

DIN EN ISO 20236



ICS 13.060.50

Entwurf

Einsprüche bis 2021-10-13
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 12260:2003-12

Wasserbeschaffenheit –

Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC), des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC), des gebundenen Stickstoffs (TN_b) und des gelösten gebundenen Stickstoffs (DN_b) nach katalytischer oxidativer Hochtemperaturverbrennung (ISO 20236:2018);

Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 20236:2021

Water quality –

Determination of total organic carbon (TOC), dissolved organic carbon (DOC), total bound nitrogen (TN_b) and dissolved bound nitrogen (DN_b) after high temperature catalytic oxidative combustion (ISO 20236:2018);

German and English version prEN ISO 20236:2021

Qualité de l'eau –

Dosage du carbone organique total (COT), carbone organique (COD), azote lié total (TN_b) et azote lié dissous (DN_b) après combustion oxidatif catalytique à haute température (ISO 20236:2018);

Version allemande et anglaise prEN ISO 20236:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-08-13 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 oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 54 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 20236:2018 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 20236:2021 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 119-01-03-01-27 AK „TOC, DOC, TNb, DNb“ des Arbeitsausschusses 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 des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC), des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC), des gebundenen Stickstoffs (TN_b) und des gelösten gebundenen Stickstoffs (DN_b) nach katalytischer oxidativer Hochtemperaturverbrennung:

Verfahren DIN EN ISO 20236 — H 62

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

ISO 5725-2:1994	siehe	DIN ISO 5725-2:2002-12
ISO 8466-1	siehe	DIN 38402-51
ISO/TS 13530	siehe	DIN 38402-60

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

Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC), des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC), des gebundenen Stickstoffs (TN_b) und des gelösten gebundenen Stickstoffs (DN_b) nach katalytischer oxidativer Hochtemperaturverbrennung (H 62).

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, Auskunft.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 12260:2003-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Normnummer und Normtitel aufgrund der Übernahme des international genormten Verfahrens als Europäische Norm geändert (Begründung: Zusätzlich zur Bestimmung des Stickstoffs wird in diesem Dokument ein Verfahren zur Bestimmung von Kohlenstoff mittels katalytisch-oxidativer Hochtemperaturverbrennung beschrieben, das in Kombination mit der Stickstoffbestimmung oder separat durchgeführt werden kann.);
- b) Erweiterung des Anwendungsbereichs auf ein größeres Spektrum wässriger Matrices;
- c) Wegfall der Angabe von Bestimmungsgrenze und oberer Anwendungsgrenze im Anwendungsbereich;
- d) Wegfall der normativen Verweisung auf ISO 8466-2 und der Option nicht-lineare Kalibrierung;
- e) Aufnahme eines Abschnitts zu Begriffen;
- f) Bezeichnung der Messergebnisse an der filtrierten Probe als eigenständigen Parameter (DN_b);
- g) Heraufsetzung der Verbrennungstemperatur für die Stickstoffbestimmung auf $>720\text{ °C}$;
- h) Erweiterung des Abschnitts zu Störungen;
- i) geänderte Beschreibung der Herstellung von Kalibrierlösungen (Anzahl, Konzentrationsniveau);
- j) detailliertere Beschreibung von Geräten und apparativen Anforderungen;
- k) Aufnahme einer Prüfung auf Partikelgängigkeit;
- l) Überarbeitung des Abschnitts zur Probenahme und Konservierung;
- m) Erweiterung der Festlegungen für die Systemprüfung;
- n) im informativen Anhang über alternative Bestimmungstechniken zur Bestimmung von gebundenem Stickstoff: Wegfall von Techniken, die auf Reduktion der Stickstoffverbindungen zu Ammoniak beruhen;
- o) Wegfall des informativen Anhangs zur Wiederfindungsrate ausgewählter Stickstoffverbindungen;
- p) Aufnahme neuer Verfahrenskenndaten.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 38402-51, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 51: Kalibrierung von Analysenverfahren - Lineare Kalibrierfunktion (A 51)*

DIN 38402-60, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 60: Analytische Qualitätssicherung für die chemische und physikalisch-chemische Wasseruntersuchung (A 60)*

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

— Leerseite —

<i>Titel de:</i>	Wasserbeschaffenheit — Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC), des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC), des gebundenen Stickstoffs (TN _b) und des gelösten gebundenen Stickstoffs (DN _b) nach katalytischer oxidativer Hochtemperaturverbrennung (ISO 20236:2018)
<i>Titel en:</i>	Water quality — Determination of total organic carbon (TOC), dissolved organic carbon (DOC), total bound nitrogen (TN _b) and dissolved bound nitrogen (DN _b) after high temperature catalytic oxidative combustion (ISO 20236:2018)
<i>Titel fr:</i>	Qualité de l'eau — Dosage du carbone organique total (COT), carbone organique (COD), azote lié total (TN _b) et azote lié dissous (DN _b) après combustion oxidatif catalytique à haute temperature (ISO 20236:2018)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	3
Vorwort	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Grundlage des Verfahrens.....	8
5 Störungen	8
5.1 Allgemeines.....	8
5.2 TOC oder DOC.....	9
5.3 TN _b oder DN _b	9
6 Reagenzien.....	9
7 Geräte.....	12
8 Qualitätsanforderungen an das Analysensystem	13
8.1 Systemprüfung.....	13
8.2 Wiederfindung und Abweichungen von Wiederholbestimmungen zur Prüfung der Partikelgängigkeit für TOC und TN _b	14
9 Probenahme	14
10 Durchführung.....	15
10.1 Allgemeines.....	15
10.2 Kalibrierung	15
10.3 Prüfen der Gültigkeit der Kalibrierfunktion	15
10.4 Messung.....	15
11 Berechnung.....	17
12 Angabe der Ergebnisse	17
13 Analysenbericht	18
Anhang A (normativ) Bestimmung von TOC und TIC mit dem Differenzverfahren	19
A.1 Allgemeines.....	19
A.2 TIC-Bestimmung (Differenzverfahren)	19
A.3 TC-Bestimmung (Differenzverfahren).....	21
A.4 Berechnung des TC.....	21
A.5 Berechnung des TOC.....	21
Anhang B (informativ) Verfahrenskenndaten für TOC oder DOC und TN _b oder DN _b	22
Anhang C (informativ) Alternative Detektionstechniken für TN _b und DN _b	24
C.1 Allgemeines.....	24
C.2 Elektrochemischer Detektor	24
C.3 IR-Detektor	24
Literaturhinweise	25

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 20236:2018 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ als prEN ISO 20236:2021 übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 12260:2003 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 20236:2018 wurde von CEN als prEN ISO 20236:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

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.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO 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 staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) 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. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten 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 erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

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

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Der gesamte organische Kohlenstoff (TOC), der gelöste organische Kohlenstoff (DOC), der gesamte gebundene Stickstoff (TN_b) und der gelöste gebundene Stickstoff (DN_b) sind eine analytische Konvention. Ihr Ergebnis sind Parameter, die für die Überwachung der Wasserqualität verwendet werden. Diese Parameter bilden unter festgelegten Bedingungen die Summe von organisch gebundenem Kohlenstoff sowie die Summe von anorganischem und organischem Stickstoff ab (nicht aber den gasförmigen Stickstoff), die in Wasser gelöst oder in gelösten oder suspendierten Stoffen gebunden sein können und bei unfiltrierten Proben auch an suspendierte Stoffe angelagert. Sie geben keine Informationen über die Art der Substanzen.

Einzelheiten eines Ringversuchs zu den Verfahrenskenndaten für TOC oder DOC und TN_b oder DN_b sind in Anhang B dargestellt.

WARNUNG — Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses 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.

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

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC), und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC) fest sowie des gesamten gebundenen Stickstoffs (TN_b) und des gelösten gebundenen Stickstoffs (DN_b), der in Form von freiem Ammoniak, Ammonium, Nitrit, Nitrat vorliegt oder in organischen Verbindungen, die unter den beschriebenen Bedingungen in Stickstoffoxide umgewandelt werden können. Das Verfahren wird instrumentell durchgeführt.

ANMERKUNG Grundsätzlich kann das Verfahren für die Bestimmung des Gesamtkohlenstoffs (TC) und des gesamten anorganischen Kohlenstoffs (TIC) angewendet werden (siehe Anhang A).

Das Verfahren ist anwendbar für Wasserproben (z. B. Trinkwasser, Rohwasser, Grundwasser, Oberflächenwasser, Meerwasser, Abwasser, Sickerwässer).

Das Verfahren erlaubt die Bestimmung von TOC und DOC ≥ 1 mg/l und von TN_b und DN_b ≥ 1 mg/l. Nach oben ist der Arbeitsbereich durch geräteabhängige Bedingungen (z. B. Injektionsvolumen) begrenzt. Höhere Konzentrationen können nach entsprechender Verdünnung der Probe bestimmt werden.

Bei Proben, die flüchtige organische Verbindungen enthalten (z. B. Industrieabwasser), wird das Differenzverfahren angewandt (siehe Anhang A).

Cyanid, Cyanat und Partikel aus elementarem Kohlenstoff (Ruß) können, falls in der Probe vorhanden, zusammen mit dem organischen Kohlenstoff erfasst werden.

Das Verfahren eignet sich nicht für die Bestimmung von bei den Bedingungen des Verfahrens flüchtigem oder austreibbarem organischem Kohlenstoff.

Gelöster, gasförmiger Stickstoff (N₂) wird nicht erfasst.

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 8466-1, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

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

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

3.1

gesamter Kohlenstoff

TC, en: total carbon

Summe des im Wasser enthaltenen organisch und anorganisch gebundenen Kohlenstoffs, einschließlich des elementaren Kohlenstoffs

3.2

gesamter anorganischer Kohlenstoff

TIC, en: total inorganic carbon

Summe des im Wasser enthaltenen anorganischen Kohlenstoffs, erfasst unter den Bedingungen dieses Verfahrens

Anmerkung 1 zum Begriff: Als TIC erfasst werden gelöstes Kohlendioxid sowie CO₂, das nur aus Carbonaten und Hydrogencarbonaten stammt.

3.3

gesamter organischer Kohlenstoff

TOC, en: total organic carbon

Summe des im Wasser enthaltenen organisch gebundenen Kohlenstoffs, gebunden an gelösten oder suspendierten Stoffen, einschließlich Cyanat, Thiocyanat und elementarer Kohlenstoff, erfasst unter den Bedingungen dieses Verfahrens

Anmerkung 1 zum Begriff: Flüchtiger organischer Kohlenstoff wird mit dem Verfahren nicht mit Sicherheit erfasst.

Anmerkung 2 zum Begriff: Als TOC erfasst werden mit diesem Verfahren generell organische Verbindungen in Wasser, die unter den Bedingungen des Verfahrens nicht austreibbar sind, auch bekannt als nicht-ausblasbarer organischer Kohlenstoff (en: non-purgeable organic carbon, NPOC).

3.4

gelöster organischer Kohlenstoff

DOC, en: dissolved organic carbon

Summe des im Wasser enthaltenen organisch gebundenen Kohlenstoffs aus Verbindungen, die ein Membranfilter der Porenweite 0,45 µm passieren, einschließlich Cyanat und Thiocyanat, erfasst unter den Bedingungen dieses Verfahrens

3.5

gesamter gebundener Stickstoff

TN_b, en: total bound nitrogen

Summe des organisch gebundenen und des anorganisch gebundenen Stickstoffs im Wasser oder in suspendierten Stoffen, erfasst unter den Bedingungen dieses Verfahrens

3.6

gelöster gebundener Stickstoff

DN_b, en: dissolved bound nitrogen

Summe des organisch gebundenen und des anorganisch gebundenen Stickstoffs im Wasser aus Verbindungen, die ein Membranfilter der Porenweite 0,45 µm passieren, erfasst unter den Bedingungen dieses Verfahrens

4 Grundlage des Verfahrens

Thermisch-katalytischer Aufschluss der organischen Kohlenstoff sowie anorganischen und organischen Stickstoff enthaltenden Probe in einer sauerstoffhaltigen Atmosphäre bei $\geq 680\text{ °C}$ für die Bestimmung von TOC oder DOC und bei $\geq 720\text{ °C}$ für die Bestimmung von TN_b oder DN_b .

Die TOC- oder DOC-Bestimmung wird nach dem Direktverfahren durchgeführt.

Vor der Verbrennung wird der anorganische Kohlenstoff durch Ansäuern und Austreiben mit einem Trägergas (siehe 6.7) entfernt.

ANMERKUNG Als Katalysatormaterial für die Verbrennung können beispielsweise Platin und Cer(IV) verwendet werden. Der Katalysator dient dazu, den Oxidationsprozess der kohlenstoffhaltigen Wasserinhaltsstoffe im Sauerstoff-Überschuss zu beschleunigen, so dass das für die Detektion erforderliche Kohlendioxid-Gas gebildet wird. Abhängig von der Verbrennungstemperatur und den Temperaturen in der Verbrennungszone können verschiedene Katalysatoren verwendet werden, z. B. Metalle oder Metalloxide für Temperaturen $> 680\text{ °C}$ oder gesintertes Aluminiumoxid für Temperaturen um $1\,200\text{ °C}$, entsprechend den Vorgaben der jeweiligen Hersteller.

Oxidation des organischen Kohlenstoffs (TOC, DOC) mit Sauerstoff oder synthetischer Luft zu Kohlendioxid. Detektion mittels Infrarotspektrometrie (IR). Verbrennung von anorganischem und organischem Stickstoff mit Sauerstoff oder synthetischer Luft und Umsetzung zu Stickstoffmonoxid.

Reaktion mit Ozon zu elektronisch angeregten Stickstoffoxiden. Detektion mittels Chemilumineszenz (CLD) (alternative Detektion siehe Anhang C).

Diese Norm kann für die getrennte Bestimmung von TOC oder DOC und TN_b oder DN_b oder für die simultane Bestimmung von TOC oder DOC und TN_b oder DN_b angewandt werden, z. B. durch Verbindung des IR-Detektors mit einem in Reihe angeordneten CLD.

Kontrolluntersuchungen sind erforderlich, um die Gültigkeit der Kalibrierfunktion (siehe 10.3) zu überprüfen. Mehrfachbestimmungen können notwendig sein. Die Anwendung des Verfahrens der Standardaddition kann erforderlich sein, wenn Matrixstörungen zu erwarten sind (siehe 5.3 und 10.4.2.1).

5 Störungen

5.1 Allgemeines

Störungen bei der Bestimmung von TOC oder DOC und TN_b oder DN_b können sich durch Memory-Effekte ergeben. Wiederholte Probenaufgaben sind erforderlich (siehe 10.4.1).

Detergenzien, Öle und Fette können die Oberflächenspannung der Probe beeinflussen und zu fehlerhaften Ergebnissen führen. Eine Verdünnung der Probe kann dieses Risiko verringern.

Proben mit extremen pH-Werten, stark gepufferte Proben und Proben mit hohem Salzgehalt können Störungen verursachen. Zur Behebung dieser Störungen den Hersteller um Rat fragen.

Ungelöste Stoffe können zu einem Qualitätsverlust des Analysenergebnisses führen. Wenn die Ergebnisse aus Wiederholbestimmungen einer homogenisierten Probe, die suspendierte Stoffe enthält, um mehr als 10 % voneinander abweichen, kann kein genaues TOC- und TN_b -Ergebnis für die Probe erhalten werden.

5.2 TOC oder DOC

In der Probe vorhandener anorganischer Kohlenstoff (z. B. CO₂ oder Kohlensäure-Ionen) stört die Bestimmung des TOC oder DOC. Anorganischer Kohlenstoff wird vor der TOC- oder DOC-Bestimmung (siehe 10.4.2.2 und 10.4.2.3) durch Ansäuern und Austreiben mit einem Gas, das frei von CO₂ und organischen Verbindungen ist, entfernt.

ANMERKUNG 1 Alternativ kann das Differenzverfahren angewendet werden, mit dem TC und TIC getrennt bestimmt werden (siehe Anhang A). Durch Subtraktion des TIC vom TC kann der TOC berechnet werden. Diese Berechnung führt nur dann zu korrekten Ergebnissen, wenn die Konzentrationen von Kohlenmonoxid, Cyanid, Cyanat und Thiocyanat in der Probe vernachlässigbar sind.

ANMERKUNG 2 Austreibbare organische Verbindungen wie Benzol, Toluol, Cyclohexan und Chloroform können beim Strippen teilweise entweichen (siehe 10.4.2.2 und 10.4.2.3). Bei Vorliegen dieser Stoffe kann die TOC-Konzentration z. B. durch Anwendung des Differenzverfahrens getrennt bestimmt werden (siehe Anhang A).

5.3 TN_b oder DN_b

Eine hohe Belastung mit gelöstem oder gesamtem organischen Kohlenstoff (DOC oder TOC) kann zu Minderbefunden für den TN_b oder DN_b führen. Etwaige Probleme können durch Bestimmung des Stickstoffs vor und nach einer geeigneten Verdünnung oder durch Anwendung des Verfahrens der Standardaddition erkannt werden.

Nicht alle organischen Stickstoff-Verbindungen werden durch das beschriebene Verbrennungsverfahren quantitativ zu Stickoxid und in Folge durch die Reaktion mit Ozon zu Stickstoffdioxid umgesetzt. Geringe Wiederfindungen können bei Verbindungen auftreten, die zwei- oder dreifach gebundene Stickstoff-Atome enthalten. Die Anwendung einer nach 10.2 berechneten Kalibrierfunktion kann bei Verwendung der Stickstoff-Mischstandardlösung II (6.9.3.4) zu TN_b-Minderbefunden bei Ammonium-N-Bestimmungen (z. B. Ammoniumsulfat-Lösung) und zu Überbefunden bei Nitrat-N-Bestimmungen (z. B. Kaliumnitrat-Lösung) führen.

6 Reagenzien

Als Reagenzien werden, soweit erhältlich, solche des Reinheitsgrades „zur Analyse“ verwendet.

Feststoffe mindestens 1 h bei (105 ± 5) °C trocknen. Die getrockneten Feststoffe vor der Wägung in einem Exsikkator aufbewahren.

ANMERKUNG Die Cellulose muss nicht vor Gebrauch getrocknet werden.

Falls erforderlich, können alternative Volumina von den im Folgenden beschriebenen Lösungen hergestellt und verwendet werden. Alternativ dürfen im Handel erhältliche Stammlösungen mit entsprechender Konzentration verwendet werden.

Für die gemeinsame Bestimmung von TN_b und TOC kann eine geeignete Mischung von TOC- und TN_b-Stammlösungen der Konzentration 1 000 mg/l (6.8.2 und 6.9.3.3) zur Herstellung von Standard- und Kalibrierlösungen verwendet werden.

6.1 Wasser.

Die Gehalte an Kohlenstoff und an gebundenem Stickstoff des für die Bereitung von Proben und Lösungen verwendeten Wassers müssen so gering sein, dass sie im Vergleich zu der niedrigsten zu bestimmenden TOC- und TN_b-Konzentration vernachlässigbar sind.

6.2 Schwefelsäure, $\rho = 1,84$ g/ml.

6.3 Salzsäure, $w(\text{HCl}) = 32 \%$.

6.4 Nicotinsäure, $\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$, $> 99,5 \%$.

6.5 TOC- und TN_b -Stammlösung für den System-Test.

In einem 1 000-ml-Messkolben 8,793 g Nicotinsäure (6.4) vorlegen, in Wasser (6.1) lösen und mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung enthält 5 147 mg/l Kohlenstoff und 1 000 mg/l Stickstoff.

Die Lösung ist, bei $(3 \pm 2)^\circ\text{C}$ aufbewahrt, sechs Monate haltbar.

6.6 Blindwertlösung.

Einen 100-ml-Messkolben mit Wasser (6.1) füllen.

6.7 Gase oder synthetische Luft, frei von Verunreinigungen, die den Analyten beeinflussen (z. B. Kohlenstoffdioxid, organischer Kohlenstoff, Stickstoff-Verbindungen).

Die Gase entsprechend den Herstellerangaben verwenden, z. B. Sauerstoff, 99,7 % Volumenanteil.

6.8 Reagenzien für die TOC- oder DOC-Bestimmung.

6.8.1 Kaliumhydrogenphthalat, $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$.

6.8.2 Kaliumhydrogenphthalat-Stammlösung, $\rho(\text{C}) = 1\,000\text{ mg/l}$.

In einem 1 000-ml-Messkolben 2,125 g Kaliumhydrogenphthalat (6.8.1) vorlegen, in Wasser (6.1) lösen und mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, bei $(3 \pm 2)^\circ\text{C}$ aufbewahrt, sechs Monate haltbar.

6.8.3 Kaliumhydrogenphthalat-Standardlösung, $\rho(\text{C}) = 100\text{ mg/l}$.

In einen 1 000-ml-Messkolben 100 ml der Kaliumhydrogenphthalat-Stammlösung (6.8.2) pipettieren und mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, bei $(3 \pm 2)^\circ\text{C}$ aufbewahrt, einen Monat haltbar.

6.8.4 TOC- und DOC-Kalibrierlösungen.

Je nach erwarteter TOC- oder DOC-Konzentration in der Probe aus der Kaliumhydrogenphthalat-Standardlösung (6.8.3) fünf bis zehn Kalibrierlösungen herstellen, deren Konzentrationen so gleichmäßig wie möglich über den erwarteten Arbeitsbereich verteilt sind.

Für den Bereich von 1,0 mg/l C bis 10 mg/l C zum Beispiel wie folgt vorgehen:

In eine Reihe von 100-ml-Messkolben die folgenden Volumina: 1,0 ml, 2,0 ml, 3,0 ml, 4,0 ml, 5,0 ml, 6,0 ml, 7,0 ml, 8,0 ml, 9,0 ml oder 10,0 ml der Kaliumhydrogenphthalat-Standardlösung (6.8.3) pipettieren und mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Kohlenstoff-Konzentrationen in diesen Kalibrierlösungen betragen: 1 mg/l, 2 mg/l, 3 mg/l, 4 mg/l, 5 mg/l, 6 mg/l, 7 mg/l, 8 mg/l, 9 mg/l oder 10 mg/l.

Die Lösungen am Tag ihres Gebrauchs herstellen.

6.8.5 Salzsäure zum Austreiben des TIC, $c(\text{HCl}) = \text{z. B. } 3 \text{ mol/l}$.

6.8.6 Cellulose, $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$, mikrokristallin, mit einer Partikelgröße zwischen 0,02 mm bis 0,1 mm.

6.8.6.1 Cellulose-Testsuspension für die Prüfung der Partikelgängigkeit, $\rho(\text{C}) = 100 \text{ mg/l}$.

In einen 1 000-ml-Messkolben 225 mg Cellulose (6.8.6) geben, mit Wasser (6.1) anfeuchten und mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, bei $(3 \pm 2)^\circ\text{C}$ aufbewahrt, einen Monat haltbar.

Vor Gebrauch die Lösung mit einem Magnetrührwerk rühren, bis die Suspension homogen ist. Ultraschallbehandlung sollte nicht angewendet werden, da dies die Partikelgröße verringert.

6.9 Reagenzien für die TN_b - oder DN_b -Bestimmung.

6.9.1 Ammoniumsulfat, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

6.9.2 Kaliumnitrat, KNO_3 .

6.9.3 Stickstoff-Stammlösungen.

6.9.3.1 Ammoniumsulfat-Stammlösung, $\rho(\text{N}) = 1\,000 \text{ mg/l}$.

In einem 1 000-ml-Messkolben 4,717 g Ammoniumsulfat (6.9.1) vorlegen, in 500 ml Wasser (6.1) lösen und mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, bei $(3 \pm 2)^\circ\text{C}$ aufbewahrt, sechs Monate haltbar.

6.9.3.2 Kaliumnitrat-Stammlösung, $\rho(\text{N}) = 1\,000 \text{ mg/l}$.

In einem 1 000-ml-Messkolben 7,219 g Kaliumnitrat (6.9.2) vorlegen, in Wasser (6.1) lösen und mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, bei $(3 \pm 2)^\circ\text{C}$ aufbewahrt, sechs Monate haltbar.

6.9.3.3 Stickstoff-Mischstandardlösung I, $\rho(\text{N}) = 1\,000 \text{ mg/l}$.

Zur Herstellung der Stickstoff-Mischstandardlösung gleiche Volumina der Lösungen 6.9.3.1 und 6.9.3.2 mischen.

Die Lösung ist, bei $(3 \pm 2)^\circ\text{C}$ aufbewahrt, einen Monat haltbar.

6.9.3.4 Stickstoff-Mischstandardlösung II, $\rho(\text{N}) = 100 \text{ mg/l}$.

In eine Reihe von 1 000-ml-Messkolben 100 ml der Stickstoff-Mischstandardlösung I (6.9.3.3) pipettieren und mit Wasser (6.1) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, bei $(3 \pm 2)^\circ\text{C}$ aufbewahrt, einen Monat haltbar.