

DIN EN ISO 15923-1



ICS 13.060.50

Einsprüche bis 2024-06-19
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 15923-1:2014-07

Entwurf

**Wasserbeschaffenheit –
Bestimmung von ausgewählten Parametern mittels
Einzelanalysensystemen –
Teil 1: Ammonium, Nitrat, Nitrit, Chlorid, Orthophosphat, Sulfat und
Silikat durch photometrische Detektion (ISO 15923-1:2013);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 15923-1:2024**

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);

German and English version prEN ISO 15923-1:2024

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);

Version allemande et anglaise prEN ISO 15923-1:2024

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-04-19 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil das beabsichtigte Dokument 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 oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 67 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 15923-1:2013 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 15923-1:2024 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Unterausschuss NA 119-01-03-01 UA „Allgemeine und anorganische Analytik“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

Dieses Dokument enthält in Abschnitt 11 zu Tabelle 1 und im Unterabschnitt C.3.3 vom Anhang C Nationale Fußnoten, die ergänzende oder erläuternde Hinweise zur Anwendung des Dokuments geben.

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.

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.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente 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 8466-2	siehe	DIN ISO 8466-2
ISO 13395	siehe	DIN EN ISO 13395
ISO 15682	siehe	DIN EN ISO 15682

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

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)

E DIN EN ISO 15923-1:2024-05

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.

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 15923-1:2014-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) ISO-Norm wird unverändert als Europäische Norm übernommen.

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 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*

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 Verfahrenskenndaten — Teil 2: Kalibrierstrategie für nichtlineare Kalibrierfunktionen zweiten Grades*

– Leerseite –

April 2024

prEN ISO 15923-1

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)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Grundlage des Verfahrens	7
4 Störungen	7
5 Reagenzien	8
6 Geräte	8
7 Probenahme und Probenvorbereitung	8
8 Kalibrierung	8
8.1 Kalibrierfunktion	8
8.2 Prüfung der Kalibrierung	9
9 Durchführung	9
10 Berechnung	9
11 Angabe der Ergebnisse	10
12 Analysenbericht	11
Anhang A (normativ) Korrektur bei Eigenfärbung	12
A.1 Allgemeines	12
A.2 Blindwert der Probe korrigieren	12
A.3 Kompensationslösung verwenden	12
Anhang B (normativ) Bestimmung von Ammonium	13
B.1 Grundlage des Verfahrens	13
B.2 Störungen	13
B.3 Reagenzien	13
B.4 Durchführung	14
B.4.1 Probenvorbereitung	14
B.4.2 Kalibrierung	14
B.4.3 Analyse	14
Anhang C (normativ) Bestimmung der Summe von Nitrat und Nitrit mit dem Hydrazin-Verfahren	15
C.1 Grundlage des Verfahrens	15
C.2 Störungen	15
C.3 Reagenzien	15
C.4 Durchführung	16
C.4.1 Kalibrierung	16
C.4.2 Analyse	17
Anhang D (normativ) Bestimmung von Nitrit	18
D.1 Grundlage des Verfahrens	18
D.2 Störungen	18
D.3 Reagenzien	18
D.4 Durchführung	19
D.4.1 Kalibrierung	19
D.4.2 Analyse	19
Anhang E (normativ) Bestimmung von Chlorid mittels Thiocyanat-Verfahren	20
E.1 Grundlage des Verfahrens	20
E.2 Störungen	20
E.3 Reagenzien	20
E.4 Durchführung	21
E.4.1 Kalibrierung	21
E.4.2 Analyse	21
Anhang F (normativ) Bestimmung von Orthophosphat	22

F.1	Grundlage des Verfahrens	22
F.2	Störungen	22
F.3	Reagenzien	22
F.4	Durchführung	23
F.4.1	Probenvorbereitung	23
F.4.2	Kalibrierung	23
F.4.3	Analyse	23
Anhang G (normativ)	Bestimmung von Sulfat mit dem Trübungsmessverfahren	25
G.1	Grundlage des Verfahrens	25
G.2	Störungen	25
G.3	Reagenzien	25
G.4	Durchführung	25
G.4.1	Kalibrierung	25
G.4.2	Analyse	26
Anhang H (normativ)	Bestimmung von Silikat	27
H.1	Grundlage des Verfahrens	27
H.2	Störungen	27
H.3	Reagenzien	27
H.4	Durchführung	28
H.4.1	Kalibrierung	28
H.4.2	Analyse	28
Anhang I (informativ)	Verfahrenskennndaten	29
Literaturhinweise		31

Tabellen

Tabelle 1 — Umrechnungsfaktoren	2
Tabelle 1 — Umrechnungsfaktoren	10
Tabelle I.1 — Verfahrenskennndaten (nach ISO 5725-2 [2])	30

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 15923-1:2013 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 15923-1:2024 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutsches Institut für Normung) gehalten wird

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 15923-1:2013 wurde von CEN als prEN ISO 15923-1:2024 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.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 147, *Water quality*, Unterkomitee SC 2, *Physical, chemical and biochemical methods*.

ISO 15923 besteht aus den folgenden Teilen, unter dem allgemeinen Titel *Water quality — Determination of selected parameters by discrete analysis systems*:

— Teil 1: *Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection*

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 Anhang B und Anhang 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 Anhang B bis Anhang 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 Anhang B bis Anhang 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 Anhang B bis Anhang 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 Temperatursteuering, 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 Anhang B bis Anhang 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.

8 Kalibrierung

8.1 Kalibrierfunktion

Bei der ersten Validierung des Analysensystems und danach in Intervallen eine Kalibrierfunktion für jeden Parameter (siehe ISO 8466-1 oder ISO 8466-2) wie folgt erstellen:

Unter Verwendung des primären Kalibrierstandards eine geeignete Anzahl an Kalibrierlösungen für den jeweiligen Parameter und eine Nullwert-Lösung, wie in Anhang B bis Anhang H beschrieben, herstellen.

Die Kalibrierlösungen nach Abschnitt 9 und den Angaben des Geräteherstellers analysieren.

Die Gültigkeit der erhaltenen Daten bestätigen und zur Berechnung der Regressionsfunktion verwenden, wie in ISO 8466-1 oder ISO 8466-2 beschrieben.

Es muss nachgewiesen werden, dass die erstellte Kalibrierfunktion weiter gültig ist, indem eine geeignete Kontrollstandardlösung in regelmäßigen Intervallen nach den Richtigkeitsanforderungen oder mindestens am Ende der Messserie analysiert wird.

Rekalibrieren, falls erforderlich.

8.2 Prüfung der Kalibrierung

Wenn die Kalibrierfunktion nicht täglich erstellt wird, zu Beginn die Gültigkeit der Kalibrierung prüfen, indem nach der Inbetriebnahme zwei Kalibrierstandardlösungen aus dem unteren und oberen Drittel des kalibrierten Arbeitsbereiches (siehe Abschnitt 9) analysiert werden.

Es muss nachgewiesen werden, dass die erstellte Kalibrierfunktion weiter gültig ist, indem eine geeignete Kontrollstandardlösung in regelmäßigen Intervallen nach den Richtigkeitsanforderungen oder mindestens am Ende der Messserie analysiert wird.

Rekalibrieren, falls erforderlich.

9 Durchführung

Das Einzelanalysensystem nach den Angaben des Geräteherstellers in Betrieb nehmen.

Das System nach Abschnitt 8 und den Angaben des Geräteherstellers kalibrieren.

Die Proben nach Abschnitt 7 und Anhang B bis Anhang H vorbereiten. Eine gleich bleibende Inkubationstemperatur und -zeit ist unerlässlich für die Stabilität der Extinktionsmessungen. Empfohlene Inkubationstemperaturen und -zeiten siehe Anhang B bis Anhang H. Die Inkubationszeiten in Anhang B bis Anhang H stellen Empfehlungen dar, die auf der Grundlage vorhandener Erfahrungen verändert werden dürfen.

Die Extinktion der Proben entsprechend den in Anhang B bis Anhang H genannten Bedingungen und entsprechend den Angaben des Geräteherstellers messen. Den Blindwert entsprechend Anhang A und den Angaben des Geräteherstellers messen.

Wenn die Extinktion der Probe die der höchsten Kalibrierlösung überschreitet, entweder die Probe um einen entsprechenden Faktor verdünnen oder die Probenaufgabe verringern, damit die Probe in der oberen Hälfte des kalibrierten Bereichs liegt, und die Analyse wiederholen. Falls erforderlich, die Eigenabsorptionen der Proben als Blindwert korrigieren (siehe Anhang A).

Die Verfahren in Anhang B bis Anhang H dürfen für unterschiedliche Geräte angepasst sowie der Bereich oder die Empfindlichkeit des Verfahrens für verschiedene Konzentrationen der Parameter oder der unterschiedlichen Probenarten geändert werden.

10 Berechnung

Die Massenkonzentration, ρ , der betreffenden Parameter in Mikrogramm je Liter ($\mu\text{g/l}$) oder Milligramm je Liter (mg/l) anhand der Kalibrierkurve, wie in ISO 8466-1 oder ISO 8466-2 beschrieben, berechnen (siehe Abschnitt 8). Zur Berechnung die korrigierten Extinktionswerte verwenden (siehe Abschnitt 9) und alle Verdünnungsfaktoren berücksichtigen. Die Berechnung wird üblicherweise von der Gerätesoftware automatisch ausgeführt.

11 Angabe der Ergebnisse

Die Ergebnisse sind mit maximal drei signifikanten Stellen anzugeben.

BEISPIELE Orthophosphat = 1,11 mg/l P (3 signifikante Stellen), 1,1 mg/l P (2 signifikante Stellen), 1 mg/l (1 signifikante Stelle).

Vor Angabe der Ergebnisse ist es notwendig, die geforderten Einheiten festzulegen. Zum Beispiel können Ergebnisse für Ammonium, Nitrat und Nitrit als N oder als das entsprechende Ion angegeben werden, ebenso können Ergebnisse für Orthophosphat als P oder PO₄ und für Silikat als SiO₄, SiO₂ oder als Si angegeben werden.

Geeignete Umrechnungsfaktoren sind in 0 angegeben.

Tabelle 1 — Umrechnungsfaktoren

Parameter	Einheit	Umrechnungsfaktor	Umgerechnete Einheit
Ammonium	mg/l N	1,286 ^{N1}	mg/l NH ₄
Ammonium	mg/l NH ₄	0,777 8 ^{N1}	mg/l N
Nitrat	mg/l N	4,427	mg/l NO ₃
Nitrat	mg/l NO ₃	0,225 9	mg/l N
Nitrit	mg/l N	3,285	mg/l NO ₂
Nitrit	mg/l NO ₂	0,304 4	mg/l N
Orthophosphat	mg/l P	3,066	mg/l PO ₄
Orthophosphat	mg/l PO ₄	0,326 1	mg/l P
Silikat	mg/l Si	3,279	mg/l SiO ₄
Silikat	mg/l SiO ₄	0,305 0	mg/l Si
Silikat	mg/l Si	2,139	mg/l SiO ₂
Silikat	mg/l SiO ₂	0,467 4	mg/l Si
Silikat	mg/l SiO ₂	1,533	mg/l SiO ₄
Silikat	mg/l SiO ₄	0,652 5	mg/l SiO ₂

N1 Nationale Fußnote: Die Umrechnungsfaktoren zu Ammonium in der ISO-Fassung sind fehlerbehaftet, deren Übersetzung erfolgte jedoch identisch zur ISO-Fassung. Der korrekte Text kann dem Nationalen Vorwort entnommen werden.

12 Analysenbericht

Der Analysenbericht muss mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- a) Angabe des verwendeten Verfahrens mit einer Verweisung auf diesen Teil von ISO 15923 (z. B. ISO 15923-1:2013);
- b) Angabe aller Einzelheiten, die zur Identifizierung der Probe erforderlich sind;
- c) Datum der Analyse;
- d) Angabe des Ergebnisses (siehe Abschnitt 11);
- e) jede Abweichung von diesem Verfahren und Angabe aller Umstände, die gegebenenfalls die Ergebnisse beeinflusst haben können.

Anhang A (normativ)

Korrektur bei Eigenfärbung

A.1 Allgemeines

In A.2 und A.3 sind die beiden Möglichkeiten zur Korrektur einer Eigenfärbung beschrieben. In der Regel ist es nicht möglich, eine Trübung zu korrigieren. In vielen Fällen können Störungen durch Partikel durch vorsichtiges Filtrieren, Absetzen, Zentrifugieren oder Dialysieren der Proben verhindert werden.

A.2 Blindwert der Probe korrigieren

Die Korrektur des Blindwertes der Probe ist nur möglich, wenn Reaktionszellen verwendet werden, die auch als Küvetten dienen. Die Messung des Blindwertes erfolgt in einer Lösung der Probe, die eine oder mehrere Reagenzienlösungen (außer dem Farbreagenz) enthält. So kann sich z. B. die Eigenfärbung in der Probe durch den Einfluss des pH-Werts einer der Reagenzienlösungen verändern. Dieser Blindwert wird von der Gesamt-Extinktion der Messlösung abgezogen, wobei das Zahlenverhältnis zwischen den Volumina der Messlösungen berücksichtigt wird. Die Standards werden in der gleichen Weise gemessen.

A.3 Kompensationslösung verwenden

Bei der Verwendung einer Kompensationslösung wird eine zweite Messlösung hergestellt, in der die Probe und die Reagenzien in unveränderten Volumenanteilen enthalten sind, aber in der die Komponente weggelassen wird, die für die Bildung des Farbstoffs verantwortlich ist. An Stelle des Farbreagenzes wird ein gleichgroßes Volumen an Wasser zugegeben oder es wird ein anderes Reagenz hergestellt, in dem die chromogene Komponente weggelassen wird. Die Extinktion der Kompensationslösung wird von der Extinktion der Probenlösung abgezogen.

Anhang B (normativ)

Bestimmung von Ammonium

B.1 Grundlage des Verfahrens

Ammonium reagiert mit Hypochlorit, das durch alkalische Hydrolyse aus Natriumdichlorisocyanurat hergestellt wird, sowie mit Salicylat bei einem pH-Wert von etwa 12,6 in Anwesenheit von Nitroprussidnatrium als Katalysator unter der Bildung einer blau gefärbten Verbindung. Das Reagenz enthält Citrat, um Störungen durch Kationen, wie Calcium- und Magnesium-Ionen, zu maskieren. Die Extinktion wird bei 660 nm gemessen.

ANMERKUNG Dieses Verfahren beruht auf dem gleichen Chemismus wie in ISO 7150-1 [5] angegeben.

B.2 Störungen

Die Störung durch Kationen, insbesondere Calcium- und Magnesium-Ionen, wird durch Citrat maskiert. In salzhaltigen Proben kann diese Störung dennoch auftreten, wenn die Kapazität des Citrats zur Komplexbildung überschritten wird. Dies kann durch eine Destillation nach ISO 7150-1 [5] verhindert werden. Eine Destillation wird auch für stark gefärbte Proben angeraten.

Extrem hohe oder niedrige pH-Werte der Proben können stören. Das Verfahren ist nicht für Proben mit extremen pH-Werten und für Proben, die Hypochlorit reduzierende Komponenten, z. B. primäre Amine, enthalten, geeignet. Diese kommen aber selten in Wasserproben in störenden Konzentrationen vor. Sind solche Substanzen in der Probe zu erwarten, sollte vor der Analyse das Ausmaß einer Störung abgeschätzt werden.

B.3 Reagenzien

B.3.1 Salpetersäure-Lösung, $\rho(\text{HNO}_3)$, etwa 4 g/l.

Vorsichtig in einen graduierten 1-l-Messkolben ($4 \pm 0,4$) ml konzentrierte Salpetersäure $[\text{HNO}_3]$ zu 800 ml Wasser hinzufügen und mischen. Bis zur Marke mit Wasser auffüllen.

Die Lösung ist bei Raumtemperatur ein Jahr haltbar.

B.3.2 Nitroprussidnatrium-Reagenz

In einem 250-ml-Messkolben ($32,5 \pm 0,3$) g Natriumsalicylat $[\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_3\text{Na}]$ und ($32,5 \pm 0,3$) g Natriumcitrat $[\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}]$ in etwa 200 ml Wasser lösen. Sicherstellen, dass der pH-Wert $< 8,0$ ist; falls erforderlich mit Salpetersäure (B.3.1) ansäuern. ($0,243 \pm 0,002$) g Natriumnitroprussid $[\text{Na}_2(\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}) \cdot 2 \text{H}_2\text{O}]$ hinzufügen und lösen. Bis zur Marke mit Wasser auffüllen.

Die Lösung ist bei 2°C bis 8°C in einer dunklen Flasche aufbewahrt eine Woche haltbar.

ANMERKUNG Falls erforderlich, ein geeignetes Detergenz, z. B. Polyoxyethylenlaurylether, hinzufügen, um zu verhindern, dass beim Mischen von Probe und Reagenzien Luftblasen an der Wandung der Küvetten hängen bleiben.

B.3.3 DIC-Reagenz

In einem 250-ml-Messkolben ($8,0 \pm 0,1$) g Natriumhydroxid $[\text{NaOH}]$ in etwa 200 ml Wasser lösen und mischen, abkühlen lassen und ($0,500 \pm 0,005$) g Natriumdichlorisocyanurat $[\text{Cl}_2\text{Na}(\text{NCO})_3 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}]$ hinzufügen und lösen. Bis zur Marke mit Wasser auffüllen.

Die Lösung ist bei 2°C bis 8°C in einer dunklen Flasche eine Woche haltbar.

E DIN EN ISO 15923-1:2024-05
prEN ISO 15923-1:2024 (D)

B.3.4 Primärer Kalibrierstandard, Ammonium, $\rho_N = 300$ mg/l.

In einem 1-l-Messkolben $(1,415 \pm 0,001)$ g Ammoniumsulfat $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ in etwa 750 ml Wasser lösen und bis zur Marke mit Wasser auffüllen.

Die Lösung ist bei 2 °C bis 8 °C drei Monate haltbar.

B.3.5 Primärer Kontrollstandard, Ammonium, $\rho_N = 200$ mg/l.

Für den Kontrollstandard eine Ausgangssubstanz verwenden, die sich von dem Ausgangsmaterial unterscheidet, das für den primären Kalibrierstandard verwendet wurde.

Di-Ammoniumhydrogencitrat $[(\text{NH}_4)_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7]$ kann zum Beispiel als Ausgangssubstanz verwendet werden.

In einem 1-l-Messkolben $(1,615 \pm 0,001)$ g Di-Ammoniumhydrogencitrat in etwa 750 ml Wasser lösen und bis zur Marke mit Wasser auffüllen.

Die Lösung ist bei 2 °C bis 8 °C drei Monate haltbar.

B.4 Durchführung

B.4.1 Probenvorbereitung

Zur Bestimmung des Gehaltes an Kjeldahl-Stickstoff sind die Proben zuvor aufzuschließen.

ANMERKUNG Zum Aufschluss kann ISO 5663 [1] angewendet werden.

B.4.2 Kalibrierung

Die Kalibrierfunktion ist üblicherweise 1. Grades.

B.4.3 Analyse

Die Inkubationstemperatur liegt zwischen 30 °C und 40 °C. Eine Messlösung typischerweise herstellen mit:

- maximal 10 Volumenanteilen Probe;
- 1 Volumenanteil an Nitroprussidnatrium-Reagenz (B.3.2). Die Messlösung nach jeder Zugabe mischen;
- $(1 \pm 0,2)$ Volumenanteil an DIC-Reagenz (B.3.3). Die Messlösung nach jeder Zugabe mischen. Die empfohlene Inkubationszeit beträgt nach der Zugabe des DIC-Reagenzes mindestens 480 s.

Nach Ende der Inkubationszeit die Extinktion bei 660 nm messen.

ANMERKUNG Der typische Kalibrierbereich für dieses Verfahren liegt bei 0,05 mg/l N bis 2,0 mg/l N.

Anhang C (normativ)

Bestimmung der Summe von Nitrat und Nitrit mit dem Hydrazin-Verfahren

C.1 Grundlage des Verfahrens

Nitrat wird mit Hydrazinsulfat zu Nitrit reduziert. Sowohl das durch die Reaktion entstandene Nitrit als auch das in der Probe vorhandene Nitrit reagiert dann mit Sulfanilamid und N-(1-Naphthyl)-ethylendiamin-dihydrochlorid (NED) und bildet eine rot gefärbte Azo-Verbindung.

Die Extinktion bei 540 nm ist ein Maß für die Summe an Nitrit und Nitrat.

ANMERKUNG 1 Dieses Verfahren beruht auf dem gleichen Chemismus wie in ISO 13395 [6] angegeben, mit der Ausnahme, dass in ISO 13395 eine Cadmiumsäule zur Nitratreduktion verwendet wird (Anmerkung 3).

ANMERKUNG 2 Mit diesem Verfahren wird die Menge an vollständig oxidiertem Stickstoff bestimmt. Um die korrekte Nitratkonzentration zu erhalten, muss der Anteil an Nitrit subtrahiert werden. Nitrit wird bestimmt, indem bei dem Verfahren der Schritt der Hydrazinreduktion weggelassen wird. Siehe Anhang D.

ANMERKUNG 3 Nitrat kann auch mit einer Cadmiumsäule an Stelle von Hydrazinsulfat zu Nitrit reduziert werden.

C.2 Störungen

Sulfidkonzentrationen von 10 mg/l können zu einem um 10 % niedrigeren Ergebnis führen. Mehr als 100 mg/l Chlorid kann ebenfalls zu negativen Abweichungen führen. Nitrat wird vor der Bestimmung zu Nitrit umgewandelt. Zur weiteren Behandlung von Störungen siehe D.2.

C.3 Reagenzien

C.3.1 Kupfersulfat-Lösung, $\rho = 3,9$ g/l.

In einem 100-ml-Messkolben $(0,39 \pm 0,01)$ g Kupfersulfat $[\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}]$ in 100 ml Wasser lösen.

Die Lösung ist bei Raumtemperatur sechs Monate haltbar.

C.3.2 Zinksulfat-Lösung, $\rho = 45$ g/l.

In einem 100-ml-Messkolben $(4,5 \pm 0,1)$ g Zinksulfat $[\text{ZnSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}]$ in 100 ml Wasser lösen.

Diese Lösung ist bei Raumtemperatur sechs Monate haltbar.

C.3.3 Natriumhydroxid-Lösung, $\rho = 8$ g/l.

In einem 100-ml-Messkolben $(0,80 \pm 0,04)$ g Natriumhydroxid $[\text{NaOH}]$ in 100 ml Wasser lösen.

Die Lösung ist im geschlossenen Behälter mindestens eine Woche haltbar^{N2}.

ANMERKUNG Falls erforderlich, ein geeignetes Detergenz wie, z. B. Polyoxyethylenlaurylether, hinzufügen, um zu verhindern, dass beim Mischen von Probe und Reagenzien Luftblasen an der Wandung der Küvetten hängen bleiben. Um Pro-

N2 Nationale Fußnote: Siehe Hinweis im Nationalen Vorwort.