

DIN EN ISO 20236



ICS 13.060.50

Entwurf

Einsprüche bis 2023-11-01
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 20236:2023-04

**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/DIS 20236:2023);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 20236:2023**

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/DIS 20236:2023);

German and English version prEN ISO 20236:2023

Qualité de l'eau –

Dosage du carbone organique total (COT), carbone organique dissous (COD), azote lié total (TN_b) et azote lié dissous (DN_b) après combustion catalytique oxydante à haute température (ISO/DIS 20236:2023);

Version allemande et anglaise prEN ISO 20236:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-09-01 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 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 57 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 20236:2023) 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 Normungsgremium ist der Arbeitskreis NA 119-01-03-01-27 AK „TOC, DOC, TN_b, DN_b“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW).

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 Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
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. oder die Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin, Auskunft.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 20236:2023-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aktualisierung der normativen Verweisungen;
- b) Ergänzung des Abschnitts „Analysenbericht“ (A.6), um die Differenzmethode mit dem Ergebnisbericht zu referenzieren, obligatorisch;
- c) Erweiterung des Verfahrens um die Anwendung von Einkomponenten-Standardkalibrierlösungen, z. B. auf der Basis von Ammoniumsulfat oder Kaliumnitrat;
- d) die allgemeine Erweiterung des Verfahrens zur Bestimmung von Konzentrationen <1 mg/l von C und N ist möglich, abhängig von den gewählten Gerätebedingungen und der Anwendung einer geeigneten Kalibrierung;
- e) Dokument redaktionell überarbeitet.

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, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

– *Entwurf* –

E DIN EN ISO 20236:2023-10

– Leerseite –

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/DIS 20236:2023)

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/DIS 20236:2023)

Qualité de l'eau – Dosage du carbone organique total (COT), carbone organique dissous (COD), azote lié total (TN_b) et azote lié dissous (DN_b) après combustion catalytique oxydante à haute température (ISO/DIS 20236:2023)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Grundlage des Verfahrens	10
5 Störungen	10
5.1 Allgemeines	10
5.2 TOC oder DOC	10
5.3 TN_b oder DN_b	11
6 Reagenzien	11
7 Geräte	14
8 Qualitätsanforderungen an das Analysensystem	15
8.1 Systemprüfung	15
8.2 Prüfung der Partikelgängigkeit	16
9 Probenahme und Probenvorbereitung	16
10 Durchführung	17
10.1 Allgemeines	17
10.2 Kalibrierung	17
10.3 Prüfen der Gültigkeit der Kalibrierfunktion	17
10.4 Messung	17
10.4.1 Allgemeines	17
10.4.2 Bestimmung	18
11 Berechnung	19
12 Angabe der Ergebnisse	19
13 Analysenbericht	19
Anhang A (normativ) Bestimmung von TOC und TIC mit dem Differenzverfahren	21
A.1 Allgemeines	21
A.2 TIC-Bestimmung (Differenzverfahren)	21
A.2.1 Reagenzien	21
A.2.2 Probenahme	22
A.2.3 TIC-Bestimmung	22
A.2.4 Berechnung des TIC	22
A.3 TC-Bestimmung (Differenzverfahren)	22
A.4 Berechnung des TC	23
A.5 Berechnung des TOC	23
A.6 Analysenbericht	23
Anhang B (informativ) Verfahrenskenndaten für TOC oder DOC und TN_b oder DN_b	24
Anhang C (informativ) Alternative Detektionstechniken für TN_b und DN_b	26
C.1 Allgemeines	26
C.2 Elektrochemischer Detektor	26
C.3 IR-Detektor	26
Literaturhinweise	27

Bilder

Bild 1 — Beispiele für Konfigurationen von Hochtemperatur-Verbrennungssystemen mit Detektoren zur Bestimmung von A: TOC oder DOC, B: DN_b oder TN_b, C: TOC und TN_b bzw. DOC und DN_b	15
---	-----------

Tabellen

Tabelle B.1 — Verfahrenskennndaten TOC und DOC	24
Tabelle B.2 — Verfahrenskennndaten TN_b und DN_b	25

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 20236:2023) 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 20236:2021 ersetzen.

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/DIS 20236:2023 wurde von CEN als prEN ISO 20236:2023 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

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).

ISO verweist auf die Möglichkeit, dass die Umsetzung dieses Dokuments die Verwendung von (einem) Patent(en) bedeuten kann. ISO nimmt keine Stellung zur Rechtmäßigkeit, Gültigkeit oder Anwendbarkeit diesbezüglich geltend gemachter Patentrechte. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokuments hatte ISO keine Mitteilung zu (einem) Patent(en) erhalten, das/die zur Umsetzung dieses Dokuments erforderlich ist/sind. Umsetzer werden jedoch darauf hingewiesen, dass dies unter Umständen nicht der aktuelle Informationsstand ist. Dieser kann der Patentdatenbank entnommen werden, die unter www.iso.org/patents verfügbar ist. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

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*, in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 230, Wasseranalytik, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 20236:2018), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- die Ergebnisse müssen nicht mehr mit einem HT-Präfix/Suffix angegeben werden, um die Hochtemperaturverfahren zu kennzeichnen; die Indizes wurden entfernt;
- Aktualisierung der Normativen Verweisungen;
- Aufnahme des Abschnitts „Analysenbericht“ (A.6), um auf den Unterschied des Differenzverfahrens mit dem Standardverfahren zu verweisen, obligatorisch;
- Erweiterung des Verfahrens um die Anwendung von Einkomponenten-Standardkalibrierlösungen, z. B. auf der Basis von Ammoniumsulfat oder Kaliumnitrat;

- Entwurf -

E DIN EN ISO 20236:2023-10 prEN ISO 20236:2023 (D)

- die allgemeine Erweiterung des Verfahrens zur Bestimmung von Konzentrationen <1 mg/l von C und N ist möglich, abhängig von den gewählten Gerätebedingungen und der Anwendung einer geeigneten Kalibrierung;
- redaktionell überarbeitet.

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. Die Abkürzungen TOC, DOC, TN_b, DN_b, TC und TIC beziehen sich auf die nach dem Hochtemperaturverfahren ermittelten Werte.

Einzelheiten zum Validierungsringversuch mit Verfahrenskennndaten für TOC oder DOC und TN_b oder DN_b, alle nach ISO 20236 mittels Hochtemperaturverfahren bestimmt, 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 Fach-einrichtungen 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), die in Form von freiem Ammoniak, Ammonium, Nitrit, Nitrat vorliegen oder in organischen Verbindungen, die unter den beschriebenen Bedingungen in Stickstoffoxide umgewandelt werden können. Das Analysenverfahren wird automatisiert durchgeführt.

ANMERKUNG Grundsätzlich kann das Verfahren für die Bestimmung des gesamten Kohlenstoffs (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. In Abhängigkeit des eingesetzten Geräts können bei Anwendung einer geeigneten Kalibrierung Konzentrationen < 1 mg/l bestimmt werden.

Bei Proben, die flüchtige organische Verbindungen enthalten (z. B. Industrieabwasser), kann die Anwendung des Differenzverfahrens in Betracht gezogen werden, siehe Anhang A.

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

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 method — Part 1: 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

Benennung

Text der Definition

3.3

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 wird CO₂, das nur von Carbonaten und Hydrogencarbonaten und gelöstem Kohlendioxid herrührt.

3.4

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 generell organische Verbindungen in Wasser, die unter den Bedingungen des Verfahrens nicht austreibbar sind, auch bekannt als nicht-ausblasbarer organischer Kohlenstoff (NPOC, en: non-purgeable organic carbon).

3.5

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

3.6

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

3.7

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

3.8

Chemolumineszenz

Emission von Licht durch ein Atom oder Molekül, das sich infolge einer chemischen Reaktion in einem angeregten Zustand befindet

3.9

Berichtsbestimmungsgrenze

spezifische Konzentration größer oder gleich der Bestimmungsgrenze, die dem Kunden mit einem bestimmten Vertrauensbereich berichtet wird

4 Grundlage des Verfahrens

Thermisch-katalytischer Aufschluss des organischen Kohlenstoffes sowie anorganischen und organischen Stickstoff enthaltenden Probe in einer sauerstoffhaltigen Atmosphäre bei $\geq 680^\circ\text{C}$ für die Bestimmung von TOC oder DOC und bei $\geq 720^\circ\text{C}$ 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 $> 680^\circ\text{C}$ oder gesintertes Aluminiumoxid für Temperaturen um $1\,200^\circ\text{C}$, entsprechend den Angaben 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 Chemolumineszenzdetektion (CLD) (alternative Detektion siehe Anhang C).

Dieses Dokument 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. Wiederholbestimmungen 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.

Suspendierte 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- bzw. TN_b -Ergebnis für die Probe erhalten werden.

5.2 TOC oder DOC

In der Probe vorhandener anorganischer Kohlenstoff (z. B. CO_2 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 organischem 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.

ANMERKUNG Der Begriff „hohe Belastung“ kann nicht quantifiziert werden, da er im Allgemeinen z. B. von den Eigenschaften der Probenmatrix, der verwendeten Geräte oder dem gewählten Arbeitsbereich abhängen kann.

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. In diesem Fall kann ein Einkomponenten-Standard (Ammoniumsulfat oder Kaliumnitrat) verwendet werden.

Die Verwendung von Schwefelsäure zur Probenkonservierung oder -ansäuerung kann zu reduzierten TN_b/DN_b-Ergebnissen führen. In diesem Fall werden die Kalibrierstandards nicht auf die gleiche Weise angesäuert wie die Proben.

6 Reagenzien

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

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

ANMERKUNG Es ist nicht notwendig, Zellulose vor der Verwendung zu trocknen.

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.

Bei der gleichzeitigen Bestimmung von TN_b und TOC kann die Stammlösung 6.5 oder eine geeignete Mischung der 1 000 mg/l TOC- und TN_b-Stammlösungen (6.5 oder 6.8.2 mit 6.9.3.1 oder 6.9.3.2 oder 6.9.3.3) für die Herstellung von Standard-, Kalibrier- und Systemkontrolllösungen 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, $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$.

6.3 Salzsäure, $w(\text{HCl}) = 30 \text{ \% bis } 32 \text{ \%}$.

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

6.5 TOC- und TN_p-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 jeweiligen 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 bzw. 10 mg/l.