

DIN 38409-59



ICS 13.060.50

**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)**

German standard methods for the examination of water, waste water and sludge –
Parameters characterizing effects and substances (group H) –
Part 59: Determination of adsorbable organically bound fluorine, chlorine, bromine and
iodine (AOF, AOCl, AOBr, AOI) using combustion and subsequent ion chromatographic
measurement (H 59)

Méthodes normalisées allemandes pour l'analyse des eaux, des eaux résiduaires et des
boues –
Caractéristiques générales des effets et des substances (groupe H) –
Partie 59: Dosage du fluor, du chlore, du brome et de l'iode adsorbables liés organiquement
(AOF, AOCl, AOBr, AOI) en utilisant la combustion et la mesure ultérieure par
chromatographie ionique (H 59)

Gesamtumfang 58 Seiten

DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW)

Inhalt

	Seite
Vorwort	7
Einleitung	9
1 Anwendungsbereich	10
2 Normative Verweisungen	10
3 Begriffe	11
4 Störungen	12
4.1 Störungen bei der Anreicherung	12
4.2 Störungen bei der Verbrennung	12
4.3 Störungen der Ionenchromatographie	12
5 Grundlage des Verfahrens	12
6 Bezeichnung	13
7 Reagenzien und Gase	14
7.1 Allgemeines	14
7.2 Wasser, mit einem spezifischen elektrischen Widerstand $\geq 18\text{ M}\Omega\text{ cm}$ (25 °C).	14
7.3 Reagenzien für die Probestabilisierung und -vorbehandlung.	14
7.4 Reagenzien und Gase für die Anreicherung, Verbrennung und Absorption	14
7.4.1 Aktivkohle mit einer Iodzahl $> 1\,050\text{ mg/g}$	14
7.4.2 Natriumnitrat, NaNO_3	15
7.4.3 Ethanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, absolut.	15
7.4.4 Standardlösungen für die Prüfung über das Gesamtverfahren nach Abschnitt 11	15
7.4.5 Verdünnungswasser und Blindwertlösung für die Ermittlung des AOF-Gesamtblindwerts	15
7.4.6 Salpetersaures Verdünnungswasser und Blindwertlösung für die Ermittlung der AOCl-, AOBr- und AOI-Gesamtblindwerte	15
7.4.7 Sauerstoff, oder ein Gemisch aus Sauerstoff und Inertgas (z. B. Argon)	15
7.4.8 Absorptionslösung für die Verbrennungsgase	16
7.5 Reagenzien für die Ionenchromatographie	16
7.5.1 Eluenten	16
7.5.2 Natriumcarbonat, Na_2CO_3	16
7.5.3 Fluorid-, Chlorid-, Bromid- und Iodid-Stammlösungen, jeweils $\rho = 1\,000\text{ mg/l}$	16
7.5.4 Fluorid-, Chlorid-, Bromid- und Iodid-Kalibrierlösungen	17
7.5.5 Interner Standard	18
7.5.6 Blindwertlösung für die Ionenchromatographie	18
8 Geräte und Materialien	18
9 Probenahme und Probenvorbereitung	21
9.1 Allgemeines	21
9.2 Probenahme für die AOF-Bestimmung	21
9.3 Probenahme für die AOCl-, AOBr- und AOI-Bestimmung	21
9.4 Weitere Vorgehensweise Probenvorbereitung	22
9.4.1 AOF-Bestimmung	22
9.4.2 AOCl-, AOBr- und AOI-Bestimmung	22
10 Durchführung	22
10.1 Vortests	22
10.2 Homogenisieren	22
10.3 Konditionierung der Proben	23
10.3.1 Allgemeines	23
10.3.2 Analysenproben für die AOF-Bestimmung	23
10.3.3 Analysenproben für die AOCl-, AOBr- und AOI-Bestimmung	23
10.4 Adsorption an Aktivkohle	23
10.4.1 Allgemeines	23
10.4.2 Waschen der Aktivkohle für die AOF-Bestimmung	24
10.4.3 Waschen der Aktivkohle für die AOCl-, AOBr-, AOI-Bestimmung	24

10.5	Weitere Vorgehensweise	24
10.6	Blindwertbestimmung	24
10.6.1	AOF-Blindwertbestimmung	24
10.6.2	AOCl-, AOBr- und AOI-Blindwertbestimmung	24
10.7	Berücksichtigung der Matrixbeiträge zu AOF, AOCl, AOBr, AOI	24
10.8	Betrieb des Ionenchromatographie-Systems	25
10.8.1	Allgemeines	25
10.8.2	Kalibrierung	25
10.8.3	Messung	25
10.8.4	Prüfen der Ionenchromatographie	25
10.9	Verbrennung und Absorption	26
10.10	Messung der Absorptionslösung	26
11	Prüfung des Gesamtverfahrens	27
11.1	Erstprüfung	27
11.2	Nutzungstägliche Prüfung	27
11.3	Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption	27
12	Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse	27
13	Berechnung	27
14	Angabe der Ergebnisse	29
15	Analysenbericht	29
16	Verfahrenskenndaten	29
Anhang A (normativ) Bestimmung des adsorbierbaren organisch gebundenen Fluors (AOF)		30
A.1	Anwendbarkeit	30
A.2	Mitgeltende Normen	30
A.3	Störungen	30
A.4	Grundlage des Verfahrens	30
A.5	Reagenzien	30
A.5.1	4-Fluorbenzoesäure, $C_7H_5FO_2$, Reinheit 99 %	30
A.5.2	AOF-Standardlösungen	30
A.5.3	AOF-Kontrolllösungen für die Prüfung über das Gesamtverfahren nach Abschnitt 11	31
A.6	Geräte und Materialien	31
A.7	Probenahme und Probenvorbereitung	31
A.8	Durchführung	31
A.8.1	Erstprüfung	31
A.8.2	Nutzungstägliche Prüfung des Gesamtverfahrens	31
A.8.3	Blindwertbestimmung	31
A.9	Messung der Absorptionslösung	31
A.10	Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption	32
A.11	Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse	32
A.12	Berechnung	32
A.13	Angabe der Ergebnisse	32
A.14	Analysenbericht	32
Anhang B (normativ) Bestimmung des adsorbierbaren organisch gebundenen Chlors (AOCl)		33
B.1	Anwendbarkeit	33
B.2	Mitgeltende Normen	33
B.3	Störungen	33
B.4	Grundlage des Verfahrens	33
B.5	Reagenzien	33
B.5.1	4-Chlorbenzoesäure, $C_7H_5ClO_2$, Reinheit 99 %	33
B.5.2	AOCl-Standardlösungen	33
B.5.3	AOCl-Kontrolllösungen für die Prüfung über das Gesamtverfahren nach Abschnitt 11	34
B.6	Geräte und Materialien	34
B.7	Probenahme und Probenvorbereitung	34
B.8	Durchführung	34
B.8.1	Erstprüfung	34
B.8.2	Nutzungstägliche Prüfung des Gesamtverfahrens	34
B.8.3	Blindwertbestimmung	34

B.9	Messung der Absorptionslösung	35
B.10	Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption	35
B.11	Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse	35
B.12	Berechnung	35
B.13	Angabe der Ergebnisse	35
B.14	Analysenbericht	35
Anhang C (normativ) Bestimmung des adsorbierbaren organisch gebundenen Broms (AOBr)		36
C.1	Anwendbarkeit	36
C.2	Mitgeltende Normen	36
C.3	Störungen	36
C.4	Grundlage des Verfahrens	36
C.5	Reagenzien	36
C.5.1	4-Brombenzoesäure, $C_7H_5BrO_2$, Reinheit 98 %.	37
C.5.2	AOBr-Standardlösungen	37
C.5.3	AOBr-Kontrolllösungen für die Prüfung über das Gesamtverfahren nach Abschnitt 11	37
C.5.4	Wasserstoffperoxid-Lösung, H_2O_2 , etwa 30 %, electronic grade.	37
C.5.5	Absorptionslösung, wasserstoffperoxidhaltig, $\rho(H_2O_2) \approx 100$ mg/l.	37
C.6	Geräte und Materialien	37
C.7	Probenahme und Probenvorbereitung	37
C.8	Durchführung	38
C.8.1	Erstprüfung	38
C.8.2	Nutzungstägliche Prüfung des Gesamtverfahrens	38
C.8.3	Blindwertbestimmung	38
C.9	Messung der Absorptionslösung	38
C.10	Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption	38
C.11	Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse	38
C.12	Berechnung	39
C.13	Angabe der Ergebnisse	39
C.14	Analysenbericht	39
Anhang D (normativ) Bestimmung des adsorbierbaren organisch gebundenen Iods (AOI)		40
D.1	Anwendbarkeit	40
D.2	Mitgeltende Normen	40
D.3	Störungen	40
D.4	Grundlage des Verfahrens	40
D.5	Reagenzien	40
D.5.1	4-Iodbenzoesäure, $C_7H_5IO_2$, Reinheit ≥ 98 %.	41
D.5.2	AOI-Standardlösungen	41
D.5.3	AOI-Kontrolllösungen für die Prüfung über das Gesamtverfahren nach Abschnitt 11	41
D.5.4	Wasserstoffperoxid-Lösung, H_2O_2 , etwa 30 %, electronic grade.	41
D.5.5	Absorptionslösung, wasserstoffperoxidhaltig, $\rho(H_2O_2) \approx 100$ mg/l.	41
D.6	Geräte und Materialien	41
D.7	Probenahme und Probenvorbereitung	41
D.8	Durchführung	42
D.8.1	Erstprüfung	42
D.8.2	Nutzungstägliche Prüfung des Gesamtverfahrens	42
D.8.3	Blindwertbestimmung	42
D.9	Messung der Absorptionslösung	42
D.10	Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption	42
D.11	Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse	42
D.12	Berechnung	43
D.13	Angabe der Ergebnisse	43
D.14	Analysenbericht	43
Anhang E (informativ) Bestimmung von adsorbierbarem organisch gebundenem Fluor, Chlor, Brom und Iod mit dem Schüttelverfahren (SH-AOF, SH-AOCl, SH-AOBr, SH-AOI)		44
E.1	Anwendbarkeit	44
E.2	Mitgeltende Normen	44
E.3	Störungen	44

E.4	Grundlage des Verfahrens	44
E.4.1	SH-AOF	44
E.4.2	SH-AOCl, SH-AOBr, SH-AOI	44
E.5	Reagenzien	44
E.5.1	Aktivkohle für das Schüttelverfahren, mit einer Korngröße von etwa 10 µm bis 50 µm.	44
E.6	Geräte und Materialien	44
E.6.1	Adsorptionsgerät für das Schüttelverfahren, z. B. verschließbarer Erlenmeyerkolben, z. B. 250 ml, z. B. nach ISO 1773.	45
E.6.2	Mechanisches Schüttelgerät für die Kolben.	45
E.7	Probenahme und Probenvorbehandlung	45
E.8	Durchführung	45
E.8.1	Adsorption	45
E.8.2	Filtration der Aktivkohlesuspension	45
E.8.3	Blindwertbestimmung	45
E.8.4	Verbrennung, Absorption und Messung	45
E.9	Prüfung des Gesamtverfahrens und Erstprüfung	45
E.9.1	Allgemeines	45
E.9.2	Nutzungstägliche Prüfung des Gesamtverfahrens	46
E.10	Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption	46
E.11	Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse	46
E.12	Berechnung	46
E.13	Angabe der Ergebnisse	46
E.14	Analysenbericht	46
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)	47
F.1	Anwendbarkeit	47
F.2	Mitgeltende Normen	47
F.3	Störungen	47
F.4	Grundlage des Verfahrens	47
F.4.1	SPE-AOF	47
F.4.2	SPE-AOCl, SPE-AOBr, SPE-AOI	47
F.5	Reagenzien	48
F.5.1	Festphasenmaterial auf Polystyrol-Divinylbenzol-Copolymer Basis	48
F.5.2	Methanol, CH₄O, Reinheit 99,8 %.	48
F.6	Geräte	48
F.6.1	System für die Festphasenextraktion	48
F.7	Probenahme und Probenvorbehandlung	48
F.8	Durchführung	48
F.8.1	Adsorption an Polystyrol-Divinylbenzol-Copolymer	48
F.8.2	Adsorption der wässrig/methanolischen Lösung an Aktivkohle	49
F.8.3	Blindwertbestimmung	49
F.8.4	Verbrennung, Absorption und Messung	49
F.9	Prüfung des Gesamtverfahrens und Erstprüfung	49
F.9.1	Allgemeines	49
F.9.2	Nutzungstägliche Prüfung des Gesamtverfahrens	49
F.10	Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption	49
F.11	Auswahl der verwertbaren Analysenergebnisse	49
F.12	Berechnung	49
F.13	Angabe der Ergebnisse	49
F.14	Analysenbericht	49
Anhang G (normativ)	Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption durch Einzelverbrennung der Aktivkohlen aus der Mehrfachbestimmung und getrennte Absorption	50
Anhang H (normativ)	Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption durch gemeinsame Verbrennung der Aktivkohlen aus unterschiedlichen Verdünnungsansätzen	51

Anhang I (normativ) Prüfung zur Feststellung der Vollständigkeit der Adsorption durch Adsorption an hintereinandergeschalteter Säulen mit unterschiedlicher Anzahl von Adsorptionssäulen	52
Anhang J (normativ) Berechnung des CIC-AOX_(Cl) aus den nach Anhang B, Anhang C und Anhang D addierten AOCl-, AOBr- und AOI-Ergebnissen	53
Anhang K (informativ) Verfahrenskenndaten	54
Literaturhinweise	57

Bilder

Bild 1 — Schematische Darstellung eines Geräts für die Verbrennung mit Hydropyrolyse und gekoppeltem Ionenchromatographen	19
Bild 2 — Schematische Darstellung eines Ionenchromatographie-Systems	20
Bild 3 — Graphische Darstellung der Parameter zur Ermittlung der Peakauflösung <i>R</i>	20

Tabellen

Tabelle 1 — Einwaage und Vorbehandlung für die Stammlösungen	17
Tabelle K.1 — Verfahrenskenndaten für AOF	54
Tabelle K.2 — Verfahrenskenndaten für AOCl	55
Tabelle K.3 — Verfahrenskenndaten für AOBr	55
Tabelle K.4 — Verfahrenskenndaten für AOI	56

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitskreis NA 119-01-03-01-12 AK „Ionenchromatographische Verfahren“ des Arbeitsausschusses NA 119-01-03 AA „Wasseruntersuchung“ im DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten und bestehende Sicherheitsvorschriften zu beachten.

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

Die vorliegende Norm enthält das vom DIN-Normenausschuss Wasserwesen (NAW) und von der Wasserchemischen Gesellschaft — Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh) — gemeinsam erarbeitete Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung:

Bestimmung von adsorbierbarem organisch gebundenem Fluor, Chlor, Brom und Iod (AOF, AOCl, AOBr, AOI) mittels Verbrennung und nachfolgender ionenchromatographischer Messung (H 59).

Die als DIN-Normen veröffentlichten Deutschen Einheitsverfahren sind bei der Beuth Verlag GmbH einzeln oder zusammengefasst erhältlich. Außerdem werden die genormten Deutschen Einheitsverfahren in der Loseblattsammlung „Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung“ gemeinsam von der Beuth Verlag GmbH und der Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA publiziert.

Normen oder Norm-Entwürfe mit dem Gruppentitel „*Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung*“ sind in folgende Gebiete (Haupttitel) aufgeteilt:

Allgemeine Angaben (Gruppe A)

Sensorische Verfahren (Gruppe B)

Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C)

Anionen (Gruppe D)

Kationen (Gruppe E)

Gemeinsam erfassbare Stoffgruppen (Gruppe F)

Gasförmige Bestandteile (Gruppe G)

Summarische Wirkungs- und Stoffkenngrößen (Gruppe H)

Mikrobiologische Verfahren (Gruppe K)

Testverfahren mit Wasserorganismen (Gruppe L)

Biologisch-ökologische Gewässeruntersuchung (Gruppe M)

Einzelkomponenten (Gruppe P)

Schlamm und Sedimente (Gruppe S)

Suborganismische Testverfahren (Gruppe T)

Über die bisher erschienenen Teile dieser Normen gibt die Geschäftsstelle des Normenausschusses Wasserwesen (NAW) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Telefon 030 2601-2448, oder die Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin, Auskunft.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Einleitung

Adsorbierbares organisch gebundenes Fluor, Chlor, Brom oder Iod sind analytische Konventionsparameter, die zur Kontrolle der Wasserbeschaffenheit verwendet werden.

Sie sind ein Maß für die Gehalte an organisch gebundenem Fluor, Chlor, Brom und Iod, die an Aktivkohle unter festgelegten Bedingungen adsorbiert werden können und, falls die Probe nicht filtriert worden ist, sich auch an oder in den suspendierten Stoffen befinden.

Im Unterschied zum AOX-Verfahren nach DIN EN ISO 9562 können mit dem Verfahren zusätzlich zu chlor-, brom- und iodorganischen auch fluororganische Verbindungen summarisch erfasst werden und halogenspezifisch detektiert werden.

Das Verfahren wird mittels Verbrennungs-Ionenchromatographie durchgeführt, in der Literatur als Combustion Ion Chromatography (CIC) beschrieben.

WARNUNG — Anwender dieses Dokuments sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Dieses Dokument gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Arbeitgebers, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren für die Einzel- bzw. gemeinsame Bestimmung der organisch gebundenen Halogene Fluor, Chlor, Brom und Iod fest, die an Aktivkohle adsorbierbar sind. Die Adsorption erfolgt an in Säulen gepackter Aktivkohle.

Das Verfahren ist anwendbar für die Bestimmung von:

- $\geq 2 \mu\text{g/l}$ AOF, angegeben als F;
- $\geq 10 \mu\text{g/l}$ AOCl, angegeben als Cl;
- $\geq 1 \mu\text{g/l}$ AOBr, angegeben als Br;
- $\geq 1 \mu\text{g/l}$ AOI, angegeben als I.

Das Verfahren ermöglicht die Bestimmung von adsorbierbarem organisch gebundenem Fluor, Chlor, Brom oder Iod in Wasser, z. B. in Grundwasser, Oberflächenwasser, Uferfiltrat, Trinkwasser, wässrigen Eluaten, Kühlwasser und Abwasser.

Der Anwendungsbereich ist durch die Kapazität der Aktivkohle, den Verfahrensblindwert und die Kapazität der chromatographischen Trennsäule begrenzt. Eine Probenverdünnung in den Arbeitsbereich kann erforderlich sein.

Dieses Verfahren ist auch für schwebstoffhaltige Proben anwendbar, die an den Schwebstoffen adsorbierten Halogene (z. B. ungelöste Halogenide) werden dann miterfasst. Eine Filtration der Probe vor der Analyse mittels Membranfilter ($0,45 \mu\text{m}$) erlaubt eine getrennte Bestimmung von gelösten adsorbierbaren und an/in Partikeln vorliegenden Anteilen an organisch gebundenem Fluor, Chlor, Brom oder Iod.

Parameterbezogene Vorgehensweisen sind in den normativen Anhängen A, Anhang B, Anhang C und Anhang D beschrieben.

Alternativ kann die Adsorption der in der Wasserprobe enthaltenen organischen Substanzen an Aktivkohle auch durch das Schüttelverfahren (siehe Anhang E) erfolgen.

Proben mit einem hohen Gehalt an anorganischen Halogeniden können nach Festphasenextraktion (SPE, en: solid phase extraction) (siehe Anhang F) analysiert werden.

Ergebnisse zu Proben, die nach Anhang E (Schüttelverfahren) oder Anhang F (SPE-Verfahren) untersucht werden, können sich signifikant von denen des im Hauptteil festgelegten Verfahrens unterscheiden.

Bei einigen Wässern können Störungen auftreten, die gegebenenfalls nicht beseitigt werden können. Diese Wässer sind mit dem Verfahren nicht messbar.

Die AOCl-, AOBr- und AOI-Ergebnisse nach Anhang B, Anhang C und Anhang D können auch als $\text{ClC-AOX}_{(\text{Cl})}$ berichtet werden (Anhang J).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 38402-30, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 30: Vorbehandlung, Homogenisierung und Teilung heterogener Wasserproben (A 30)*

DIN 38402-51, *Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung — Allgemeine Angaben (Gruppe A) — Teil 51: Kalibrierung von Analysenverfahren — Lineare Kalibrierfunktion (A 51)*

DIN ISO 8466-2, *Wasserbeschaffenheit — Kalibrierung und Auswertung analytischer Verfahren und Beurteilung von Verfahrenskennndaten — Teil 2: Kalibrierstrategie für nichtlineare Kalibrierfunktionen zweiten Grades (ISO 8466-2)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>
- DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

3.1

adsorbierbares organisch gebundenes Fluor

AOF

äquivalente Masse Fluor in organischen Halogenverbindungen, ausgedrückt als Fluor, die unter den Bedingungen dieses Verfahrens erfasst werden

3.2

adsorbierbares organisch gebundenes Chlor

AOCI

äquivalente Masse Chlor in organischen Halogenverbindungen, ausgedrückt als Chlor, die unter den Bedingungen dieses Verfahrens erfasst werden

3.3

adsorbierbares organisch gebundenes Brom

AOBr

äquivalente Masse Brom in organischen Halogenverbindungen, ausgedrückt als Brom, die unter den Bedingungen dieses Verfahrens erfasst werden

3.4

adsorbierbares organisch gebundenes Iod

AOI

äquivalente Masse Iod in organischen Halogenverbindungen, ausgedrückt als Iod, die unter den Bedingungen dieses Verfahrens erfasst werden

3.5

adsorbierbare organisch gebundene Halogene

AOX

äquivalente Masse der Halogene Chlor, Brom und Iod in organischen Verbindungen, die nach diesem Dokument bestimmt und als Chlorid angegeben wird

[QUELLE: DIN EN ISO 9562:2005-02, 3.1, modifiziert – „dieser Internationalen Norm“ durch „dieses Dokument“ in der Definition ersetzt.]

3.6

Analysenprobe

Probe, die nach Aufbereitung und gegebenenfalls Verdünnung aus der Originalprobe erhalten und der Adsorption zugeführt wird

3.7

Verbrennungs-Ionenchromatographie

CIC, en: Combustion Ion Chromatography

Technik der oxidativen Hochtemperaturverbrennung mit Absorption der Halogenwasserstoffe und anschließender ionenchromatographischer Detektion der Halogenidionen

3.8

CIC-AOX_(Cl)

äquivalente Masse Chlor, Brom und Iod in organischen Halogenverbindungen, nach Summenbildung als Chlorid angegeben, die unter den Bedingungen dieses Verfahrens als AOCl, AOBr und AOI erfasst werden

4 Störungen

4.1 Störungen bei der Anreicherung

Eigenschaften der Probenmatrix (z. B. hohe Konzentrationen an gelöstem organischen Kohlenstoff (DOC, en: dissolved organic carbon)) können die Adsorption der organischen Halogenverbindungen stören und zu Minderbefunden führen. Diese Effekte können durch Probenverdünnung oder Aufstockversuche gegebenenfalls aufgeklärt werden. Hinweise auf den Einfluss von DOC auf das Adsorptionsverhalten der Probe können aktuelle Messungen oder frühere Untersuchungen der Entnahmestelle liefern. Für Proben, die nicht filtriert werden, kann auch der gesamte organische Kohlenstoff (TOC, en: total organic carbon) als Information genutzt werden.

Lebendzellen in den Proben (z. B. Mikroorganismen oder Algen) können aufgrund ihres Halogenidgehalts (Chlorid, Bromid, Iodid) zu Überbefunden bei der AOCl-, AOBr- und AOI-Bestimmung führen. In diesem Fall wird die angesäuerte Probe frühestens 8 h nach der Probenahme analysiert.

Partikuläre anorganische Halogenverbindungen mit einem Schmelzpunkt < 1 000 °C können zu Überbefunden führen.

Die Wiederfindung einiger polarer und hydrophiler Verbindungen, z. B. Trifluoracetat oder Monochloracetat, ist unvollständig.

Hohe Anteile an ungelösten Stoffen können das Säulenverfahren stören. In diesen Fällen ist der Einsatz des Schüttelverfahrens (Anhang E) zu prüfen.

Verunreinigungen der Laborluft durch Chemikalien oder andere Quellen können zu Überbefunden führen.

4.2 Störungen bei der Verbrennung

Anwesende Alkalimetalle können zu einer vorzeitigen Entglasung eines Quarzglasverbrennungsrohrs führen.

ANMERKUNG Die Verwendung eines Keramik-Innenrohrs kann die Standzeit des Verbrennungsrohrs erheblich verlängern.

Fehlende oder zu geringe Wasserzufuhr bei der AOF-Bestimmung kann zu Minderbefunden führen.

4.3 Störungen der Ionenchromatographie

Jede Substanz, die eine ähnliche Retentionszeit wie das Analyt-Ion zeigt und ein Detektorsignal erzeugt, kann stören. Eine hohe Konzentration von Ionen kann Einfluss auf die Peakauflösung und die Retentionszeit des Analyten haben. Eine Gradientenelution verhindert viele Störungen.

5 Grundlage des Verfahrens

Grundlegende Anforderungen für das Verfahren sind:

- Adsorption der in der Wasserprobe enthaltenen organischen Substanzen an Aktivkohle.
- Verdrängen der anorganischen Halogenide durch Waschen der Aktivkohle mit einer Nitrat-Lösung.
- Verbrennen der beladenen Aktivkohle in einem Sauerstoffstrom bei mindestens 950 °C.
- Absorption der entstandenen Halogenwasserstoffe in wässriger Phase und nachfolgende ionenchromatographische Bestimmung der Halogenidionen.
- Proben für die AOF-Bestimmung werden im Vergleich zu den Proben für die Bestimmung von AOCl, AOBr und AOI unterschiedlich behandelt. Proben für die AOF-Bestimmung werden nicht angesäuert. Die Adsorption erfolgt unter unveränderten pH-Bedingungen. Das Waschen erfolgt mit einer neutralen Waschlösung. Proben für die Bestimmung des AOCl, AOBr und AOI werden mit Salpetersäure auf einen pH-Wert < 2 eingestellt, die Adsorption und das Waschen erfolgen im salpetersauren Milieu. Für die Bestimmung des AOF erfolgt die Verbrennung der beladenen Aktivkohle unter Zufuhr von Wasser (Hydropyrolyse). Das dadurch veränderte Volumen der Absorptionslösung wird für die Berechnung der Konzentration berücksichtigt (z. B. durch Ermittlung der Wiederfindung eines internen Standards). Die hydropyrolytische Verbrennung stört die Bestimmung von AOCl, AOBr und AOI nicht. Die ionenchromatographische Trennung erfolgt an einem Anionenaustauschharz als stationärer Phase. Wässrige Lösungen von Salzen schwacher ein- und zweibasischer Säuren werden als Eluenten für die isokratische oder Gradienten-Elution eingesetzt.
- Der Nachweis erfolgt mittels Leitfähigkeitsdetektion (LFD). Die Leitfähigkeit der Eluenten wird mittels Suppressor-Vorrichtung (Kationenaustauscher) herabgesetzt.
- Die UV-Detektion (UVD) darf ebenfalls eingesetzt werden, auch in Kombination mit der LFD.

ANMERKUNG Ein UV-Detektor wird für die Durchführung dieser Analyse nicht benötigt. Er ist aber hilfreich für die Bestimmung von Bromid und Iodid, wenn eine höhere Empfindlichkeit erforderlich ist oder im Fall einer Matrixstörung der LFD. Der UV-Detektor misst die Absorption der eingestrahlten UV-Strahlung. Die Messwellenlänge beträgt für Bromid $\lambda = (215 \pm 10)$ nm und für Iodid $\lambda = (226 \pm 10)$ nm.

6 Bezeichnung

Verfahren zur Bestimmung von adsorbierbarem organisch gebundenem Fluor, Chlor, Brom und Iod (AOF, AOCl, AOBr, AOI) mittels Verbrennung und nachfolgender ionenchromatographischer Messung (H 59).

Verfahren DIN 38409 — H 59

7 Reagenzien und Gase

7.1 Allgemeines

Nur Reagenzien mit dem Reinheitsgrad „zur Analyse“ verwenden, sofern erhältlich. Wenn nicht anders angegeben, sind die Reagenzien mit einer Genauigkeit von $\pm 1\%$ der nominalen Masse zu wägen. Handelsübliche Lösungen gleicher Qualität dürfen verwendet werden. Falls erforderlich, dürfen alternative Volumina und Konzentrationen zu den in diesem Abschnitt beschriebenen Lösungen hergestellt und verwendet werden.

Sämtliche Reagenzien sind gegebenenfalls auf ihren Beitrag zum Blindwert zu prüfen.

7.2 Wasser, mit einem spezifischen elektrischen Widerstand $\geq 18 \text{ M}\Omega \text{ cm}$ (25 °C).

7.3 Reagenzien für die Probestabilisierung und -vorbehandlung.

7.3.1 Salpetersäure, $w(\text{HNO}_3) = 65\%$.

7.3.2 Natriumsulfit, Na_2SO_3 .

7.3.2.1 Natriumsulfit-Lösung, $c(\text{Na}_2\text{SO}_3) = 1 \text{ mol/l}$.

In einem 1 000-ml-Messkolben 126 g Na_2SO_3 (7.3.2) in Wasser (7.2) lösen und mit Wasser (7.2) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, bei $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$ aufbewahrt, vier Wochen haltbar.

7.3.3 Iodstärkepapier.

7.3.4 Kaliumiodid, KI.

7.3.5 Stärkelösung, Massenanteil von 1 %.

7.4 Reagenzien und Gase für die Anreicherung, Verbrennung und Absorption

7.4.1 Aktivkohle mit einer Iodzahl $> 1\,050 \text{ mg/g}$.

Geeignete natürliche Aktivkohlen weisen Korngrößen im Bereich von etwa 50 μm bis 150 μm auf. Synthetische Materialien mit größeren spezifischen Oberflächen dürfen auch mit größeren Korngrößen eingesetzt werden.

Zur Bestimmung der Adsorptionskapazität können verschiedene Verfahren angewendet werden. Eines dieser Verfahren ist z. B. in DIN EN 12902 beschrieben. Die Iodzahl gibt einen Hinweis auf die Adsorptionskapazität der Aktivkohle.

Die Halogenblindwerte der Aktivkohle können durch Analyse von z. B. 100 mg der mit 100 μl Wasser (7.2) befeuchteten Aktivkohle, die auch bei der Analyse der Proben eingesetzt wird, geprüft werden. Das Ergebnis dient als Hinweis auf relevante Verunreinigungen. Analytisch entscheidend ist letztendlich der Verfahrensblindwert.

ANMERKUNG 1 Aktivkohlequalitäten mit Korngrößen $< 50 \mu\text{m}$ können zu einer Blockade der Anreicherungsäule führen.

ANMERKUNG 2 Um zu verhindern, dass die Aktivkohle bei der Lagerung durch Adsorption von halogenhaltigen Verbindungen aus der Laborluft verunreinigt wird, ist es hilfreich den Aktivkohlevorrat in einem luftdicht verschlossenen Behälter (z. B. Aluminiumschraubflasche, halogenpolymerfreie Kunststoffflasche, o. ä.) zu lagern und je Nutzungstag nur so viel zu entnehmen wie für die vorgesehene Probenserie benötigt wird. Es empfiehlt sich, diese Menge in einem separaten Gefäß aufzubewahren.

Die Eignung einer Aktivkohlecharge ist anhand des Blindwerts und der Wiederfindungen von Fluor, Chlor, Brom oder Iod aus Modellsubstanzen über das Gesamtverfahren nach Anhang A, Anhang B, Anhang C und Anhang D zu prüfen. Als Prüfstandards sind die in Anhang A, Anhang B, Anhang C und Anhang D genannten Verbindungen einzusetzen.

7.4.2 Natriumnitrat, NaNO_3 .

7.4.2.1 Neutrale Nitrat-Stammlösung, $c(\text{NaNO}_3) = 2 \text{ mol/l}$ für die AOF-Bestimmung.

In einem 1 000-ml-Messkolben 170 g Natriumnitrat (7.4.2) in Wasser (7.2) lösen und mit Wasser (7.2) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, in einer Braunglasflasche aufbewahrt, sechs Monate haltbar.

7.4.2.2 Neutrale Nitrat-Waschlösung, $c(\text{NaNO}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$ für die AOF-Bestimmung.

In einen 1 000-ml-Messkolben 5 ml neutrale Nitrat-Stammlösung (7.4.2.1) pipettieren und mit Wasser (7.2) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, in einer Braunglasflasche aufbewahrt, vier Wochen haltbar.

7.4.2.3 Salpetersaure Nitrat-Stammlösung, $c(\text{NaNO}_3) = 2 \text{ mol/l}$ für die AOCl-, AOBr-, und AOI-Bestimmung

In einem 1 000-ml-Messkolben 170 g Natriumnitrat (7.4.2) in Wasser (7.2) lösen, 25 ml Salpetersäure (7.3.1) zufügen und mit Wasser (7.2) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, in einer Braunglasflasche aufbewahrt, sechs Monate haltbar.

7.4.2.4 Salpetersaure Nitrat-Waschlösung, $c(\text{NaNO}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$, $\text{pH} \approx 1,7$ für die AOCl-, AOBr- und AOI-Bestimmung.

In einen 1 000-ml-Messkolben 5 ml salpetersaure Nitrat-Stammlösung (7.4.2.3) pipettieren und mit salpetersaurem Verdünnungswasser (7.4.6) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, in einer Braunglasflasche aufbewahrt, vier Wochen haltbar.

7.4.3 Ethanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, absolut.

7.4.4 Standardlösungen für die Prüfung über das Gesamtverfahren nach Abschnitt 11

Organische Einzel- und Mehrkomponenten-Stammlösungen mit entsprechender und erforderlicher Spezifikation dürfen, sofern im Handel erhältlich, verwendet werden. Diese Lösungen sind sechs Monate haltbar. Die Angaben des Herstellers sind zu beachten. Alternativ dürfen Stammlösungen durch Wägung hergestellt werden. Siehe Anhang A, Anhang B, Anhang C und Anhang D.

7.4.5 Verdünnungswasser und Blindwertlösung für die Ermittlung des AOF-Gesamtblindwerts

100 ml Wasser (7.2).

7.4.6 Salpetersaures Verdünnungswasser und Blindwertlösung für die Ermittlung der AOCl-, AOBr- und AOI-Gesamtblindwerte

100 ml Wasser (7.2), angesäuert mit 0,2 ml Salpetersäure (7.3.1).

7.4.7 Sauerstoff, oder ein Gemisch aus Sauerstoff und Inertgas (z. B. Argon)

ANMERKUNG 1 Die Gasqualitäten Sauerstoff $\geq 99,995 \%$ und Argon $\geq 99,998 \%$ haben sich bewährt.

ANMERKUNG 2 Die Verwendung von Argon hat sich bei Verwendung von mit Zellulosewatte gepackten Adsorptionssäulen bewährt. Adsorptionssäulen, die mit Keramikwatte oder Quarzwolle gestopft sind, können gegebenenfalls ohne die Verwendung von Schutzgas verbrannt werden. Für eine rückstandsfreie Umsetzung von mit z. B. Zellulosewatte gepackten Adsorptionssäulen sollte in der Regel ein Schutzgas (z. B. Argon) verwendet werden. Andernfalls kann es zu einer unvollständigen Umsetzung mit entsprechenden Fehlbefunden kommen.

7.4.8 Absorptionslösung für die Verbrennungsgase

Wasser (7.2). Alternativ dürfen Lösungen nach C.5.5 und D.5.5 für die Absorption hergestellt werden.

Der Einsatz eines internen Standards in der Absorptionslösung ist erforderlich, falls das Volumen der Absorptionslösung vor der Probenaufgabe in die Ionenchromatographie nicht bestimmt werden kann. Als interne Standards können beispielsweise Methansulfonsäure- oder Phosphat-Lösungen eingesetzt werden (7.5.5).

ANMERKUNG Die Zugabe von Reduktionsmitteln, z. B. Wasserstoffperoxid im alkalischen Milieu, kann für die Bestimmung des Broms und Iods (C.5.5 und D.5.5) erforderlich sein.

7.5 Reagenzien für die Ionenchromatographie

7.5.1 Eluenten

Als Eluenten dürfen Carbonat-, Hydrogencarbonat-, Hydroxid-Salze, z. B. manuell, automatisiert oder elektrochemisch in situ erzeugt, verwendet werden. Die Wahl des Eluenten hängt von der gewählten Säule und dem Detektor ab; die Hinweise des Säulenherstellers beachten. Die gewählte Kombination von Trennsäule und Eluent muss die Anforderung an die geforderte Peakauflösung nach 8.7 erfüllen. Die Eluenten dürfen solange verwendet werden, wie die Anforderungen nach 8.7 erfüllt werden. Ein Beispiel für einen geeigneten Eluenten ist in 7.5.2.2 beschrieben.

Die Eluenten, wenn nötig, entgasen. Während des Betriebes ist eine erneute Gasaufnahme zu verhindern (z. B. durch Helium-Überlagerung oder Inline-Entgaser).

7.5.2 Natriumcarbonat, Na_2CO_3

7.5.2.1 Natriumcarbonat-Konzentrat, $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,09 \text{ mol/l}$.

9,54 g Natriumcarbonat (7.5.2) in einem 1 000-ml-Messkolben in Wasser (7.2) lösen und mit Wasser (7.2) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, bei $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$ aufbewahrt, sechs Monate haltbar.

7.5.2.2 Natriumcarbonat-Eluent, $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,009 \text{ mol/l}$.

Der folgende Eluent ist für die Bestimmung der in 7.5.3 genannten Ionen geeignet: 100 ml des Natriumcarbonat-Konzentrats (7.5.2.1) in einen 1 000-ml-Messkolben pipettieren und mit Wasser (7.2) bis zur Marke auffüllen.

7.5.3 Fluorid-, Chlorid-, Bromid- und Iodid-Stammlösungen, jeweils $\rho = 1\,000 \text{ mg/l}$.

Einzelanionen- und Mischanionen-Stammlösungen sind in ausreichend hoher Qualität im Handel erhältlich. Diese Lösungen gelten als mehrere Monate haltbar. Zur alternativen, manuellen Herstellung von Stammlösungen siehe Tabelle 1. Die Salze werden entsprechend nach angemessener Trocknung in Wasser (7.2) gelöst. Mischstandardlösungen in geeigneten Konzentrationen mit mindestens fünf unterschiedlichen Konzentrationen für die Kalibrierungen verwenden.

Tabelle 1 — Einwaage und Vorbehandlung für die Stammlösungen

Anion	Salz ^a	Einwaage (g) in 1 000 ml	Vorbehandlung durch Trocknung bei (105 ± 5) °C für mindestens
Fluorid	NaF	2,210	1 h
Chlorid	NaCl	1,648	2 h
Bromid	NaBr	1,288	6 h
Iodid	NaI	1,181	3 h
^a Andere Salze, die die erforderlichen Spezifikationen erfüllen, dürfen verwendet werden.			

7.5.4 Fluorid-, Chlorid-, Bromid- und Iodid-Kalibrierlösungen

7.5.4.1 Allgemeines

In Abhängigkeit von den erwarteten Konzentrationen sind Einzel- oder Mischstandardlösungen mit Fluorid-, Chlorid-, Bromid- und Iodid-Gehalten aus den Stammlösungen (7.5.3) herzustellen. Das folgende Beispiel beschreibt die Herstellung von Mischstandardlösungen.

Die Standardlösungen werden in Polyethen- oder Glasbehältern gelagert.

7.5.4.2 Beispiel für eine Fluorid-, Chlorid-, Bromid- und Iodid-Mischstandardlösung, jeweils $\rho = 10 \text{ mg/l}$.

Jeweils 1,0 ml der Stammlösungen (7.5.3) werden in einen 100-ml-Messkolben pipettiert und mit Wasser (7.2) bis zur Marke aufgefüllt.

Die Lösungen sind bei $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$ in Polyethenbehältern gelagert für eine Woche haltbar.

7.5.4.3 Fluorid-, Chlorid-, Bromid- und Iodid-Kalibrierlösungen.

Je nach erwarteten Konzentrationen in der Probe werden aus der Mischstandardlösung (7.5.4.2) z. B. fünf bis zehn Kalibrierlösungen, deren Konzentrationen so gleichmäßig wie möglich über den erwarteten Arbeitsbereich verteilt sind, hergestellt.

Für den Bereich z. B. von 0,05 mg/l bis 0,5 mg/l wird wie folgt vorgegangen:

In eine Reihe von 20-ml-Messkolben die folgenden Volumina:

100 µl, 200 µl, 300 µl, 400 µl, 500 µl, 600 µl, 700 µl, 800 µl, 900 µl und 1 000 µl der Mischstandardlösung (7.5.4.2) pipettieren und mit Wasser (7.2) bis zur Marke auffüllen.

Die Anionenkonzentrationen in diesen Kalibrierlösungen betragen: 0,05 mg/l; 0,1 mg/l; 0,15 mg/l; 0,2 mg/l; 0,25 mg/l; 0,3 mg/l; 0,35 mg/l; 0,4 mg/l; 0,45 mg/l und 0,5 mg/l.

Die Lösungen müssen am Tag ihres Gebrauchs hergestellt werden.

ANMERKUNG Für die Beurteilung etwaiger chromatographischer Störungen durch koeluierende Ionen ist die Zugabe weiterer Anionen, z. B. Nitrat, Nitrit, Sulfat, Phosphat, Iodat, Bromat, Sulfit, Chlorit und Chlorat zur Kalibrierlösung hilfreich.

7.5.5 Interner Standard

Als interner Standard dürfen z. B. Natriummethansulfonat- oder Phosphat-Lösungen verwendet werden. In 7.5.5.3 wird die Herstellung einer Natriummethansulfonat-Lösung als Beispiel für einen geeigneten internen Standard beschrieben.

7.5.5.1 Natriummethansulfonat, $\text{CH}_3\text{SO}_3\text{Na}$.

7.5.5.2 Natriummethansulfonat-Lösung, $\rho(\text{CH}_3\text{SO}_3\text{Na}) = 500 \text{ mg/l}$.

500 mg Natriummethansulfonat (7.5.5.1) in einen 1 000-ml-Messkolben in der Absorptionslösung (7.4.8) lösen und mit Absorptionslösung (7.4.8) bis zur Marke auffüllen.

7.5.5.3 Absorptionslösung mit internem Standard Natriummethansulfonat, $\rho(\text{CH}_3\text{SO}_3\text{Na}) = 1 \text{ mg/l}$.

2 ml der Natriummethansulfonat-Lösung (7.5.5.2) in einen 1 000-ml-Messkolben pipettieren und mit Absorptionslösung (7.4.8) bis zur Marke auffüllen.

Die Lösung ist, bei $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$ aufbewahrt, mindestens drei Monate haltbar.

7.5.6 Blindwertlösung für die Ionenchromatographie

Einen Messkolben, z. B. 100 ml, mit Wasser (7.2) füllen.

8 Geräte und Materialien

Es ist darauf zu achten, dass entsprechend dem Untersuchungsziel, nur solche Materialien eingesetzt werden, die keinen signifikanten Beitrag zum Blindwert liefern (z. B. Verwendung von halogenfreien Materialien für z. B. Ventile, Schläuche usw.).

Übliches Laborgerät und insbesondere Folgendes.

8.1 Filtrationsgerät, z. B. mit einem Filtertrichter, Fassungsvermögen $V = 0,15 \text{ l}$, Filterdurchmesser 25 mm, Filtrationseinheit für Über- oder Unterdruckfiltration.

8.2 Polycarbonat-Membranfilter, z. B. Durchmesser 25 mm und Porenweite $0,45 \mu\text{m}$, oder gleichwertiges Filtermaterial.

8.3 Gerät zur Anreicherung an Aktivkohle mit dem Säulenverfahren

Geeignete Pumpe, z. B. Kolbenpumpe mit Polypropylen-Schlauch, Einrichtung (z. B. automatischer Probenwechsler) für den homogenen Probentransfer z. B. Magnetprüher, Adsorptionssäulen gepackt mit Aktivkohle, Innendurchmesser z. B. etwa 3 mm, Länge 40 mm bis 50 mm, vertikal in Serie angeordnet. Andere Säulendimensionen sind zulässig. Die Proben von oben auf die Säule geben und mit Überdruck durch die Säule fördern.

8.4 Keramikwatte oder Zellulosewatte oder anderes geeignetes Material, zur Fixierung der Aktivkohle in den Säulen.

8.5 Gerät für Verbrennung und Absorption

8.5.1 Verbrennungsapparatur, bestehend aus einem Ofen, aufheizbar auf mindestens 950°C , mit Verbrennungsrohr aus Quarzglas oder Keramik. Sowohl vertikal als auch horizontal angeordnete Verbrennungsrohre sind gebräuchlich. Für die Bestimmung des AOF ist ein Ofen mit einer Vorrichtung für die Hydropyrolyse erforderlich (Beispiel siehe Bild 1).