DIN 38409-59:2022-10 (D)

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H) - Teil 59: Bestimmung von adsorbierbarem organisch gebundenem Fluor, Chlor, Brom und Iod (AOF, AOCl, AOBr, AOI) mittels Verbrennung und nachfolgender ionenchromatographischer Messung (H 59)

Inhalt

Seite

Vorwort ... 9

Einleitung ... 11

1 Anwendungsbereich ... 12

2 Normative Verweisungen ... 12

3 Begriffe ... 13

4 Störungen ... 14
4.1 Störungen bei der Anreicherung ... 14
4.2 Störungen bei der Verbrennung ... 14
4.3 Störungen der Ionenchromatograhie ... 15

5 Grundlage des Verfahrens ... 15

6 Bezeichnung ... 15

7 Reagenzien und Gase ... 16
7.1 Allgemeines ... 16
7.2 Wasser, mit einem spezifischen elektrischen Widerstand ≥ 18 MΩ cm (25 °C). ... 16
7.3 Reagenzien für die Probestabilisierung und -vorbehandlung. ... 16
7.4 Reagenzien und Gase für die Anreicherung, Verbrennung und Absorption ... 16
7.4.1 Aktivkohle mit einer Iodzahl > 1 050 mg/g. ... 16
7.4.2 Natriumnitrat, $NaNO_3$. ... 17
7.4.3 Ethanol, C_2H_5OH, absolut. ... 17
7.4.4 Standardlösungen für die Prüfung über das Gesamtverfahren nach Abschnitt 11 ... 17
7.4.5 Verdünnungswasser und Blindwertlösung für die Ermittlung des AOF-Gesamtblindwerts ... 17
7.4.6 Salpetersaures Verdünnungswasser und Blindwertlösung für die Ermittlung der AOCl-, AOBr- und AOI-Gesamtblindwerte ... 18
7.4.7 Sauerstoff, oder ein Gemisch aus Sauerstoff und Inertgas (z. B. Argon) ... 18
7.4.8 Absorptionslösung für die Verbrennungsgase ... 18
7.5 Reagenzien für die Ionenchromatographie ... 18
7.5.1 Eluenten ... 18
7.5.2 Natriumcarbonat, Na_2CO_3 ... 18
7.5.3 Fluorid-, Chlorid-, Bromid- und Iodid-Stammlösungen, jeweils $\rho = 1\,000$ mg/l. ... 19
7.5.4 Fluorid-, Chlorid-, Bromid- und Iodid-Kalibrierlösungen ... 19
7.5.5 Interner Standard ... 20
7.5.6 Blindwertlösung für die Ionenchromatographie ... 20

8 Geräte und Materialien ... 20

9 Probenahme und Probenvorbereitung ... 23
9.1 Allgemeines ... 23
9.2 Probenahme für die AOF-Bestimmung ... 24
9.3 Probenahme für die AOCl-, AOBr- und AOI-Bestimmung ... 24
9.4 Weitere Vorgehensweise Probenvorbereitung ... 24
9.4.1 AOF-Bestimmung ... 24

9.4.2 AOCl-, AOBr- und AOI-Bestimmung ... 24

10 Durchführung ... 25
10.1 Vortests ... 25
10.2 Homogenisieren ... 25
10.3 Konditionierung der Proben ... 25
10.3.1 Allgemeines ... 25
10.3.2 Analysenproben für die AOF-Bestimmung ... 25
10.3.3 Analysenproben für die AOCl-, AOBr- und AOI-Bestimmung ... 25
10.4 Adsorption an Aktivkohle ... 26
10.4.1 Allgemeines ... 26
10.4.2 Waschen der Aktivkohle für die AOF-Bestimmung ... 26
10.4.3 Waschen der Aktivkohle für die AOCl-, AOBr-, AOI-Bestimmung ... 26
10.5 Weitere Vorgehensweise ... 26
10.6 Blindwertbestimmung ... 26
10.6.1 AOF-Blindwertbestimmung ... 26
10.6.2 AOCl-, AOBr- und AOI-Blindwertbestimmung ... 27
10.7 Berücksichtigung der Matrixbeiträge zu AOF, AOCl, AOBr, AOI ... 27
10.8 Betrieb des Ionenchromatographie-Systems ... 27
10.8.1 Allgemeines ... 27
10.8.2 Kalibrierung ... 27
10.8.3 Messung ... 27
10.8.4 Prüfen der Ionenchromatographie ... 28
10.9 Verbrennung und Absorption ... 28
10.10 Messung der Absorptionslösung ... 28

11 Prüfung des Gesamtverfahrens ... 29
11.1 Erstprüfung ... 29
11.2 Nutzungstägliche Prüfung ... 29
11.3 Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption ... 29

12 Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse ... 29

13 Berechnung ... 29

14 Angabe der Ergebnisse ... 31

15 Analysenbericht ... 31

16 Verfahrenskenndaten ... 31

Anhang A (normativ) Bestimmung des adsorbierbaren organisch gebundenen Fluors (AOF) ... 32
A.1 Anwendbarkeit ... 32
A.2 Mitgeltende Normen ... 32
A.3 Störungen ... 32
A.4 Grundlage des Verfahrens ... 32
A.5 Reagenzien ... 32
A.5.1 4-Fluorbenzoesäure, $C_7H_5FO_2$, Reinheit 99 % ... 32
A.5.2 AOF-Standardlösungen ... 32
A.5.3 AOF-Kontrolllösungen für die Prüfung über das Gesamtverfahren nach Abschnitt 11 ... 33
A.6 Geräte und Materialien ... 33
A.7 Probenahme und Probenvorbereitung ... 33
A.8 Durchführung ... 33
A.8.1 Erstprüfung ... 33
A.8.2 Nutzungstägliche Prüfung des Gesamtverfahrens ... 33
A.8.3 Blindwertbestimmung ... 33
A.9 Messung der Absorptionslösung ... 33
A.10 Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption ... 34
A.11 Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse ... 34
A.12 Berechnung ... 34
A.13 Angabe der Ergebnisse ... 34
A.14 Analysenbericht ... 34

Anhang B (normativ) Bestimmung des adsorbierbaren organisch gebundenen Chlors (AOCl) 35
B.1 Anwendbarkeit 35
B.2 Mitgeltende Normen 35
B.3 Störungen 35
B.4 Grundlage des Verfahrens 35
B.5 Reagenzien 35
B.5.1 4-Chlorbenzoesäure, $C_7H_5ClO_2$, Reinheit 99 %. 35
B.5.2 AOCl-Standardlösungen. 35
B.5.3 AOCl-Kontrolllösungen für die Prüfung über das Gesamtverfahren nach Abschnitt 11 36
B.6 Geräte und Materialien 36
B.7 Probenahme und Probenvorbereitung 36
B.8 Durchführung 36
B.8.1 Erstprüfung 36
B.8.2 Nutzungstägliche Prüfung des Gesamtverfahrens 36
B.8.3 Blindwertbestimmung 37
B.9 Messung der Absorptionslösung 37
B.10 Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption 37
B.11 Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse 37
B.12 Berechnung 37
B.13 Angabe der Ergebnisse 37
B.14 Analysenbericht 37

Anhang C (normativ) Bestimmung des adsorbierbaren organisch gebundenen Broms (AOBr) 38
C.1 Anwendbarkeit 38
C.2 Mitgeltende Normen 38
C.3 Störungen 38
C.4 Grundlage des Verfahrens 38
C.5 Reagenzien 38
C.5.1 4-Brombenzoesäure, $C_7H_5BrO_2$, Reinheit 98 %. 39
C.5.2 AOBr-Standardlösungen 39
C.5.3 AOBr-Kontrolllösungen für die Prüfung über das Gesamtverfahren nach Abschnitt 11 39
C.5.4 Wasserstoffperoxid-Lösung, H_2O_2, etwa 30 %, electronic grade. 39
C.5.5 Absorptionslösung, wasserstoffperoxidhaltig, $\rho(H_2O_2) \approx 100$ mg/l. 39
C.6 Geräte und Materialien 39
C.7 Probenahme und Probenvorbereitung 39
C.8 Durchführung 40
C.8.1 Erstprüfung 40
C.8.2 Nutzungstägliche Prüfung des Gesamtverfahrens 40
C.8.3 Blindwertbestimmung 40
C.9 Messung der Absorptionslösung 40
C.10 Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption 40
C.11 Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse 41
C.12 Berechnung 41
C.13 Angabe der Ergebnisse 41
C.14 Analysenbericht 41

Anhang D (normativ) Bestimmung des adsorbierbaren organisch gebundenen Iods (AOI) 42
D.1 Anwendbarkeit 42
D.2 Mitgeltende Normen 42
D.3 Störungen 42
D.4 Grundlage des Verfahrens 42
D.5 Reagenzien 42
D.5.1 4-Iodbenzoesäure, $C_7H_5IO_2$, Reinheit ≥ 98 %. 43
D.5.2 AOI-Standardlösungen 43
D.5.3 AOI-Kontrolllösungen für die Prüfung über das Gesamtverfahren nach Abschnitt 11 43
D.5.4 Wasserstoffperoxid-Lösung, H_2O_2, etwa 30 %, electronic grade. 43
D.5.5 Absorptionslösung, wasserstoffperoxidhaltig, $\rho(H_2O_2) \approx 100$ mg/l. 43
D.6 Geräte und Materialien 43
D.7 Probenahme und Probenvorbereitung 43

D.8 Durchführung ... **44**
D.8.1 Erstprüfung ... **44**
D.8.2 Nutzungstägliche Prüfung des Gesamtverfahrens ... **44**
D.8.3 Blindwertbestimmung ... **44**
D.9 Messung der Absorptionslösung ... **44**
D.10 Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption ... **44**
D.11 Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse ... **44**
D.12 Berechnung ... **45**
D.13 Angabe der Ergebnisse ... **45**
D.14 Analysenbericht ... **45**

Anhang E (informativ) Bestimmung von adsorbierbarem organisch gebundenem Fluor, Chlor, Brom und Iod mit dem Schüttelverfahren (SH-AOF, SH-AOCl, SH-AOBr, SH-AOI) ... **46**
E.1 Anwendbarkeit ... **46**
E.2 Mitgeltende Normen ... **46**
E.3 Störungen ... **46**
E.4 Grundlage des Verfahrens ... **46**
E.4.1 SH-AOF ... **46**
E.4.2 SH-AOCl, SH-AOBr, SH-AOI ... **46**
E.5 Reagenzien ... **46**
E.5.1 Aktivkohle für das Schüttelverfahren, mit einer Korngröße von etwa 10 µm bis 50 µm. ... **46**
E.6 Geräte und Materialien ... **46**
E.6.1 Adsorptionsgerät für das Schüttelverfahren, z. B. verschließbarer Erlenmeyerkolben, z. B. 250 ml, z. B. nach ISO 1773. ... **47**
E.6.2 Mechanisches Schüttelgerät für die Kolben. ... **47**
E.7 Probenahme und Probenvorbehandlung ... **47**
E.8 Durchführung ... **47**
E.8.1 Adsorption ... **47**
E.8.2 Filtration der Aktivkohlesuspension ... **47**
E.8.3 Blindwertbestimmung ... **47**
E.8.4 Verbrennung, Absorption und Messung ... **47**
E.9 Prüfung des Gesamtverfahrens und Erstprüfung ... **47**
E.9.1 Allgemeines ... **47**
E.9.2 Nutzungstägliche Prüfung des Gesamtverfahrens ... **48**
E.10 Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption ... **48**
E.11 Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse ... **48**
E.12 Berechnung ... **48**
E.13 Angabe der Ergebnisse ... **48**
E.14 Analysenbericht ... **48**

Anhang F (informativ) Bestimmung von adsorbierbarem organisch gebundenem Fluor, Chlor, Brom und Iod in Wässern mit hohen Halogenidgehalten nach Festphasenextraktion (SPE-AOF, SPE-AOCl, SPE-AOBr, SPE-AOI) ... **49**
F.1 Anwendbarkeit ... **49**
F.2 Mitgeltende Normen ... **49**
F.3 Störungen ... **49**
F.4 Grundlage des Verfahrens ... **49**
F.4.1 SPE-AOF ... **49**
F.4.2 SPE-AOCl, SPE-AOBr, SPE-AOI ... **49**
F.5 Reagenzien ... **50**
F.5.1 Festphasenmaterial auf Polystyrol-Divinylbenzol-Copolymer Basis ... **50**
F.5.2 Methanol, CH_4O, Reinheit 99,8 %. ... **50**
F.6 Geräte ... **50**
F.6.1 System für die Festphasenextraktion ... **50**
F.7 Probenahme und Probenvorbehandlung ... **50**
F.8 Durchführung ... **50**
F.8.1 Adsorption an Polystyrol-Divinylbenzol-Copolymer ... **50**
F.8.2 Adsorption der wässrig/methanolischen Lösung an Aktivkohle ... **51**
F.8.3 Blindwertbestimmung ... **51**

F.8.4 Verbrennung, Absorption und Messung 51
F.9 Prüfung des Gesamtverfahrens und Erstprüfung 51
F.9.1 Allgemeines 51
F.9.2 Nutzungstägliche Prüfung des Gesamtverfahrens 51
F.10 Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption 51
F.11 Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse 51
F.12 Berechnung 51
F.13 Angabe der Ergebnisse 51
F.14 Analysenbericht 51

Anhang G (normativ) Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption durch Einzelverbrennung der Aktivkohlen aus der Mehrfachbestimmung und getrennte Absorption 52

Anhang H (normativ) Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption durch gemeinsame Verbrennung der Aktivkohlen aus unterschiedlichen Verdünnungsansätzen 53

Anhang I (normativ) Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption durch Adsorption an hintereinandergeschalteter Säulen mit unterschiedlicher Anzahl von Adsorptionssäulen 54

Anhang J (normativ) Berechnung des CIC-AOX$_{(Cl)}$ aus den nach Anhang B, Anhang C und Anhang D addierten AOCl-, AOBr- und AOI-Ergebnissen 55

Anhang K (informativ) Verfahrenskenndaten 56

Literaturhinweise 59

Bilder

Bild 1 — Schematische Darstellung eines Geräts für die Verbrennung mit Hydropyrolyse und gekoppeltem Ionenchromatographen 21

Bild 2 — Schematische Darstellung eines Ionenchromatographie-Systems 22

Bild 3 — Graphische Darstellung der Parameter zur Ermittlung der Peakauflösung *R* 23

Tabellen

Tabelle 1 — Einwaage und Vorbehandlung für die Stammlösungen 19

Tabelle K.1 — Verfahrenskenndaten für AOF 56

Tabelle K.2 — Verfahrenskenndaten für AOCl 57

Tabelle K.3 — Verfahrenskenndaten für AOBr 57

Tabelle K.4 — Verfahrenskenndaten für AOI 58