

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 Ionenchromatographie.....	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 $\geq 18 \text{ M}\Omega \text{ cm}$ (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 $> 1\ 050 \text{ mg/g}$	16
7.4.2 Natriumnitrat, NaNO_3	17
7.4.3 Ethanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 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 $\rho = 1\ 000 \text{ mg/l}$	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 ₇ H ₅ FO ₂ , Reinheit 99 %.....	32
A.5.2	AOF-Standardlösungen.....	32
A.5.3	AOF-Kontrollösungen 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 ₇ H ₅ ClO 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 ₇ H ₅ BrO 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 ₂ O ₂ , etwa 30 %, electronic grade	39
C.5.5 Absorptionslösung, wasserstoffperoxidhaltig, ρ(H ₂ O ₂) ≈ 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 ₇ H ₅ IO 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 ₂ O ₂ , etwa 30 %, electronic grade	43
D.5.5 Absorptionslösung, wasserstoffperoxidhaltig, ρ(H ₂ O ₂) ≈ 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).....		
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).....		
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 ₄ O, 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 Analyseergebnisse	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 <i>R</i>	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