

	Wasserbeschaffenheit Bestimmung von sechs Komplexbildnern Gaschromatographisches Verfahren (ISO 16588:2002) Deutsche Fassung prEN ISO 16588:2003	DIN EN ISO 16588
--	--	-----------------------------------

ICS 13.060.50

Einsprüche bis 2003-07-31

EntwurfErsatz für
E DIN 38413-10:2000-06

Water quality —
Determination of six complexing agents —
Gaschromatographic method (ISO 16588:2002);
German version prEN ISO 16588:2003

Qualité de l'eau —
Dosage de six agents complexants —
Méthode par chromatographie en phase gazeuse (ISO 16588:2002);
Version allemande prEN ISO 16588:2003

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an naw@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter <http://www.din.de/stellungnahme> abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V., 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Nationales Vorwort

Der hiermit der Öffentlichkeit zur Stellungnahme vorgelegte europäische Norm-Entwurf ist die Deutsche Fassung des vom Technischen Komitee TC 230 „Wasseranalytik“ (Sekretariat: Deutschland) des Europäischen Komitees für Normung (CEN) ausgearbeiteten Entwurfes prEN ISO 16588, der nach einem positiven Abstimmungsergebnis innerhalb der CEN-Mitglieder als Europäische Norm EN ISO 16588 in Deutsch, Englisch und Französisch herausgegeben wird.

Die nationalen Normenorganisationen sind verpflichtet, diese EN dann vollständig und unverändert in ihr nationales Normenwerk zu übernehmen.

Die vorbereitenden Arbeiten wurden vom CEN/TC 230 durchgeführt, deren Federführung beim DIN lag. Für Deutschland war der Arbeitsausschuss NAW I 3 „Wasseruntersuchung“ an der Bearbeitung beteiligt.

Fortsetzung Seite 2
und 17 Seiten prEN

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

Nach einem im CEN mit positivem Ergebnis durchgeführten Einstufigen Annahmeverfahren (UAP) wird dieses Bestimmungsverfahren als Europäische Norm in das DIN-Normenwerk übernommen.

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 Abwasserwaltungsvorschriften als Loseblattsammlung „Analysenverfahren in der Abwasserverordnung — Rechtsvorschriften und Normen“ mit dem Ergänzungsband 1 (DIN-Normen) und dem Ergänzungsband 2 (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, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin), Auskunft.

Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von sechs Komplexbildnern - Gaschromatographisches Verfahren (ISO 16588:2002)

Qualité de l'eau — Dosage de six agents complexants - Méthode par chromatographie en phase gazeuse (ISO 16588:2002)

Water quality — Determination of six complexing agents - Gas-chromatographic method (ISO 16588:2002)

ICS: 13.060.50

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: einstufiges Annahmeverfahren
Dokumentsprache: D

Vorwort

Der Text von ISO 16588:2002 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ der International Organization for Standardization (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 16588:2003 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zum einstufigen Annahmeverfahren vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 16588:2002 wurde vom CEN als prEN ISO 16588:2003 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

ANMERKUNG Die normativen Verweisungen auf Internationale Normen sind im Anhang ZA (normativ) aufgeführt.

Der Anhang A ist informativ.

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
Einleitung	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen.....	4
3 Grundlage des Verfahrens.....	4
4 Störungen.....	5
5 Reagenzien.....	5
6 Geräte	7
7 Probenahme und Probenkonservierung.....	8
8 Durchführung.....	8
9 Kalibrierung.....	11
10 Angabe der Ergebnisse	13
11 Analysenbericht.....	13
Anhang A (informativ) Beispiele für Säulen, Chromatogramme und Massenspektren.....	14
Anhang ZA (normativ) Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen.....	16
Literaturhinweise	17

Einleitung

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Internationalen 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 zusätzlicher Randbedingungen erforderlich ist.

WARNUNG — Anwender dieser Norm sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese 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.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der in der Tabelle 1 genannten löslichen organischen Komplexbildner fest. Das Verfahren ist geeignet für einen Konzentrationsbereich von 0,5 µg/l bis 200 µg/l und einem Probenvolumen zwischen 50 ml und 100 ml. Bei Verdünnung ändert sich der Konzentrationsbereich. Das Verfahren ist anwendbar auf Trinkwasser, Grund-, Oberflächen- und Abwasser.

Tabelle 1 — Nach diesem Verfahren bestimmbare Komplexbildner

Nr	Name	Zusammensetzung	Molare Masse g/mol	CAS-Nr ^a
1	EDTA – Ethylendinitrilotetraessigsäure	C ₁₀ H ₁₆ O ₈ N ₂	292,25	60-00-4
2	NTA – Nitrilotriessigsäure	C ₆ H ₉ O ₆ N	191,14	139-13-9
3	DTPA – Diethyltrinitrilopentaessigsäure	C ₁₄ H ₂₃ O ₁₀ N ₃	393,35	67-43-6
4	MGDA – Methylenglycindiessigsäure	C ₇ H ₁₁ O ₆ N	205,17	29578-05-0
5	β-ADA – β-Alanindiessigsäure	C ₇ H ₁₁ O ₆ N	205,17	6245-75-6
6	1,3-PDTA – 1,3-Propylendinitrilotetraessigsäure	C ₁₁ H ₁₈ O ₈ N ₂	306,27	1939-36-2

^a CAS: Chemical Abstracts System

Für Abwasser ist zur Verminderung von Matrixeinflüssen ein geringeres Probenvolumen, z. B. 5 ml oder 10 ml, vorteilhaft.

Die Adsorption der sechs Komplexbildner an Feststoffe ist vernachlässigbar klein.

Nach diesem Verfahren sind auch weiteres Komplexbildner ähnlicher Zusammensetzung bestimmbar, vorausgesetzt, sie verhalten sich bei der Probenvorbereitung, Derivatisierung und Gaschromatographie gleichartig. Dies muss im Einzelfall geprüft werden.

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

ISO 5667-1:1980, *Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes*.

ISO 5667-2:1991, *Water quality — Sampling — Part 2: Guidance on sampling techniques*.

3 Grundlage des Verfahrens

Konservierung der Probe mit Formaldehyd, Eindampfen, zunächst ohne, dann mit Zugabe von Salzsäure oder Ameisensäure. Veresterung der Komplexbildner zu den n-Propyl-, Isopropyl- oder n-Butylestern. Zugabe von Wasser und Extraktion der Ester mit n-Hexan, gaschromatographische Trennung, Identifizierung und Quantifizierung mit Hilfe eines stickstoffsensitiven Detektors oder durch Massenspektrometrie.

Für die Bestimmung von EDTA, DTPA, und 1,3-PDTA Verwendung von 1,2-Diaminopropan-N,N,N',N'-tetraessigsäure (DPTA) als interner Standard über das Gesamtverfahren. Bei Verwendung eines stickstoffsensitiven Detektors, Einsatz von Hepta- und/oder Octadekansäurenitril. Als Kontrollstandard für den gaschromatographischen Bestimmungsschritt. 1-Chlortetradekan darf als Kontrollstandard für die Massenspektrometrie verwendet werden.

Alternativ können ¹³C - markierte Standards eingesetzt werden.