Applikationsschrift · multi X 2500



Herausforderung
Erfolgreiche Durchführung des AOX Linearitätstests nach DIN EN ISO 9562

Lösung
Schnelles und kostengünstiges Verfahren mittels Adsorption der AOX-Proben auf einer automatischen Probenvorbereitungseinheit und anschließender Analyse am multi X 2500

Linearitätstest für die AOX-Bestimmung nach DIN EN ISO 9562 (Säulenmethode)

Einleitung

AOX (adsorbierbare organisch gebundene Halogene) ist eine Bezeichnung für die Summe der organisch gebundenen Halogene Chlor, Brom und Iod (außer Fluor). Der Parameter wird hauptsächlich in der Wasser- und Abwasseranalytik eingesetzt. Feste Proben wie Schlämme oder Sedimente können ebenfalls AOX enthalten. Der AOX in Feststoffproben muss jedoch nach der Batch-Methode bestimmt werden, die nicht Teil dieser Applikation ist. Die halogenhaltigen Verbindungen werden in gelöster oder suspendierter Form an der Oberfläche von Aktivkohle adsorbiert. Die Aktivkohle wird anschließend mit wässriger Nitratwaschlösung gewaschen, um anorganische Halogenide zu entfernen. Bei der Verbrennung der beladenen Aktivkohle in reinem Sauerstoff bei hohen Temperaturen entstehen Halogenwasserstoffe. Nach Absorption der Halogenwasserstoffe erfolgt schließlich der Nachweis in einer coulometrischen Zelle mittels argentometrischer Titration.

Material und Methoden

Geräteparameter
Ein multi X 2500 AOX-Analysator, der mit einem autoX36-Autosampler ausgestattet ist, wurde in Kombination mit einer automatischen Probenvorbereitungseinheit der APU-Serie eingesetzt. Dank der Kombination von Probenvorbereitung und Analyse werden Leerlaufzeiten minimiert und der Probendurchsatz erhöht. Die multiWin-Software ermöglicht gleichzeitig eine schnelle Probenanalyse und Datenauswertung. In Kombination mit dem Self-Check-System gewährleistet der multi X 2500 einen störungsfreien und vollautomatischen Betrieb.

Proben und Reagenzien

Die folgenden Reagenzien wurden für die Vorbereitung der Proben und Standards verwendet:

- Entionisiertes Wasser, hoch rein
- Salpetersäure 65 % p.a.
- 4-Chlorphenol, wässrige Stammlösung 1 mg/l Cl

Standard-Vorbereitung

Die 4-Chlorphenol Stammlösung wurde mit ultrareinem Wasser gemäß ISO 9562 verdünnt, um die folgenden Konzentrationen herzustellen: 10, 50, 100, 200 und 250 µg/l AOX.
100 ml dieser Lösungen wurden mit konzentrierter Salpetersäure auf pH 2 eingestellt. Der niedrige pH-Wert hemmt das Bakterienwachstum und ermöglicht die Lagerung der Proben bei 0 bis 4 °C.

Bestimmung

Die Bestimmung wurde mit einem multi X 2500 AOX-Analysator durchgeführt. Die Adsorption der AOX-Proben wurde auf einer automatischen Probenvorbereitungseinheit der APU-Serie durchgeführt. 4-Chlorphenol wurde als AOX-Standardlösung verwendet, um das System hinsichtlich seiner Leistungsfähigkeit zu bewerten. Hierzu wurde ein Linearitätstest durchgeführt wie in DIN EN ISO 9562 beschrieben. Jeweils zwei mit Aktivkohle gefüllte Quarzglascontainer wurden für die Anreicherung der einzelnen AOX-Standardlösungen gemäß Säulenmethode verwendet. Beide Aktivkohlesäulen sind dabei vertikal hintereinander angeordnet. Die unterschiedlich konzentrierten Standardlösungen wurden mit einer Flussrate von 3 ml/min adsorbiert. Nach dem Spülen mit jeweils 25 ml Waschlösung bei gleicher Flussrate wurden die Säulen mit der beladenen Aktivkohle bei 950 °C im reinen Sauerstoffstrom verbrannt.

Ergebnisse und Diskussion

Nach DIN EN ISO 9562 ist der Linearitätstest erfolgreich, wenn der Korrelationskoeffizient ≥ 0,999 beträgt. Die Steigung der Wiederfindungsgerade sollte zwischen 0,95 und 1,05 liegen. Die Ergebnisse der Bestimmungen sind in Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1: Ergebnisse des Linearitätstests der AOX-Bestimmung von p-Chlorphenol in Wasser

Konzentration der Standards [µg/l]	Abs. Wert 1. Säule [µg Cl]	Abs. Wert 2. Säule [µg Cl]	Blindwert [µg Cl]	Wiederfindung [µg/l]	Mittelwert [µg/l]
10	1,08	0,06	0,265	8,75	**9,65**
10	1,08	0,24	0,265	10,55	
50	4,86	0,09	0,265	46,85	**47,7**
50	5,01	0,11	0,265	48,55	
100	9,63	0,17	0,265	95,35	**96,0**
100	9,79	0,14	0,265	96,65	
200	19,38	0,27	0,265	193,85	**194,1**
200	19,35	0,35	0,265	194,35	
250	24,02	0,33	0,265	240,85	**242,65**
250	24,43	0,28	0,265	244,45	

Für jede Konzentration der Standards wurden zwei Wiederholungsmessungen durchgeführt. Nach der Säulenmethode wurden für jede Probe zwei vorgefüllte Kohlesäulen verwendet. Jede Säule war mit ca. 50 mg Aktivkohle gefüllt. Der absolute Wert zeigt den Gehalt an Chlor jeder einzelnen Säule an. Die Ergebnisse der Konzentrationen sind blindwertkorrigiert.
Der Mittelwert der beiden Messungen ist in fettgedruckten Zahlen angegeben. Gemäß DIN EN ISO 9562 soll die Wiederfindungsrate der einzelnen Standards zwischen 90 % und 110 % betragen (siehe Tabelle 2).
Der Steigung der Wiederfindungsfunktion beträgt gerundet 0,97 und der Korrelationskoeffizient ist > 0,999.

Tabelle 2: Wiederfindung von 4-Chlorphenol in den Standards

Min. Wert [µg/l]	Theoretischer AOX-Wert [µg/l]	Max. Wert [µg/l]	Erhaltener AOX-Wert [µg/l]
9	10	11	9,7
45	50	55	47,7
90	100	110	96,0
180	200	220	194,1
225	250	275	242,7

Die Wiederfindungsraten, der Korrelationskoeffizient und die Steigung des Linearitätstests erfüllen die Vorgaben der DIN EN ISO 9562. Dies bestätigt einerseits die vollständige Adsorption des Standards an Aktivkohle, welche mit einem Probenvorbereitungssystem der APU-Serie durchgeführt wurde. Andererseits belegen die Ergebnisse die hervorragende analytische Leistung des Analysators.

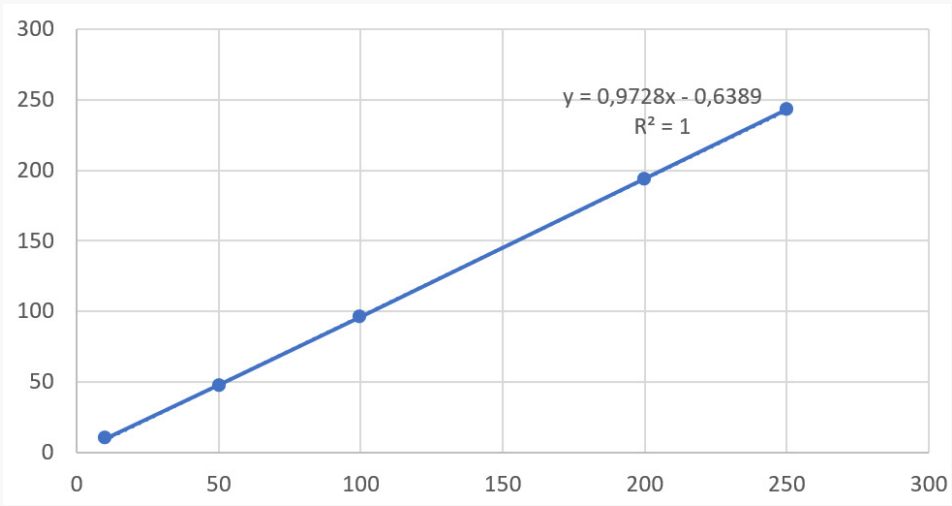


Abbildung 1: Regression des Linearitätstests

Zusammenfassung

Der Linearitätstest zeigt, dass der multi X 2500 AOX-Analysator und die APU-Probenvorbereitungseinheit eine sehr gute Wiederfindung der Standards ermöglichen. Damit ist die Voraussetzung für eine schnelle und zuverlässige AOX-Analytik zur Überwachung der Wasserqualität erfüllt. Aufgrund des hohen Automatisierungsgrades ermöglicht die APU-Probenvorbereitungseinheit eine schnelle Anreicherung der Proben ohne jegliche manuelle Eingriffe. Eine Probenvorbereitung über Nacht mit anschließender AOX-Analyse am multi X 2500 während des Tages ist extrem zeitsparend. Die AOX-Analyse nach der Säulenmethode ist im Vergleich zur zeitintensiven Batch-Methode von Vorteil.



Abbildung 2: multi X 2500 with Autosampler

Dieses Dokument ist zum Zeitpunkt der Veröffentlichung wahr und korrekt; die darin enthaltenen Informationen können sich ändern. Dieses Dokument kann durch andere Dokumente ersetzt werden, einschließlich technischer Änderungen und Korrekturen.
Markenrechtlicher Hinweis: Die in der Applikationsschrift genannten Markennamen von Drittprodukten sind in der Regel eingetragene Marken der jeweiligen Unternehmen.

Unternehmenshauptsitz
Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Straße 1
07745 Jena · Deutschland

Tel. +49 3641 77 70
Fax +49 3641 77 9279

info@analytik-jena.com
www.analytik-jena.com

Version 1.1 · Autor: AnGr/BiWi
de · 11/2024
© Analytik Jena GmbH+Co. KG | Bilder ©: Istock/tuachanwatthana