

DIN EN ISO 15681-2

ICS 13.060.50

Entwurf

Einsprüche bis 2017-10-25
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 15681-2:2005-05

**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtposphor mittels
Fließanalytik (FIA und CFA) –
Teil 2: Verfahren mittels kontinuierlicher Durchflussanalyse (CFA)
(ISO/DIS 15681-2:2017);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 15681-2:2017**

Water quality –

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

Part 2: Method by continuous flow analysis (CFA) (ISO/DIS 15681-2:2017);

German and English version prEN ISO 15681-2:2017

Qualité de l'eau –

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

Partie 2: Méthode par analyse en flux continu (CFA) (ISO/DIS 15681-2:2017);

Version allemande et anglaise prEN ISO 15681-2:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-08-25 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an naw@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 51 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 15681-2:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Bezeichnung des Verfahrens:

Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtphosphor mittels Fließanalytik (FIA und CFA) — Teil 2: Verfahren mittels kontinuierlicher Durchflussanalyse (CFA) (D 46):

Verfahren DIN EN ISO 15681-2 — D 46

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 5667-1	siehe	DIN EN ISO 5667-1
ISO 5667-3	siehe	DIN EN ISO 5667-3
ISO 5725-2:1994	siehe	DIN ISO 5725-2:2002-12
ISO 6878	siehe	DIN EN ISO 6878
ISO 8466-2	siehe	DIN ISO 8466-2

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 15681-2:2005-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Reagenzien wurden angepasst, um den pH-Wert zu verringern, damit die Farbreaktion erhöht wird;
- b) die Bilder im Anhang A wurden überarbeitet;
- c) die Norm wurde redaktionell überarbeitet.

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 DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW) und von der Wasserchemischen Gesellschaft — eine Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh) — gemeinsam erarbeitete Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung:

Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtphosphor mittels Fließanalytik (FIA und CFA) — Teil 2:
Verfahren mittels kontinuierlicher Durchflussanalyse (CFA) (D 46).

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 EN ISO 5667-1, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 1: Anleitung zur Erstellung von Probenahmeprogrammen und Probenahmetechniken*

DIN EN ISO 5667-3, *Wasserbeschaffenheit — Probenahme — Teil 3: Konservierung und Handhabung von Wasserproben*

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

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

DIN ISO 5725-2:2002-12, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2:1994 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2002)*

DIN ISO 8466-2, *Wasserbeschaffenheit — Kalibrierung und Auswertung analytischer Verfahren und Beurteilung von Verfahrenskennndaten — Teil 2: Kalibrierstrategie für nichtlineare Kalibrierfunktionen zweiten Grades*

**Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Orthophosphat und
Gesamtphosphor mittels Fließanalytik (FIA und CFA) — Teil 2: Verfahren
mittels kontinuierlicher Durchflussanalyse (CFA) (ISO/DIS 15681-2:2017)**

*Qualité de l'eau — Dosage des orthophosphates et du phosphore total par analyse en flux (FIA et CFA) — Partie 2 :
Méthode par analyse en flux continu (CFA) (ISO/DIS 15681-2:2017)*

*Water quality — Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA) —
Part 2: Method by continuous flow analysis (CFA) (ISO/DIS 15681-2:2017)*

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.8l

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Störungen	7
4.1 Allgemeine Störungen	7
4.2 Störungen bei der Bestimmung von Gesamtposphor	7
5 Grundlage des Verfahrens	7
5.1 Bestimmung von Orthophosphat	7
5.2 Gesamtposphor nach manuellem Aufschluss	8
5.3 Gesamtposphor mit integriertem UV-Aufschluss und Hydrolyse	8
6 Reagenzien	8
7 Geräte	12
8 Probenahme und Probenvorbereitung	14
9 Durchführung	14
9.1 Analysenvorbereitung	14
9.2 Systemprüfung	14
9.3 Kontrolle des Reagenzienblindwerts	15
9.4 Kalibrierung	15
9.5 Kontrolle der Wirksamkeit von UV-Aufschluss und Hydrolyse bei der Gesamtposphor- Bestimmung (Bilder A.2 und A.3)	16
9.6 Messung	16
9.7 Herunterfahren des Systems	16
10 Berechnung der Ergebnisse	16
11 Angabe der Ergebnisse	16
12 Analysenbericht	17
Anhang A (informativ) Beispiele für CFA-Systeme	18
Anhang B (informativ) Verfahrenskennndaten	21
Anhang C (informativ) Bestimmung von Orthophosphat-P und Gesamtposphor mit der CFA und Zinn(II)chlorid-Reduktion	23
Literaturhinweise	24

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 15681-2:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 15681-2:2004 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 15681-2:2017 wurde von CEN als prEN ISO 15681-2:2017 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147, *Water quality*, Subcommittee SC 2, *Physical, chemical and biochemical methods* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 15681-2:2003), die technisch überarbeitet wurde.

- a) Reagenzien wurden eingestellt, um den pH-Wert zu verringern, um die Farbreaktion zu erhöhen;
- b) die Bilder im Anhang A wurden überarbeitet.

ISO 15681 besteht unter dem allgemeinen Titel *Water quality — Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA)* aus den folgenden Teilen:

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

Einleitung

Verfahren zur Untersuchung der Wasserbeschaffenheit 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 mithilfe der Fließinjektionsanalyse (FIA) [6], [4] oder mit der kontinuierlichen Durchflussanalyse (CFA) [7] vorgenommen werden. Beide Verfahren besitzen den Vorteil eines automatischen Dosiersystems in ein Fließsystem (Manifold), in dem der in der Probe enthaltene Analyt beim Durchgang mit der Reagenzlösung reagiert. Die Probenvorbereitung kann in das Manifold integriert werden. Die Menge des Reaktionsprodukts wird in einem Durchflussdetektor (z. B. einem Durchflussphotometer) gemessen. Dieses Dokument beschreibt das CFA-Verfahren.

Der Anwender sollte sich bewusst sein, dass besondere Probleme die Festlegung zusätzlicher Randbedingungen erfordern könnten.

WARNUNG — Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese Dokument 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. Lösungsreste von Molybdat und Ammonium sollten in geeigneter Weise entsorgt werden.

WICHTIG — Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach diesem Dokument Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein CFA-Verfahren für die Bestimmung von Orthophosphat in Massenkonzentrationen von 0,01 mg/l bis 1,00 mg/l P und von Gesamtposphor für Massenkonzentrationen von 0,10 mg/l bis 10,0 mg/l P fest. Das Verfahren schließt den Aufschluss organischer Phosphorverbindungen und die Hydrolyse anorganischer Polyphosphat-Verbindungen ein, durchgeführt entweder nach ISO 6878, [2], [3] und [5] oder mit einer integrierten UV-Aufschluss- und Hydrolyseeinheit ein.

Dieses Dokument ist auf unterschiedliche Wässer anwendbar (wie Grund-, Trink-, Oberflächenwasser, Eluate und Abwasser). Der Anwendungsbereich kann durch Veränderung der Betriebsbedingungen variiert werden.

Das Verfahren ist auch auf Meerwasser anwendbar, jedoch unter Änderung der Empfindlichkeit; die Träger- und Bezugslösungen müssen an die Salinität der Probe angepasst werden.

Abhängig vom gewünschten Arbeitsbereich kann das Verfahren auch unter Verwendung von 10-mm- bis 50-mm-Küvetten durchgeführt werden. Für extreme Empfindlichkeit können auch 250-mm- und 500-mm-LCFCs (en: Long way Capillary Flow Cell) eingesetzt werden. Für diese beiden Anwendungen ist das Verfahren jedoch nicht validiert. Änderungen bei der Empfindlichkeit und bei den Bezugslösungen können dabei erforderlich werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 5667-1, *Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques*

ISO 5667-3, *Water quality — Sampling — Part 3: Preservation and handling of water samples*

ISO 6878, *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*

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 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: unter <http://www.iso.org/obp>

4 Störungen

4.1 Allgemeine Störungen

ISO 6878, Anhang A, enthält eine Liste allgemeiner Störungen. Zusätzlich, oder im Gegensatz zu der zitierten Norm, gilt Folgendes:

- Arsenat verursacht erhebliche Störungen; 100 µg/l As, vorliegend als Arsenat, täuschen etwa 30 µg/l P vor;
- Störungen durch Silicat können vernachlässigt werden, wenn die Konzentration des Silicats die Phosphor-Konzentration nicht um mehr als das 60-Fache übersteigt;
- Störungen durch Fluorid sind oberhalb 50 mg/l signifikant;
- eine merkliche Störung durch Nitrit tritt oberhalb einer Konzentration von 5 mg/l auf; die Störung kann durch Ansäuern der Probe nach der Probenahme beseitigt werden;
- für Proben mit einem hohen Gehalt an oxidierenden Stoffen kann die Zugabe des Reduktionsmittels nicht ausreichend sein. In diesem Fall sind die oxidierenden Stoffe vor dem Aufschluss zu entfernen;
- die Eigenabsorption der Probe kann kompensiert werden, indem zusätzlich zum Probensignal (9.6) die Absorption ohne Zusatz der Reagenzien gemessen und in der Auswertung berücksichtigt wird (siehe Abschnitt 10).

4.2 Störungen bei der Bestimmung von Gesamtphosphor

Bei Proben mit Feststoffen oder suspendierten Partikeln können bei Anwendung des UV-Aufschlusses Minderfunde auftreten, wenn die Partikel nicht vollständig in die UV-Aufschluss-Einheit transportiert werden. Dieser Fehler kann minimiert werden, indem die Probe unmittelbar vor und während der Probenzufuhr aufgerührt wird, um sicherzustellen, dass eine repräsentative Probe in den Analysator überführt wird, und, indem man die Partikelgröße reduziert.

Infolge des vorgeschalteten Aufschlusses und aufgrund des höheren Anwendungsbereichs werden die für die Orthophosphat-Bestimmung angegebenen Störungen durch Silicat, Nitrit, Fluorid und Eisen bei der Bestimmung von Gesamtphosphor üblicherweise nicht beobachtet.

Die Wirksamkeit des Aufschlusses kann beeinträchtigt werden, wenn der chemische Sauerstoffbedarf (CSB) der Probe mehr als das Zehnfache der höchsten Konzentration der Bezugslösungen (6.22) beträgt. In diesem Fall sollte die Probe verdünnt werden.

5 Grundlage des Verfahrens

5.1 Bestimmung von Orthophosphat

Die Probe wird mit einer Tensidlösung und dann mit einer sauren, Molybdat- und Antimon-Ionen enthaltenden Lösung gemischt. Der entstehende Antimon-Phosphormolybdat-Komplex wird mit Ascorbinsäure zu Molybdänblau reduziert [2], [5]. Der pH-Wert der Reaktionsmischung muss zwischen pH = 0,6 und pH = 0,9 liegen [1].

5.2 Gesamtphosphor nach manuellem Aufschluss

Phosphorverbindungen in der Probe werden manuell mit einer Kaliumperoxodisulfat-Lösung nach ISO 6878 oder nach einem gleichwertigen Verfahren oxidiert. Das gebildete Orthophosphat wird mit der Molybdänblau-Reaktion über die in 5.1 beschriebene Farbreaktion bestimmt. Die Proben können manuell nach ISO 6878 neutralisiert werden, oder indem die Menge der bei diesem Verfahren verwendeten Säure bei der Berechnung der Säure für das Molybdän-Reagenz berücksichtigt wird.

5.3 Gesamtphosphor mit integriertem UV-Aufschluss und Hydrolyse

Die Probe wird mit Kaliumperoxodisulfat gemischt und durch ein UV-Aufschlussgerät gepumpt, anschließend erfolgt ein Säureaufschluss zur Hydrolyse der Polyphosphate. Das gebildete Orthophosphat wird mithilfe der Farbreaktion nach 5.1 bestimmt. Der pH-Wert der Reaktionsmischung muss zwischen $\text{pH} = 0,6$ und $\text{pH} = 0,9$ liegen [1]. Der pH-Wert der Reaktionsmischung ist entscheidend für die Vermeidung von Störungen durch Silicat.

6 Reagenzien

Als Reagenzien, wenn nicht anders angegeben, solche des Reinheitsgrades „zur Analyse“ verwenden.

6.1 Wasser, Qualität 1 nach ISO 3696.

Den Phosphat-Blindwert prüfen (9.3).

6.2 Schwefelsäure, H_2SO_4 .

6.2.1 Schwefelsäure (I), $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$; 95 % bis 98 % (Massenanteil).

6.2.2 Schwefelsäure (II), $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2,45 \text{ mol/l}$.

Zu etwa 800 ml Wasser (6.1) vorsichtig unter Rühren 136 ml Schwefelsäure (I) (6.2.1) geben. Kühlen und mit Wasser (6.1) auf 1 000 ml verdünnen.

6.2.3 Schwefelsäure (III), $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2,45 \text{ mol/l}$.

Zu 1 000 ml Schwefelsäure (II) (6.2.2) 1 g Natriumdodecylsulfat (6.7) geben und mischen.

6.3 Natriumhydroxid, NaOH .

6.4 Ammoniumheptamolybdat-Tetrahydrat, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

6.5 Kaliumantimontartrat-Trihydrat, $\text{K}_2(\text{SbO})_2\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_{10} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$.

6.6 Ascorbinsäure, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$.

6.7 Natriumdodecylsulfat, $\text{NaC}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4$.

6.8 Kaliumperoxodisulfat, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$.

6.9 Kaliumdihydrogenphosphat, KH_2PO_4 , bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

6.10 Kaliumpyrophosphat, $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$.

6.11 Organophosphorverbindungen zur Prüfung der Wirksamkeit des UV-Aufschlusses.

6.11.1 Pyridoxal-5-phosphat-Monohydrat, $C_8H_{10}NO_6P \cdot H_2O$ oder alternativ:

6.11.2 Dinatriumphenylphosphat, $C_6H_5Na_2PO_4$.

6.12 Tensidlösungen.

6.12.1 Tensidlösung I, siehe (A) oder (B) in Bild A.1.

1 g Natriumdodecylsulfat (6.7) in etwa 800 ml Wasser (6.1) lösen und auf 1 000 ml verdünnen.

Die Lösung ist, bei Raumtemperatur aufbewahrt, sechs Monate haltbar.

6.12.2 Tensidlösung II, siehe (A) oder (B) in Bild A.1.

10 g Natriumdodecylsulfat (6.7) in etwa 800 ml Wasser (6.1) lösen und auf 1 000 ml verdünnen.

Die Lösung ist, bei Raumtemperatur aufbewahrt, sechs Monate haltbar.

6.13 Molybdat-Lösung.

40 g Ammoniumheptamolybdat-Tetrahydrat (6.4) in etwa 800 ml Wasser (6.1) lösen und mit Wasser (6.1) auf 1 000 ml verdünnen.

Bei der Einwaage von Ammoniumheptamolybdat-Tetrahydrat (6.4) keinen Metallspatel verwenden. Die Lösung ist, bei Raumtemperatur aufbewahrt, drei Monate haltbar. Jeglichen Kontakt von Ammoniumheptamolybdat mit Metall vermeiden.

6.14 Kaliumantimontartrat-Lösung.

2,5 g Kaliumantimontartrat-Trihydrat (6.5) in etwa 800 ml Wasser (6.1) lösen und mit Wasser (6.1) auf 1 000 ml verdünnen.

Die Lösung ist, bei Raumtemperatur aufbewahrt, drei Monate haltbar.

6.15 Antimontartrat-Molybdat-Reagenzien.

6.15.1 Antimontartrat-Molybdat-Reagenz I zur Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtphosphor nach manuellem Aufschluss (R1 in Bild A.1).

500 ml Schwefelsäure (II) (6.2.2), 150 ml Molybdat-Lösung (6.13) und 50 ml Kaliumantimontartrat-Lösung (6.14) mischen.

Die Lösung ist, bei Raumtemperatur aufbewahrt, zwei Wochen haltbar.

6.15.2 Antimontartrat-Molybdat-Reagenz II für die Gesamtphosphor-Bestimmung nach integriertem UV-Aufschluss (R5 in Bild A.2).

Zu 440 ml Schwefelsäure II (6.2.2) 150 ml Molybdat-Lösung (6.13) und 90 ml Kaliumantimontartrat-Lösung (6.14) hinzufügen und mit Wasser (6.1) auf 1 000 ml verdünnen.

Die Lösung ist, bei Raumtemperatur in einer Polyethylenflasche aufbewahrt, zwei Wochen haltbar.

6.15.3 Antimontartrat-Molybdat-Reagenz III für die Gesamtphosphor-Bestimmung nach integriertem UV-Aufschluss (R4 in Bild A.3).

Zu 220 ml Schwefelsäure II (6.2.2) 150 ml Molybdat-Lösung (6.13) und 90 ml Kaliumantimontartrat-Lösung (6.14) hinzufügen und mit Wasser (6.1) auf 1 000 ml verdünnen.

Die Lösung ist, bei Raumtemperatur in einer Polyethylenflasche aufbewahrt, zwei Wochen haltbar.

6.16 Ascorbinsäure-Lösung I (R2 in Bild A.1).

1 g Ascorbinsäure (6.6) in etwa 80 ml Wasser (6.1) lösen und mit Wasser (6.1) auf 100 ml auffüllen. Im Dunkeln aufbewahren. Lösung am Tag des Gebrauchs ansetzen.

6.17 Ascorbinsäure-Lösung II (R6 in Bild A.2 und R5 in Bild A.3).

1,1 g Ascorbinsäure (6.6) in etwa 80 ml Wasser (6.1) lösen, 0,1 g Natriumdodecylsulfat (6.7) hinzufügen und die Lösung mit Wasser (6.1) auf 100 ml verdünnen. Im Dunkeln aufbewahren. Lösung am Tag des Gebrauchs ansetzen.

6.18 Aufschluss-Reagenz für die Bestimmung von Gesamthosphor nach integriertem UV-Aufschluss (R1 in den Bildern A.2 und A.3).

5 g Kaliumperoxodisulfat (6.8) in etwa 900 ml Wasser (6.1) lösen. Mit Schwefelsäure II (6.2.2) den pH-Wert auf 1,1 bis 1,2 einstellen, kühlen und mit Wasser (6.1) auf 1 000 ml verdünnen.

Die Lösung ist, bei Raumtemperatur aufbewahrt, zwei Wochen haltbar.

6.19 Orthophosphat-Stammlösung I, $\rho = 50,0$ mg/l Orthophosphat-P.

(220 ± 1) mg Kaliumdihydrogenphosphat (6.9) in Wasser (6.1) lösen und mit Wasser (6.1) auf 1 000 ml verdünnen. In einer fest verschlossenen Glasflasche aufbewahren.

Die Lösung ist, bei (4 ± 2) °C aufbewahrt, zwei Monate haltbar.

6.20 Orthophosphat-Stammlösung II, $\rho = 10,0$ mg/l P.

20 ml Lösung (6.19) mit Wasser (6.1) auf 100 ml verdünnen. Täglich frisch ansetzen.

6.21 Orthophosphat-Stammlösung III, $\rho = 1,00$ mg/l P.

2 ml Lösung (6.19) mit Wasser (6.1) auf 100 ml verdünnen. Täglich frisch ansetzen.

6.22 Bezugslösungen.

Entsprechend dem erforderlichen Arbeitsbereich mindestens fünf Bezugslösungen durch Verdünnen der Lösungen 6.19 bis 6.21 ansetzen.

Arbeitsbereiche:

Für Orthophosphat-P:	Arbeitsbereich II:	0,01 mg/l bis 0,10 mg/l P
	Arbeitsbereich I:	0,10 mg/l bis 1,00 mg/l P
Für Gesamthosphor:	Arbeitsbereich II:	0,10 mg/l bis 1,00 mg/l P
	Arbeitsbereich I:	1,00 mg/l bis 10,0 mg/l P

Die Tabellen 1 bis 3 enthalten Beispiele für die Herstellung von 10 Bezugslösungen für die oben genannten Arbeitsbereiche.

Tabelle 1 — Beispiel für die Herstellung von 10 Bezugslösungen für Orthophosphat im Arbeitsbereich II (0,01 mg/l bis 0,10 mg/l P)

Milliliter der Orthophosphat-Stammlösung III (6.21), auf 100 ml verdünnt	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Konzentration der Bezugslösungen, mg/l P	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10

Tabelle 2 — Beispiel für die Herstellung von 10 Bezugslösungen für Orthophosphat im Arbeitsbereich I und Gesamthosphor im Arbeitsbereich II (0,10 mg/l bis 1,00 mg/l P)

Milliliter der Orthophosphat-Stammlösung II (6.20), auf 100 ml verdünnt	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Konzentration der Bezugslösungen, mg/l P	0,10	0,20	0,30	0,40	0,50	0,60	0,70	0,80	0,90	1,00

Tabelle 3 — Beispiel für die Herstellung von 10 Bezugslösungen für Gesamthosphor, Arbeitsbereich I (1,00 mg/l bis 10,0 mg/l P)

Milliliter der Orthophosphat-Stammlösung I (6.19), auf 100 ml verdünnt	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
Konzentration der Bezugslösungen, mg/l P	1,00	2,00	3,00	4,00	5,00	6,00	7,00	8,00	9,00	10,0

Die Bezugslösungen unmittelbar vor Gebrauch herstellen.

6.23 Standards zur Kontrolle der Wirksamkeit von Hydrolyse und Aufschluss.

6.23.1 Kaliumpyrophosphat-Stammlösung, $\rho = 100 \text{ mg/l P}$.

(533 ± 3) mg Kaliumpyrophosphat (6.10) in etwa 800 ml Wasser (6.1) lösen und mit Wasser (6.1) auf 1 000 ml verdünnen. In einem fest verschlossenen Glasbehälter bei (4 ± 2) °C aufbewahren.

Die Lösung ist sechs Monate haltbar.

6.23.2 Kaliumpyrophosphat-Lösung I zur Kontrolle der Wirksamkeit der Hydrolyse, $\rho = 0,50 \text{ mg/l P}$, für den Arbeitsbereich II für Gesamthosphor (0,10 mg/l bis 1,00 mg/l P).

0,5 ml der Lösung 6.23.1 und 100 µl Schwefelsäure (II) (6.2.2) mit Wasser (6.1) auf 100 ml verdünnen.

Die Lösung ist, bei (4 ± 2) °C aufbewahrt, einen Monat haltbar.

6.23.3 Kaliumpyrophosphat-Lösung II zur Kontrolle der Wirksamkeit der Hydrolyse, $\rho = 5,00 \text{ mg/l P}$, für den Arbeitsbereich I für Gesamthosphor (1,00 mg/l bis 10,0 mg/l P).

5 ml der Lösung 6.23.1 und 100 µl Schwefelsäure (II) (6.2.2) mit Wasser (6.1) auf 100 ml verdünnen.

Die Lösung ist, bei (4 ± 2) °C aufbewahrt, einen Monat haltbar.

6.23.4 Organophosphor-Stammlösung, $\rho = 100 \text{ mg/l P}$.

(856 ± 4) mg Pyridoxal-5-phosphat-Monohydrat (6.11.1) in etwa 800 ml Wasser (6.1) lösen und mit Wasser (6.1) auf 1 000 ml verdünnen.

Die Lösung ist, in einem verschlossenen Glasbehälter bei $(4 \pm 2)^\circ\text{C}$ aufbewahrt, sechs Monate haltbar.

Alternativ:

(704 ± 3) mg Dinatriumphenylphosphat (6.11.2) in etwa 800 ml Wasser (6.1) lösen, mit Schwefelsäure (II) (6.2.2) auf $\text{pH} \approx 2$ ansäuern und mit Wasser (6.1) auf 1 000 ml verdünnen.

Die Lösung ist, im Dunkeln bei $(4 \pm 2)^\circ\text{C}$ aufbewahrt, drei Monate haltbar.

6.23.5 Organophosphor-Lösung I zur Kontrolle der Wirksamkeit des UV-Aufschlusses, $\rho = 0,5 \text{ mg/l P}$ für den Arbeitsbereich II für Gesamtphosphor ($0,10 \text{ mg/l}$ bis $1,00 \text{ mg/l P}$).

$0,5 \text{ ml}$ der Lösung 6.23.4 und $100 \mu\text{l}$ Schwefelsäure (II) (6.2.2) mit Wasser (6.1) auf 100 ml verdünnen.

Die Lösung ist, bei $(4 \pm 2)^\circ\text{C}$ aufbewahrt, einen Monat haltbar.

6.23.6 Organophosphor-Lösung II zur Kontrolle der Wirksamkeit des UV-Aufschlusses, $\rho = 5,00 \text{ mg/l P}$ für den Arbeitsbereich I für Gesamtphosphor ($1,00 \text{ mg/l}$ bis $10,0 \text{ mg/l P}$).

5 ml Lösung 6.23.4 und $100 \mu\text{l}$ Schwefelsäure (II) (6.2.2) mit Wasser (6.1) auf 100 ml verdünnen.

Die Lösung ist, bei $(4 \pm 2)^\circ\text{C}$ aufbewahrt, einen Monat haltbar.

6.24 Spüllösung

65 g Natriumhydroxid, NaOH (6.3) und 6 g Tetranatrium-Ethylendinitrilotetraessigsäure ($\text{Na}_4\text{-EDTA}$, $\text{Na}_4\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2$) in $1\,000 \text{ ml}$ Wasser (6.1) lösen.

Die Lösung ist, bei $(4 \pm 2)^\circ\text{C}$ aufbewahrt, einen Monat haltbar.

6.25 Natriumhydroxidlösung, $\rho = 105 \text{ g/l}$.

$(105 \pm 1) \text{ g}$ Natriumhydroxid (6.3) in 800 ml Wasser (6.1) lösen. Kühlen und mit Wasser (6.1) auf $1\,000 \text{ ml}$ verdünnen.

7 Geräte

7.1 Kontinuierliches Durchflussanalysensystem (CFA)

Das System besteht üblicherweise aus folgenden Komponenten (siehe Bilder A.1, A.2 und A.3).

7.1.1 Probenwechsler oder andere Einrichtungen, die eine reproduzierbare Probenaufgabe ermöglichen.

Für die Bestimmung von Gesamtphosphor ist der Einsatz einer Vorrichtung, die das Mischen der Probe während der Probenaufgabe erlaubt, vorteilhaft.

Zur Probenkonservierung (ISO 5667-3, 3.2) sollte die Probe gerührt werden. Dies kann von oben mit einem Rührwerk geschehen oder indem man auf dem Autosampler Luft durch die Probe perlen lässt.