

# 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, $\text{NaNO}_3$ .....	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, $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .....	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
<b>Anhang A (normativ) Bestimmung des adsorbierbaren organisch gebundenen Fluors (AOF) .....</b>		<b>32</b>
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 <sub>7</sub> H <sub>5</sub> FO <sub>2</sub> , 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

<b>Anhang B (normativ) Bestimmung des adsorbierbaren organisch gebundenen Chlors (AOCl)</b> .....	<b>35</b>
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 <sub>7</sub> H <sub>5</sub> ClO <sub>2</sub> , 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 Analyseergebnisse .....	37
B.12 Berechnung .....	37
B.13 Angabe der Ergebnisse .....	37
B.14 Analysenbericht.....	37
<b>Anhang C (normativ) Bestimmung des adsorbierbaren organisch gebundenen Broms (AOBr)</b> .....	<b>38</b>
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 <sub>7</sub> H <sub>5</sub> BrO <sub>2</sub> , 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 <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , etwa 30 %, electronic grade.....	39
C.5.5 Absorptionslösung, wasserstoffperoxidhaltig, ρ(H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ) ≈ 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 Analyseergebnisse .....	41
C.12 Berechnung .....	41
C.13 Angabe der Ergebnisse .....	41
C.14 Analysenbericht.....	41
<b>Anhang D (normativ) Bestimmung des adsorbierbaren organisch gebundenen Iods (AOI)</b> .....	<b>42</b>
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 <sub>7</sub> H <sub>5</sub> IO <sub>2</sub> , 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 <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , etwa 30 %, electronic grade.....	43
D.5.5 Absorptionslösung, wasserstoffperoxidhaltig, ρ(H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ) ≈ 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
<b>Anhang E (informativ) Bestimmung von adsorbierbarem organisch gebundenem Fluor, Chlor, Brom und Iod mit dem Schüttelverfahren (SH-AOF, SH-AOCl, SH-AOBr, SH-AOI).....</b>		
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
<b>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).....</b>		
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 <sub>4</sub> 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 <sub>(Cl)</sub> 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