

---

---

**Nemške standardne metode za preiskavo vode, odpadne vode in blata –  
Splošna informacija (skupina A) – 30. del: Priprava, homogenizacija in  
aliquotacija nehomogenih vzorcev vode (A 30)**

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung  
– Allgemeine Angaben (Gruppe A) – Teil 30: Vorbehandlung, Homogenisierung  
und Teilung heterogener Wasserproben (A 30)

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

SIST DIN 38402-30:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03222407-782a-4d9f-bb58-78638023ea1b/sist-din-38402-30-2015>

## NACIONALNI UVOD

Standard SIST DIN 38402-30 ((sl),de), Nemške standardne metode za preiskavo vode, odpadne vode in blata – Splošna informacija (skupina A) – 30. del: Priprava, homogenizacija in alikvotacija nehomogenih vzorcev vode (A 30), 2015, ima status slovenskega standarda in je enakovreden nemškemu standardu DIN 38402-30 (de), Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Allgemeine Angaben (Gruppe A) – Teil 30: Vorbehandlung, Homogenisierung und Teilung heterogener Wasserproben (A 30), 1998.

## NACIONALNI PREDGOVOR

Nemški standard DIN 38402-30:1998 je pripravil tehnični odbor Nemškega inštituta za standardizacijo DIN NA 005-01-13 AA.

Slovenski standard SIST DIN 38402-30:2015 je z metodo ponatisa z nacionalnim predgovorom privzet nemški standard DIN 38402-30:1998.

Odločitev za privzem tega standarda po metodi ponatisa z nacionalnim predgovorom je 8. januarja 2015 sprejel SIST Strokovni svet za splošno področje.

## ZVEZE S STANDARDI

S privzemom tega nemškega standarda veljajo za omejeni namen referenčnih standardov vsi standardi, navedeni v izvorniku, razen tistih, ki so že sprejeti v nacionalno standardizacijo:

- SIST DIN 38409-9:2015 Nemške standardne metode za preiskavo vode, odpadne vode in blata – Splošni ukrepi učinkov in substanc (skupina H) – Določevanje usedlin z volumnom vode in odpadno vodo (H9)
- SIST EN 1484:1998 Kakovost vode – Navodila za določevanje celotnega organskega ogljika (TOC) in raztopljenega organskega ogljika (DOC)
- SIST EN 1899-1:2000 Kakovost vode – Določevanje biokemijske potrebe po kisiku po n dneh (BPK<sub>n</sub>) – del 1: Metoda razredčenja in cepljenja z dodatkom alitiiosečnine (ISO 5815:1989, spremenjen)
- SIST EN ISO 5961:1996 Kakovost vode – Določanje kadmija z atomsko absorpcijsko spektrometrijo (ISO 5961:1994)

## OSNOVA ZA IZDAJO STANDARDARDA

- privzem standarda DIN 38402-30:1998

## OPOMBI

- Povsod, kjer se v besedilu standarda uporablja izraz “nemški standard”, v SIST DIN 38402-30:2015 to pomeni “slovenski standard”.
- Uvod in nacionalni predgovor nista sestavni del standarda.

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung

**Allgemeine Angaben (Gruppe A)**

Teil 30: Vorbehandlung, Homogenisierung und Teilung heterogener Wasserproben (A 30)

**DIN****38402-30**

ICS 13.060.30

Ersatz für Ausgabe 1986-07

Deskriptoren: Einheitsverfahren, Wasseruntersuchung, Homogenisierung, Probenvorbehandlung

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge — General information (group A) — Part 30: Pretreatment, homogenization and aliquotation of non-homogeneous water samples (A 30)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des boues — Informations générales (groupe A) — Partie 30: Prétraitement, homogénéisation et aliquotation des échantillons d'eau non-homogènes (A 30)

**Vorwort**

Diese Norm wurde gemeinsam mit der Fachgruppe Wasserchemie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker aufgestellt (siehe Anhang A).

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

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

Zu DIN 38402 „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A)“ gehören weitere Teile. Eine Übersicht der Gruppen A bis T der „Deutschen Einheitsverfahren“ enthält Anhang A.

Anhang A ist informativ.

**Änderungen**

Gegenüber der Ausgabe Juli 1986 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- Anwendungsbereich auf Volumina bis 30 l erweitert;
- Einschränkung auf die Probenvorbehandlung zur nachfolgenden CSB-Bestimmung ist entfallen;
- Norm-Inhalt an die technische Weiterentwicklung angepaßt.

**Frühere Ausgaben**

DIN 38402-30: 1986-07

Fortsetzung Seite 2 bis 16

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

## 1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für das einheitliche Vorgehen bei der Vorbehandlung, der Homogenisierung und Teilung heterogener Wasserproben mit einem Volumen bis 30 l.

In Anwesenheit von Schwimmstoffen ist eine repräsentative Probenteilung und Homogenisierung nach diesem Verfahren nicht immer sichergestellt. Das Verfahren gilt nicht für Wasserproben, in denen mehrere Flüssigphasen enthalten sind (siehe Abschnitt 5).

Die Norm ist nicht anwendbar bei Bestimmungen, bei denen die Konzentration des Analyten durch die Probenvorbereitung verändert wird, z. B. bei der Bestimmung von gelösten Gasen oder flüchtigen Verbindungen.

## 2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 12039

Laborgeräte aus Glas — Weithals-Standflaschen mit Kegelschliff und Stopfen

DIN 12331

Laborgeräte aus Glas — Becher

DIN 12380

Laborgeräte aus Glas — Erlenmeyerkolben, enghalsig

DIN 12650-3

Mechanische, physikalische und elektrische Laborgeräte — Volumenmeßgeräte mit Hubkolben — Dispenser

DIN 12691

Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten mit einer Marke, schnellablaufend, Wartezeit 15 Sekunden, Klasse AS

DIN 38402-11

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 11: Probenahme von Abwasser (A 11)

DIN 38402-12

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme aus stehenden Gewässern (A 12)

DIN 38402-13

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme aus Grundwasserleitern (A 13)

- DIN 38402-14  
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme von Rohwasser und Trinkwasser (A 14)
- DIN 38402-15  
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme aus Fließgewässern (A 15)
- DIN V 38402-17  
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme von fallenden, nassen Niederschlägen in flüssigem Aggregatzustand (A 17)
- DIN 38402-18  
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme von Wasser aus Mineral- und Heilquellen (A 18)
- DIN 38402-19  
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Probenahme von Schwimm- und Badebeckenwasser (A 19)
- DIN 38402-42  
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Ringversuche, Auswertung (A 42)
- DIN 38405-13  
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Anionen (Gruppe D) — Bestimmung von Cyaniden (D 13)
- DIN 38409-2  
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H) — Bestimmung der abfiltrierbaren Stoffe und des Glührückstandes (H 2)
- DIN 38409-9  
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Summarische Wirkungs- und Stoffkenngröße (Gruppe H) — Bestimmung des Volumenanteils der absetzbaren Stoffe im Wasser und Abwasser (H 9)
- DIN 38409-41  
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H) — Bestimmung des Chemischen Sauerstoffbedarfs (CSB) im Bereich über 15 mg/l (H 41)
- DIN 38412-31  
Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L) — Bestimmung der nicht akut giftigen Wirkung von Abwasser gegenüber Fischen über Verdünnungsstufen (L 31)

## DIN EN 1189

Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Phosphor — Photometrisches Verfahren mittels Ammoniummolybdat; Deutsche Fassung EN 1189 : 1996 (D 11)

## DIN EN 1483

Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Quecksilber; Deutsche Fassung EN 1483 : 1997 (E 12)

## DIN EN 1484

Wasseranalytik — Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC); Deutsche Fassung EN 1484 : 1997 (H 3)

## E DIN EN 1899-1 : 1995-07

Wasseranalytik — Bestimmung des Biochemischen Sauerstoffbedarfs nach n Tagen ( $BSB_n$ ) — Teil 1: Verdünnungs- und Impfverfahren mit Zugabe von Allylthioharnstoff; Deutsche Fassung prEN 1899-1 : 1995

## DIN EN 1485

Wasserbeschaffenheit — Bestimmung adsorbierbarer organisch gebundener Halogene (AOX); Deutsche Fassung EN 1485 : 1996 (H 14)

## DIN EN ISO 5961

Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Cadmium durch Atomabsorptionsspektrometrie (ISO 5961); Deutsche Fassung EN ISO 5961 : 1995 (E 19)

- [1] W. Funk, V. Damman, G. Donnevert: Qualitätssicherung in der Analytischen Chemie. VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim 1992

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

### 3 Definitionen

Für die Anwendung dieser Norm gelten die folgenden Definitionen:

#### 3.1 heterogene Wasserprobe SIST DIN 38402-30:2015

Wasserprobe, die ungelöste Stoffe enthält. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03222407-782a-4d9f-bb58-78638023ea1b/sist-din-38402-30-2015>

#### 3.2 Probenvorbereitung (einer heterogenen Wasserprobe)

Sämtliche Arbeitsschritte zur Herstellung der meßfertigen Probe: Vorbehandlung, Homogenisierung und Teilung heterogener Wasserproben sowie gegebenenfalls Konservieren, Aufschließen, Anreichern und Verdünnen.

#### 3.3 Probenvorbereitung (einer heterogenen Wasserprobe)

Die Entfernung nicht homogenisierbarer Bestandteile.

#### 3.4 Homogenisierung einer Wasserprobe

Die Behandlung einer heterogenen Wasserprobe mit dem Ziel der gleichmäßigen Verteilung von gelösten und ungelösten Bestandteilen unter Anwendung eines definierten Verfahrens.

ANMERKUNG: Definiertes Verfahren siehe Abschnitt 8.

### 3.5 Probenteilung

#### 3.5.1 Aufteilung (einer Probe)

Teilung einer Probe in mehrere, nicht exakt abgemessene Teilproben.

#### 3.5.2 Aliquotierung (einer Probe)

Entnahme von genau abgemessenen Anteilen (Aliquoten) aus der ursprünglichen Probe, einer Teilprobe oder einer daraus hergestellten Verdünnung.

## 4 Grundlagen

Die Wasserprobe wird unter Berücksichtigung der Festlegungen zur Probenahme in DIN 38402-11 bis DIN 38402-19 entnommen und am Probenahmeort oder im Laboratorium unter definierten Bedingungen nach Abschnitt 8 homogenisiert und geteilt.

## 5 Störungen

### 5.1 Allgemeine Störungen

In Anwesenheit von Flüssigkeiten, die mit Wasser nicht ausreichend mischbare Mehrphasensysteme bilden, ist eine repräsentative Probenahme, Probenteilung und -homogenisierung nicht möglich.

Ist die nichtwäßrige Phase ohne Beeinträchtigung der wäßrigen Phase (Mitreißeffekte z. B. von ungelösten Stoffen) nicht abzutrennen, so ist eine weitere Behandlung nach diesem Verfahren nicht möglich. Bei trennbaren Mehrphasensystemen kann die wäßrige Phase abgetrennt und gesondert untersucht werden. Das hierbei erhaltene Analyseergebnis ist jedoch nicht repräsentativ für die gesamte Wasserprobe (Hinweis im Analysenprotokoll).

### 5.2 Störungen bei der Homogenisierung und Probenteilung

Ungelöste Stoffe mit deutlich höherer Dichte als Wasser (z. B. Sand und Kies) setzen sich sehr schnell ab und werden üblicherweise nicht miterfaßt. Leichtflüchtige Stoffe können ausgasen; dies kann zu Minderbefunden führen. Ungelöste Stoffe können die Pipettenöffnung oder Entnahmeventile ganz oder teilweise verstopfen; hierdurch kann ein unerwünschter Filtriereffekt eintreten.

## 6 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Vorbehandlung, Homogenisierung und Teilung heterogener Wasserproben (A 30):

Verfahren DIN 38402 — A 30

## 7 Geräte

Alle benötigten Geräte sind sauber, fett- und staubfrei zu verwenden.

Laborübliche Behälter aus Glas oder Kunststoff verschiedener Volumina (höchstens 30 l):

- Standflaschen, z. B. Standflasche DIN 12039 — W 250-G;
- Erlenmeyerkolben, z. B. Kolben DIN 12380 EE 250;

- Bechergläser, z. B. Becher DIN 12331 — H 250;
- Magnetrührwerk, regelbar, mit Magnetrührstab geeigneter Länge;
- Rührmotor, regelbar, mit Flügelrührern;
- Ultraschallbad (z. B. Nennleistung 240 W);
- Ultraschallsonde;
- Aufschlaggerät<sup>1)</sup>, geeignet für Umdrehungsfrequenzen bis 20 000 min<sup>-1</sup>;
- Vollpipetten, Nennvolumen 10 ml, 20 ml und 50 ml, z. B. Vollpipetten nach DIN 12691 — VPAS 10;
- Dispenser, Nennvolumen 20 ml, z. B. Dispenser nach DIN 12650-3.

## 8 Durchführung

### 8.1 Probenvorbehandlung

- Die Wasserprobe auf nicht homogenisierbare Inhaltsstoffe (siehe Abschnitt 5) prüfen
- Für die Wasserprobe nicht repräsentative Stoffe (z. B. Pflanzenteile, Wasserorganismen) entfernen

### 8.2 Homogenisierungstechniken

#### 8.2.1 Homogenisierung durch Schütteln

Probenvolumina < 5 l dürfen von Hand aufgeschüttelt werden, vorausgesetzt, daß eine ausreichende Durchmischung sichergestellt ist.

#### 8.2.2 Homogenisierung mittels Rührer

Als Rührer dürfen Magnetrührer oder Flügelrührer verwendet werden.

- Bei Verwendung von Flügelrührern berücksichtigen, daß die Flügel ausreichend groß sind und möglichst tief eintauchen
- Bei Verwendung von Magnetrührern ausreichende Größe des Magnetrührstabes berücksichtigen (etwa 1/3 des Gefäßdurchmessers); in einigen Fällen hat sich der Einsatz von Magnetrührstäben mit seitlich angesetzten Scheiben als vorteilhaft erwiesen
- Die Rührfrequenz so einstellen, daß sich ein Trichter bildet, der etwa 10% der Flüssigkeitshöhe beträgt; in manchen Fällen ist es sinnvoll, die Rührrichtung in kurzen Abständen zu wechseln („Wechselrühren“); in Ausnahmefällen darf zur Aufteilung der Probe vor Ort von Hand gerührt werden

#### 8.2.3 Homogenisierung mittels Ultraschallbad

- Probengefäße abgedeckt in das Bad stellen, Füllhöhe des Badwassers etwa auf Füllhöhe der Probengefäße einstellen
- Ausreichende Leistung und Homogenisierungsdauer berücksichtigen (z. B. bei 240 W Nennleistung etwa 10 min homogenisieren)
- Berücksichtigen, daß sich die Probe erwärmen kann, gegebenenfalls kühlen

<sup>1)</sup> Über Bezugsquellen gibt Auskunft: Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im DIN, 10772 Berlin.



Die Behandlung im Ultraschallbad führt bei einigen Proben nicht zu einer Homogenisierung, sondern nur zur Zerkleinerung ungelöster Stoffe. In diesen Fällen muß vor oder während der Probenteilung die Homogenisierung durch Schütteln oder Rühren herbeigeführt werden.

#### **8.2.4 Homogenisierung mittels Ultraschallsonde**

- Die für das zu homogenisierende Volumen entsprechend dimensionierte Sonde (Herstellerangaben) in das Probengefäß eintauchen
- Die Probe eine dem Volumen angemessene Zeit homogenisieren, (z. B. 100 ml Probe mit 350 W 60 s beschallen)
- Berücksichtigen, daß sich die Probe erwärmen kann, gegebenenfalls kühlen

#### **8.2.5 Homogenisierung mittels Aufschlaggerät (Dispergiergerät)**

- Das dem zu homogenisierenden Volumen angepaßte Dispergierwerkzeug (Herstellerangabe) in das Probengefäß eintauchen
  - Die Probe eine dem Volumen angemessene Zeit homogenisieren (z. B. 500 ml bei  $20\,000\text{ min}^{-1}$  60 s)
  - Berücksichtigen, daß sich die Probe erwärmen kann, gegebenenfalls kühlen
- Durch starkes Aufschäumen oder Flotation von ungelösten Stoffen können die Ergebnisse verfälscht werden.

### **8.3 Probenteilung**

#### **8.3.1 Allgemeines**

Die Auswahl der Homogenisierungsverfahren richtet sich nach dem Ausgangsvolumen der Probe, der Größe, Art und Menge der Partikel und den zu bestimmenden Parametern.

Um die Streuung der Analysenwerte so klein wie möglich zu halten, ist das zur Analyse verwendete Teilprobenvolumen so groß wie möglich zu wählen.

Tabelle 1 gibt eine Übersicht, welche Kombinationen möglich bzw. zu bevorzugen sind.

#### **8.3.2 Aufteilung**

In der Regel ist hierfür die Homogenisierung durch Schütteln (siehe 8.2.1) oder Rühren (siehe 8.2.2) anzuwenden.

Die Teilproben werden während oder unmittelbar nach der Homogenisierung entnommen.

#### **8.3.3 Aliquotierung**

Proben bzw. Teilproben dürfen nur dann von Hand aufgeschüttelt (siehe 8.2.1) werden, wenn auch während der Aliquotenentnahme eine ausreichende Durchmischung sichergestellt ist.

Im übrigen ist die Homogenisierung mittels Rührer (siehe 8.2.2) in der Regel ausreichend. Falls die Probe auch nach längerem Rühren sichtbar inhomogen bleibt, muß die Probe unter Beachtung der unten gegebenen Hinweise mit anderen Homogenisierungstechniken behandelt werden. Dabei sollte die