Zentrifugieren oder Dialysieren dürfen ebenfalls angewendet werden). Um Kontaminationen durch die Membranfilter zu vermeiden, die ersten 20 ml bis 30 ml des Filtrats verwerfen. Proben zur Bestimmung des Gesamtphosphats nicht filtrieren. Siehe Anhang F.

Die Probe entsprechend den Anhängen B bis H oder, wenn in dem betreffenden Anhang keine spezifische Anleitung vorgegeben ist, entsprechend ISO 5667-3 vorbereiten und lagern.

Zur Herstellung einer Blindwertlösung eine Wasserprobe (5.1) in der gleichen Weise wie die Probe behandeln.

Aus dem primären Kontrollstandard eine Kontrollstandardlösung herstellen, die die Analyten in einem der Probe entsprechendem Konzentrationsniveau enthält. Diese Probe mit den eigentlichen Proben in geeigneten Intervallen mitführen, dabei laborinterne Vorgaben beachten. Empfohlen ist eine Kontrollstandardlösung nach jeweils 20 Proben höchstens.