# AOX

**Anreicherungsset für die Normanalytik (DIN-Rührmethode)**
**LZC 906**

## Prinzip

Bei Durchführung der Rührmethode nach DIN-38409-22 (SPE-AOX) wird der Anreicherung auf Aktivkohle noch die Festphasenextraktion auf Styrol-Divinylbenzol-copolymerisiertem Harz vorgeschaltet. Damit sind auch stark mit DOC und Chlorid belastete Proben einer AOX-Bestimmung zugänglich. Der aus der Festphasenextraktion erhaltene wässerig-methanolische Extrakt wird anschließend als Probe für die AOX-Bestimmung eingesetzt.

Die Bestimmung der **adsorbierbaren organisch gebundenen Halogene** (AOX) erfolgt in drei Arbeitsschritten:

1. Anreicherung der AOX-Verbindungen auf Carbodisk® durch Rühren der Probe mittels Magnetrührer; die Anreicherung erfolgt sequentiell, d.h. die AOX-Verbindungen jeder einzelnen Probe werden zweimal nacheinander auf jeweils einer Carbodisk® angereichert.
2. Herausspülen (Abtrennung) des anorganischen Chlorids
3. Messung des AOX-Gehaltes durch Verbrennung der Carbodisk® in einer AOX-Apparatur

## Anwendungsbereich

Wasser, Abwasser

## Carbodisk®-Blindwert

< 0,1 µg AOX pro Disk

## Packungsinhalt

1 Pinzette (Abb.1)
2 Carbodisk®-Halterungen (Abb.2)
2 100 ml Anreicherungsgefäße (Abb.3)
1 Spülgefäß (Abb.4)
48 Siegeltaschen mit jeweils 1 Carbodisk® (Abb.5)
1 Spülaufsatz (Abb.6)
2 Magnetrührstäbchen



Abb. 1
Pinzette mit Carbodisk®



Abb. 2
Carbodisk®-Halterung



Abb. 3
Anreicherungsgefäß, Carbodisk®-Halterung mit eingelegter Carbodisk® und Rührstab




Abb. 4
Spülgefäß



Abb. 5
Carbodisk®in Siegeltaschen



Abb. 6
Spülaufsatz

**Zubehör**

Spüllösung zur Halogenidabtrennung (0,85 g $NaNO_3$ auf 1 l bidest. Wasser, Lösung mit 0,1 ml $HNO_3$ konz. ansäuern)
Variable Pipette 1 - 5 ml (BBP 065)
Pipettenspitzen für BBP 065 (BBP 068)
Magnetrührer (LYW 977)
AOX-Verbrennungsapparatur

**Störungen**

Bei Durchführung der Rührmethode nach DIN 38409-22 (SPE-AOX) gelten folgende Störgrenzen für die Belastung der Original-Wasserprobe:

Chlorid: bis 100 g/l stören die Bestimmung nicht.
DOC: bis zu 1000 mg/l stören die Bestimmung nicht.

Für die reine AOX-Anreicherung mit Carbodisk® gelten folgende Störgrenzen für eine 100 ml-Wasserprobe:

Chlorid: bis 3 g/l stören die Bestimmung nicht.
DOC: bei einem DOC-Gehalt größer 50 mg/l ist mit einer verminderten Anreicherung zu rechnen.

**Lagerhinweise**

Die Haltbarkeit der Carbodisk® beträgt 2 Jahre.

**pH-Wert/Temperatur**

Der pH-Wert der Probe muß auf pH 2 eingestellt werden; die Temperatur der Probe sollte 15°C bis 25°C betragen.

**Entsorgung**

Die Dr. Bruno Lange GmbH & Co. KG nimmt die gebrauchten Siegeltaschen zur sachgerechten Entsorgung entgegen.

**Besonders beachten!**

***Kontamination der Carbodisk® durch Raumluft***

Die Carbodisk® erst unmittelbar vor der Messung aus der Siegeltasche entnehmen. Die Carbodisk® darf nicht über einen längeren Zeitraum Kontakt mit der Raumluft haben. **Eine Carbodisk®, die in einer beschädigten, undichten oder versehentlich geöffneten Siegeltasche aufbewahrt wurde, darf nicht mehr verwendet werden!**

***Kontamination der Carbodisk® durch Berührung***

Die Carbodisk® darf nicht mit der Hand berührt werden! Zur Entnahme der Carbodisk® aus der Siegeltasche und zur weiteren Handhabung muss immer die **Pinzette** benutzt werden.

***Spülung***

Der Spülvorgang trennt bis zu 3g/l anorganisches Chlorid (aus der Abwasserprobe) ab. Hierfür sollte der Spülvorgang wie in der Arbeitsvorschrift beschrieben durchgeführt werden.
Die Spüllösung ist separat anzusetzen (s. Zubehör).

## Durchführung

Die Durchführung der AOX-Bestimmung gliedert sich in folgende Teilschritte:

**Anreicherung:** Die Anreicherung der AOX-Verbindungen erfolgt mit zwei Carbodisks® sequentiell (im Verlauf der 2. Anreicherung sollte die Carbodisk® der 1. Anreicherung bereits chloridfrei gespült und direkt verbrannt werden).

**Spülung:** Abtrennung des anorg. Chlorids der Abwasserprobe.

**Messung:** Verbrennung der Carbodisk® mittels AOX-Apparatur.



Abb. 7 Carbodisk®-Halterung mit eingesetzter Carbodisk®

### Anreicherung

- Der pH-Wert der Probe muß pH 2 betragen.
- Aus dem Anreicherungsgefäß wird der Dr. Lange Magnetrührstab entnommen und auf eine saubere Unterlage gelegt.
- Das Anreicherungsgefäß wird bis zur 100 ml-Markierung mit der Probe befüllt.
- In das Anreicherungsgefäß wird der Dr. Lange Magnetrührstab gegeben.
- Zur Entnahme der Carbodisk® wird die Siegeltasche unterhalb der Siegelnaht aufgerissen. Anschließend wird die Carbodisk® mit der Pinzette entnommen und **seitlich** in das offene Ende der Carbodisk®-Halterung gesteckt (Abb. 7).
- Die Carbodisk® **sofort** mit der Halterung in die Probelösung tauchen und das Anreicherungsgefäß mit dem Gummistopfen fest verschließen.
- Das Anreicherungsgefäß wird auf einen Magnetrührer gestellt.
- Die Rührgeschwindigkeit wird langsam erhöht und auf eine mittlere Umdrehungszahl eingestellt (750 U/min).
- Die Rührzeit (Anreicherungszeit pro Carbodisk®) beträgt 30 Minuten.
- Nach Ablauf der Rührzeit Magnetrührer ausschalten.
- Gummistopfen mit Carbodisk®-Halterung vom Anreicherungsgefäß abnehmen, Carbodisk® mit Pinzette entnehmen und in den Spülaufsatz (Abb.9) legen. Hierbei ist darauf zu achten, daß die gegebenenfalls mit Feststoffen beladene Carbodisk®-Vorderseite (Abb. 8) im Spülaufsatz nach oben zeigt. Bei Durchführung der Rührmethode nach DIN 38409-22 (SPE-AOX) werden filtrierte Proben eingesetzt, so daß hier die Orientierung der Carbodisk® im Spülaufsatz keine Rolle spielt.
- Carbodisk® leicht mit Pinzette andrücken.
- Spülaufsatz auf das Spülgefäß setzen (Abb.10) und Gummistopfen in die Öffnung drücken. Gummistopfen muß die Öffnung fest verschließen (Spülvorgang s. Abschnitt Spülung).
- Aus der Siegeltasche eine zweite frische Carbodisk® entnehmen, in die Carbodisk®-Halterung einsetzen und in die abgereicherte Probelösung eintauchen.
- Anreicherungsgefäß mit dem Gummistopfen der Carbodisk®-Halterung verschließen.
- Die Probe wird erneut 30 Minuten gerührt.




Abb. 8 Vorderseite Carbodisk®




Abb. 9 Spülaufsatz mit eingelegter Carbodisk®

### Spülung

- Zur Abtrennung des anorganischen Chlorids werden mit einer Pipette (Kolbenhubpipette) viermal 5 ml der nitrathaltigen Spüllösung **zügig und mittig** auf die Carbodisk® gegeben.
- Die Spüllösung sollte, zur Entfernung möglicher Chloridverunreinigungen an der Glaswand des Spülaufsatzes, bis zum oberen Rand des Spülaufsatzes „aufsteigen". Hierfür ist bei jedem Spülschritt das Lüftungsloch des Stopfens mit dem Finger verschließen und der Spülaufsatz vollständig mit der Spüllösung zu befüllen (LZ-Spültechnik).
- Achtung: die Pipettenspitze darf hierbei nicht in die Spüllösung eintauchen (Gefahr der Chloridkontaminierung der Spüllösung).




Abb. 10 LZ-Spültechnik

- **Die Gesamtmenge an Spüllösung (20 ml) darf nicht unterschritten werden.** Bei stark chloridbelasteten Abwässern können, bei unvollständiger Chloridabtrennung, Chloridverschleppungen zu sehr starken AOX-Mehrbefunden führen.
- Bei exakter Dosierung der Spüllösung (4 x 5 ml) sollte der **Meniskus der Spüllösung mit dem unteren Rand des weißen Etikett-Balkens (Abb. 11) abschließen** (Volumenkontrolle Spüllösung)**.**
- Für die Carbodisk®-Entnahme wird die Carbodisk® mit einem Pinzettenarm (Pinzette vorher säubern) auf die Seitenwand des Spülaufsatzs geschoben. Anschließend wird die Carbodisk® mit der Pinzette herausgenommen, in ein Verbrennungsschiffchen (oder Container) gelegt und in einer Verbrennungsapparatur bei 950 °C im Sauerstoffstrom verbrannt.



Abb. 11 Anreicherungsgefäß mit Spülaufsatz, Volumenkontrolle durch Höhe der Spüllösung

**Messung** (s. Betriebsanleitung der AOX-Apparatur)

- Die Carbodisk® müssen nach erfolgtem Spülschritt **sofort** verbrannt werden; ein längerer Luftkontakt ist zu vermeiden.
- **Bitte beachten**: bei der Verbrennung einer feuchten Carbodisk® werden ca. 200 µl Wasser freigesetzt. Dieses Wasser führt zu einer Verdünnung der Schwefelsäurevorlage. Die Schwefelsäure muß daher häufiger gewechselt werden.
- Die Ergebnisse der Carbodisk®-Verbrennungen (AOX-Gehalt 1. und 2. Carbodisk® in µg absolut) werden addiert und um den Blindwert der Carbodisk® korrigiert.
- Das Ergebnis wird mit Faktor 10 multipliziert (Umrechnung auf µg/l).
- Das Meßergebnis wird in mg/l AOX mit zwei signifikanten Stellen angegeben.

**Reinigung der verwendeten Materialien**

***Anreicherungsgefäß, Magnetrührer, Carbodisk®-Halterung***

- Anreicherungsgefäß, Magnetrührstab und Carbodisk®-Halterung sind gründlich mit **dest. Wasser von Hand** (keine Spülmaschine) zu spülen.
- Nach dem Trocknen (an Luft oder mit Papiertuch) sollte der Magnetrührstab zurück in das Anreicherungsgefäß gegeben und das Anreicherungsgefäß mit dem Stopfen der Carbodisk®-Halterung fest verschlossen werden.
- Der Gummistopfen der Halterung sollte gelegentlich mit einem chloridfreien Papiertuch vom anhaftenden Abrieb der Carbodisk® befreit werden.

***Spülaufsatz***

- Der Spülaufsatz sollte nach Gebrauch gründlich mit dest. Wasser gespült werden.
- Nach dem Trocknen (ebenfalls an Luft oder mit chloridfreiem Papiertuch) sollte der Spülaufsatz in der AOX-Packung gelagert werden.
- Der Carbodisk®-Abrieb ist mit einem chloridfreiem Papiertuch zu entfernen.

***Pinzette***

- Die Pinzette wird nach Gebrauch mit dest. Wasser gespült, an Luft getrocknet und in der AOX-Packung gelagert.
- Carbodisk®-Fussel sollten ebenfalls mit einem sauberen Papiertuch entfernt werden.

Anwendungsspezifische Fragen richten Sie bitte an Herrn Dr. Ulrich Lundgreen: 0211-5288-252.