

ILNAS

Institut luxembourgeois de la normalisation
de l'accréditation, de la sécurité et qualité
des produits et services

ILNAS-EN ISO 15681-1:2004

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtposphor mittels Fließanalytik (FIA und CFA) - Teil 1: Verfahren mittels

Qualité de l'eau - Dosage des
orthophosphates et du phosphore total
par analyse en flux (FIA et CFA) - Partie 1:
Méthode par analyse avec injection en

Water quality - Determination of
orthophosphate and total phosphorus
contents by flow analysis (FIA and CFA) -
Part 1: Method by flow injection analysis

12/2004

010011010010110010 0011010010110100101001110100111
010011010010110: 0101001101001011010010100111110101010



Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm EN ISO 15681-1:2004 wurde als luxemburgische Norm ILNAS-EN ISO 15681-1:2004 übernommen.

Alle interessierten Personen, welche Mitglied einer luxemburgischen Organisation sind, können sich kostenlos an der Entwicklung von luxemburgischen (ILNAS), europäischen (CEN, CENELEC) und internationalen (ISO, IEC) Normen beteiligen:

- Inhalt der Normen beeinflussen und mitgestalten
- Künftige Entwicklungen vorhersehen
- An Sitzungen der technischen Komitees teilnehmen

<https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html>

DIESES WERK IST URHEBERRECHTLICH GESCHÜTZT

Kein Teil dieser Veröffentlichung darf ohne schriftliche Einwilligung weder vervielfältigt noch in sonstiger Weise genutzt werden - sei es elektronisch, mechanisch, durch Fotokopien oder auf andere Art!

ICS 13.060.50

Deutsche Fassung

**Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Orthophosphat und
Gesamthosphor mittels Fließanalytik (FIA und CFA) - Teil 1:
Verfahren mittels Fließinjektionsanalyse (FIA) (ISO 15681-
1:2003)**

Water quality - Determination of orthophosphate and total
phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA) - Part
1: Method by flow injection analysis (FIA) (ISO 15681-
1:2003)

Qualité de l'eau - Dosage des orthophosphates et du
phosphore total par analyse en flux (FIA et CFA) - Partie 1:
Méthode par analyse avec injection en flux (FIA) (ISO
15681-1:2003)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 21. Dezember 2004 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Störungen	5
3.1 Allgemeine Störungen	5
3.2 Störungen bei der Bestimmung von Gesamtphosphor	6
4 Grundlage des Verfahrens	6
4.1 Bestimmung von Orthophosphat	6
4.2 Gesamtphosphor nach manuellem Aufschluss	6
5 Reagenzien	6
6 Geräte	10
7 Probenahme und Probenvorbereitung	10
8 Durchführung	11
8.1 Analysenvorbereitung	11
8.2 Systemprüfung	11
8.3 Kontrolle des Reagenzienblindwerts	11
8.4 Kalibrierung	11
8.5 Kontrolle der Aufschluss-Wirksamkeit für die Gesamtphosphor-Bestimmung	12
8.6 Messung	12
8.7 Abschließende Maßnahmen	12
9 Berechnung der Ergebnisse	12
10 Angabe der Ergebnisse	13
11 Analysenbericht	13
Anhang A (informativ) Beispiel für ein FIA-System	14
Anhang B (informativ) Verfahrenskennndaten	15
Anhang C (informativ) Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtphosphor mit der FIA nach Ascorbinsäure-Reduktion	17
Anhang D (informativ) Ersatz von Hydrazinsulfat durch DEHA (N,N-Diethylhydroxylamin)	23
Literaturhinweise	24

Vorwort

Der Text von ISO 15681-1:2003 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Wasserbeschaffenheit“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 15681-1:2004 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juni 2005, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 2005 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm ISO 15681-1:2003 wurde von CEN als EN ISO 15681-1:2004 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Die Reihe von ISO 15681 enthält folgende Teile, alle unter dem allgemeinen Titel „Water quality — Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA)“:

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

Einleitung

Verfahren unter Verwendung von Fließanalytik automatisieren nasschemische Verfahren und sind besonders geeignet zur Untersuchung vieler Analyten in Wasser in großen Probenserien und bei hoher Analysenfrequenz.

Die Analyse kann mit Hilfe der Fließinjektionsanalyse (FIA) [1], [2] oder mit der kontinuierlichen Durchflussanalyse (CFA) [3] vorgenommen werden. Beide Verfahren besitzen den Vorteil des automatischen Dosiersystems in ein Fließsystem (Manifold), in dem der in der Probe enthaltene Analyt beim Durchgang durch das Manifold mit der Reagenzlösung reagiert. Die Probenvorbereitung kann in das Manifold integriert werden. Das Reaktionsprodukt wird in einem Durchflussdetektor (z. B. einem Durchflussphotometer) gemessen. Dieser Teil von ISO 15681 enthält das FIA-Verfahren.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

WARNUNG — Anwender dieses Teils von ISO 15681 sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieser Teil von ISO 15681 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. Lösungsreste von Molybdat und Ammonium sollten in geeigneter Weise entsorgt werden. Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach diesem Teil von ISO 15681 Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 15681 legt ein Fließinjektionsanalyseverfahren (FIA) für die Bestimmung von Orthophosphat in Massenkonzentrationen von 0,01 mg/l bis 1,0 mg/l P und Gesamtphosphor nach manuellem Aufschluss nach ISO 6878, [5], [6] für Massenkonzentrationen von 0,1 mg/l bis 10 mg/l P fest. Der Anwendungsbereich kann durch Veränderung der Betriebsbedingungen variiert werden.

Dieser Teil von ISO 15681 ist auf unterschiedliche Wässer anwendbar (wie Grund-, Trink-, Oberflächenwasser, Eluate und Abwasser).

Das Verfahren kann auch auf Meerwasser angewandt werden, jedoch unter Änderung der Empfindlichkeit; die Träger- und Bezugslösungen müssen an die Salinität der Probe angepasst 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, *Water for analytical laboratory use — Specifications and test methods*

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

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

ISO 5667-3, *Water quality — Sampling — Part 3: Guidance on the preservation and handling of water samples*

ISO 6878¹⁾, *Water quality — Determination of phosphorus — Ammonium molybdate spectrometric method*

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

3 Störungen

3.1 Allgemeine Störungen

ISO 6878, Anhang B, enthält eine Liste allgemeiner Störungen. Zusätzlich, oder im Gegensatz zu der zitierten Norm, gelten die folgenden Empfehlungen:

- a) Arsenat verursacht erhebliche Störungen. 100 µg/l As als Arsenat täuschen etwa 30 µg/l P vor.
- b) Die Störung durch Silicat kann vernachlässigt werden, wenn der Gehalt an Silicat die Konzentration an Phosphor um nicht mehr als das 60fache übertrifft.
- c) Die Störung durch Fluorid ist oberhalb 50 mg/l signifikant.
- d) Eine Störung durch Nitrit ist oberhalb einer Konzentration von 5 mg/l bemerkbar. Die Störung kann durch Ansäuern der Probe nach der Probenahme eliminiert werden.

1) Noch zu veröffentlichen.