

E DIN 38409-59:2020-11 (D)

Erscheinungsdatum: 2020-10-02

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	7
Einleitung	9
1 Anwendungsbereich.....	9
2 Normative Verweisungen	10
3 Begriffe	10
4 Störungen.....	11
4.1 Störungen bei der Anreicherung.....	11
4.2 Störungen bei der Verbrennung.....	11
4.3 Störungen der Ionenchromatographie	12
5 Grundlage des Verfahrens	12
6 Bezeichnung.....	12
7 Reagenzien und Gase.....	12
7.1 Allgemeines	12
7.2 Wasser, mit einem spezifischen elektrischen Widerstand $\geq 18 \text{ M}\Omega \text{ cm}$ (25 °C)	13
7.3 Reagenzien für die Probestabilisierung und -vorbehandlung	13
7.4 Reagenzien und Gase für die Anreicherung, Verbrennung und Absorption.....	13
7.5 Reagenzien für die Ionenchromatographie	15
7.5.1 Eluenten	15
7.5.2 Natriumcarbonat, Na_2CO_3	15
7.5.3 Fluorid-, Chlorid-, Bromid- und Iodid-Stammlösungen, jeweils $\rho = 1\,000 \text{ mg/l}$	15
7.5.4 Fluorid-, Chlorid-, Bromid- und Iodid-Standardlösungen.....	16
7.5.5 Interner Standard	16
7.5.6 Blindwertlösung für die Ionenchromatographie.....	17
8 Geräte und Materialien	17
9 Probenahme und Probenvorbereitung.....	20
9.1 Probenahme für die AOF Bestimmung.....	20
9.2 Probenahme für die AOCl-, AOBr- und AOI-Bestimmung	20
9.3 Weitere Vorgehensweise Probenvorbereitung.....	20
9.3.1 AOF-Bestimmung.....	20
9.3.2 AOCl, AOBr- und AOI-Bestimmung.....	21
10 Durchführung	21
10.1 Vortests.....	21
10.2 Homogenisieren.....	21
10.3 Konditionierung der Proben	22
10.3.1 Analysenproben für die AOF-Bestimmung	22
10.3.2 Analysenproben für die AOCl-, AOBr- und AOI-Bestimmung.....	22
10.4 Adsorption an Aktivkohle.....	22
10.4.1 Waschen der Aktivkohle für die AOF-Bestimmung.....	22
10.4.2 Waschen der Aktivkohle für die AOCl-, AOBr-, AOI-Bestimmung.....	22

10.5	Weitere Vorgehensweise	23
10.6	Blindwertbestimmung.....	23
10.6.1	AOF-Blindwertbestimmung.....	23
10.6.2	AOCl-, AOBr- und AOI-Blindwertbestimmung.....	23
10.6.3	Matrixblindwertbestimmung.....	23
10.7	Betrieb des Ionenchromatographie-Systems.....	24
10.7.1	Allgemeines.....	24
10.7.2	Kalibrierung.....	24
10.7.3	Messung.....	24
10.7.4	Prüfen der Ionenchromatographie	24
10.8	Verbrennung und Absorption	25
10.9	Messung der Absorptionslösung.....	25
11	Prüfung des Gesamtverfahrens	25
11.1	Erstprüfung	25
11.2	Nutzungstägliche Prüfung	25
11.3	Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption	26
12	Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse.....	26
13	Berechnung	26
14	Angabe der Ergebnisse	27
15	Analysenbericht.....	27
16	Verfahrenskennndaten.....	28
Anhang A (normativ) Bestimmung des adsorbierbaren organisch gebundenen Fluors (AOF)		29
A.1	Anwendungsbereich.....	29
A.2	Normative Verweisungen	29
A.3	Störungen.....	29
A.4	Grundlage des Verfahrens.....	29
A.5	Reagenzien	29
A.5.1	4-Fluorbenzoesäure, C ₇ H ₅ FO ₂ , Reinheit 99 %.....	29
A.5.2	AOF-Standardlösungen.....	29
A.5.3	AOF-Kontrollösungen für die Prüfung über das Gesamtverfahren nach Abschnitt 11	30
A.6	Geräte und Materialien	30
A.7	Probenahme und Probenvorbereitung.....	30
A.8	Durchführung	30
A.8.1	Erstprüfung	30
A.8.2	Prüfung des Gesamtverfahrens	30
A.8.3	Blindwertbestimmung.....	30
A.9	Messen der Absorptionslösung	30
A.10	Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption	31
A.11	Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse.....	31
A.12	Berechnung	31
A.13	Angabe der Ergebnisse	31
A.14	Analysenbericht.....	31
Anhang B (normativ) Bestimmung des adsorbierbaren organisch gebundenen Chlors (AOCl)		32
B.1	Anwendungsbereich.....	32
B.2	Normative Verweisungen	32
B.3	Störungen.....	32
B.4	Grundlage des Verfahrens.....	32
B.5	Reagenzien	32
B.5.1	4-Chlorbenzoesäure, C ₇ H ₅ ClO ₂ , Reinheit 99%.....	32
B.5.2	AOCl-Standardlösungen	32
B.5.3	AOCl-Kontrollösungen für die Prüfung über das Gesamtverfahren nach Abschnitt 11.....	33
B.6	Geräte und Materialien	33
B.7	Probenahme und Probenvorbereitung.....	33
B.8	Durchführung	33

B.8.1	Erstprüfung	33
B.8.2	Prüfung des Gesamtverfahrens	33
B.8.3	Blindwertbestimmung.....	34
B.9	Messen der Absorptionslösung.....	34
B.10	Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption	34
B.11	Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse	34
B.12	Berechnung	34
B.13	Angabe der Ergebnisse	34
B.14	Analysenbericht.....	34
Anhang C (normativ) Bestimmung des adsorbierbaren organisch gebundenen Broms (AOBr)		35
C.1	Anwendungsbereich.....	35
C.2	Normative Verweisungen	35
C.3	Störungen.....	35
C.4	Grundlage des Verfahrens	35
C.5	Reagenzien	35
C.5.1	4-Brombenzoesäure, $C_7H_5BrO_2$, Reinheit 98%.....	35
C.5.2	AOBr-Standardlösungen	35
C.5.3	AOBr-Kontrolllösungen für die Prüfung über das Gesamtverfahren nach Abschnitt 11.....	36
C.5.4	Wasserstoffperoxid-Lösung, H_2O_2 , etwa 30 %, electronic grade	36
C.5.5	Absorptionslösung, wasserstoffperoxidhaltig, $\rho(H_2O_2) \approx 100 \text{ mg/l}$	36
C.6	Geräte und Materialien.....	36
C.7	Probenahme und Probenvorbereitung.....	36
C.8	Durchführung	36
C.8.1	Erstprüfung	36
C.8.2	Prüfung des Gesamtverfahrens	37
C.8.3	Blindwertbestimmung.....	37
C.9	Messen der Absorptionslösung.....	37
C.10	Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption	37
C.11	Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse	37
C.12	Berechnung	38
C.13	Angabe der Ergebnisse	38
C.14	Analysenbericht.....	38
Anhang D (normativ) Bestimmung des adsorbierbaren organisch gebundenen Iods (AOI)		39
D.1	Anwendungsbereich.....	39
D.2	Normative Verweisungen	39
D.3	Störungen.....	39
D.4	Grundlage des Verfahrens	39
D.5	Reagenzien	39
D.5.1	4-Iodbenzoesäure, $C_7H_5IO_2$, $\geq 98\%$	39
D.5.2	AOI-Standardlösungen.....	39
D.5.3	AOI-Kontrolllösungen für die Prüfung über das Gesamtverfahren nach Abschnitt 11	40
D.5.4	Wasserstoffperoxid-Lösung, H_2O_2 , etwa 30 %, electronic grade	40
D.5.5	Absorptionslösung, wasserstoffperoxidhaltig, $\rho(H_2O_2) \approx 100 \text{ mg/l}$	40
D.6	Geräte und Materialien.....	40
D.7	Probenahme und Probenvorbereitung.....	40
D.8	Durchführung	40
D.8.1	Erstprüfung	40
D.8.2	Prüfung des Gesamtverfahrens	41
D.8.3	Blindwertbestimmung.....	41
D.9	Messen der Absorptionslösung.....	41
D.10	Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption	41
D.11	Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse	41
D.12	Berechnung	42
D.13	Angabe der Ergebnisse	42
D.14	Analysenbericht.....	42

Anhang E (informativ) Bestimmung von adsorbierbarem organisch gebundenem Fluor, Chlor, Brom und Iod mit dem Schüttelverfahren (SH-AOF, SH-AOCl, SH-AOBr, SH-AOI)	43
E.1 Anwendungsbereich	43
E.2 Normative Verweisungen	43
E.3 Begriffe	43
E.4 Störungen	43
E.5 Grundlage des Verfahrens	43
E.5.1 SH-AOF	43
E.5.2 SH-AOCl, SH-AOBr, SH-AOI	43
E.6 Reagenzien	44
E.6.1 Aktivkohle für das Schüttelverfahren, mit einer Korngröße von etwa 10 µm bis 50 µm	44
E.7 Geräte und Materialien	44
E.7.1 Adsorptionsgerät für das Schüttelverfahren, z. B. verschließbarer Erlenmeyerkolben, z. B. 250 ml, z. B. nach ISO 1773	44
E.7.2 Mechanisches Schüttelgerät für die Kolben	44
E.8 Probenahme und Probenvorbehandlung	44
E.9 Durchführung	44
E.9.1 Adsorption	44
E.9.2 Filtration der Aktivkohlesuspension	44
E.9.3 Blindwertbestimmung	44
E.9.4 Verbrennung, Absorption und Messung	45
E.10 Berechnung	45
E.11 Angabe der Ergebnisse	45
E.12 Analysenbericht	45
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)	46
F.1 Anwendungsbereich	46
F.2 Normative Verweisungen	46
F.3 Begriffe	46
F.4 Störungen	46
F.5 Grundlage des Verfahrens	46
F.5.1 SPE-AOF	46
F.5.2 SPE-AOCl, SPE-AOBr, SPE-AOI	47
F.6 Reagenzien	47
F.6.1 Festphasenmaterial auf Polystyrol-Divinylbenzol-Copolymer Basis	47
F.6.2 Methanol, CH ₄ O, Reinheit 99,8 %	47
F.7 Geräte	47
F.7.1 System für die Festphasenextraktion mit Überdruck	47
F.8 Probenahme und Probenvorbehandlung	47
F.9 Durchführung	47
F.9.1 Adsorption an Polystyrol-Divinylbenzol-Copolymer	47
F.9.2 Adsorption der wässrig/methanolischen Lösung an Aktivkohle	48
F.9.3 Blindwertbestimmung	48
F.9.4 Verbrennung, Absorption und Messung	48
F.10 Berechnung	48
F.11 Angabe der Ergebnisse	48
F.12 Analysenbericht	48
Anhang G (normativ) Berechnung des CIC-AOX_(Cl) aus den nach Anhang B, Anhang C, und Anhang D addierten AOCl-, AOBr- und AOI-Ergebnissen	49
Literaturhinweise	50

Bilder

Bild 1 — Schematische Darstellung eines Geräts für die Verbrennung mit Hydropyrolyse und gekoppeltem Ionenchromatographen.....	18
Bild 2 — Schematische Darstellung eines Ionenchromatographie-Systems	19
Bild 3 — Schematische Darstellung der Parameter zur Ermittlung der Peakauflösung <i>R</i>.....	19

Tabellen

Tabelle 1 — Einwaage und Vorbehandlung für die Stammlösungen	15
---	-----------