

# AOX-Probenvorbereitung

Probenvorbereitung für wässrige AOX-Proben  
nach Säulenmethode

AOX-Probenvorbereitung



# Das A und O der AOX-Probenvorbereitung

Probenvorbereitung nach Säulenmethode für schnelle, einfache und automatisierte Analysen.

Die AOX-Analyse von wässrigen Proben wie z.B. Abwasser, Oberflächenwasser und Flusswasser wird durch zahlreiche internationale Normen geregelt. Ein entscheidender Schritt bei der Analytik ist die Probenvorbereitung. Sie erfolgt in der Regel entweder nach der Schüttelmethode oder der Säulenmethode. Doch welches ist die beste Methode zur Probenvorbereitung?



Die Schüttelmethode (Batch-Methode) ist zwar oft die Methode der Wahl, aber sie ist sehr mühsam, erfordert die volle Aufmerksamkeit des Bedienenden und die Gesamtzeit pro Probe ist nicht vorhersehbar, insbesondere wenn partikelhaltige Proben analysiert werden müssen.

Analytik Jenas Systeme für die Säulenmethode können gut mit Partikeln umgehen, bieten Möglichkeiten zur Automatisierung und reduzieren Arbeitsschritte und mögliche Fehler. AOX-Ergebnisse werden so besser vergleichbar und Sie sparen Zeit und Analysekosten.



Abb. 1: APU 28 connect

## Ihre Vorteile durch die Säulenmethode:

- Fest definierte Zeit pro Probe
- Automatisierter Workflow
- Kosteneffizienteste Routine
- Vergleichbare Ergebnisse

## Herausforderungen in der AOX-Analyse wässriger Proben

Wasserproben, die z. B. nach ISO 9562, EPA 1650C oder EPA 9020B analysiert werden, können Partikel und/oder einen hohen Salzgehalt enthalten. Anorganische Salze in Wasserproben stören die Adsorption an der Oberfläche der Aktivkohle erheblich. Partikel führen dazu, dass Filtrationsschritte im Batch-Verfahren nicht exakt terminiert werden können. Außerdem können Schläuche und/oder Säulen herkömmlicher Säulensysteme verstopfen. Für beides bietet Analytik Jena Lösungen an.

### Partikelhaltige Proben

Bei der Säulenmethode werden mindestens zwei vorgefüllte Quarzcontainer mit 2 x 50 mg Aktivkohle verwendet, die einzeln analysiert werden können und somit einen Hinweis auf die Richtigkeit der Adsorption (Durchbruch) geben. Das stellt sicher, dass die AOX-Ergebnisse korrekt sind.

Neben dem Duplexsäulenhalter bietet Analytik Jena auch eine Triplex-Lösung an, die die Handhabung partikelreicher Proben verbessert. Die dritte Säule besteht ebenfalls aus Quarz, enthält Quarzwolle und wird in Reihe mit den anderen Säulen installiert (Vorfilter).

Die Partikel werden von der Quarzwolle aufgefangen, der gelöste AOX-Anteil kann leicht adsorbiert werden. Somit wird ein Verstopfen der Aktivkohlecontainer vermieden. Schließlich sind die mit AOX beladenen Aktivkohlecontainer fertig vorbereitet. Der Vorfilter kann ebenfalls der AOX-Analyse zugeführt werden. So können Anwender auch zwischen partikelgebundenem und gelöstem AOX unterscheiden.

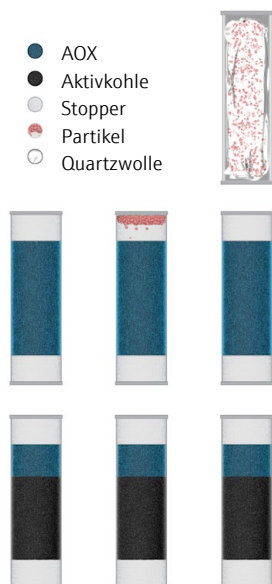


Abb. 2: links: AOX-Säulen mit partikelfreier AOX-Probe, Mitte: AOX-Säulen mit Partikeln, die das erste Rohr verstopfen, rechts: AOX-Säulen und Vorfilter (Triplex) zur Abtrennung hoher Partikelbelastung aus der AOX-Probe

### Salzhaltige Proben

Bei Proben mit hoher anorganischer Salzlast ist der AOX-Gehalt einer wässrigen Probe oft gleichmäßiger auf beide Aktivkohlesäulen des Duplexsäulenhalters verteilt. Da anorganisches Chlorid die freien Adsorptionsplätze auf der Aktivkohle des ersten Rohrs ebenfalls „besetzt“, ist der resultierende AOX-Wert häufig nicht zuverlässig bestimmbar. Daher sollte das anorganische Chlorid vor der AOX-Adsorption aus den wässrigen Proben abgetrennt werden, wofür der SPE-AOX-Ansatz verwendet wird.

Der SPE-AOX-Ansatz umfasst folgende Schritte:

- 1) Konditionierung der SPE-Kartusche mit Methanol
  - 2) Zugabe der Probe, die anorganische Salze und AOX enthält, wobei letztere am Polymer verbleiben
  - 3) Spülen mit nitrathaltiger Waschlösung oder  $H_2O$ , um anorganisches Salz zu entfernen
  - 4) Eluierung von AOX aus dem Polymer in Transferkolben
- Anschließend wird die erhaltene Probe der AOX-Adsorption an der Aktivkohle im Duplexsäulenhalter unterzogen.

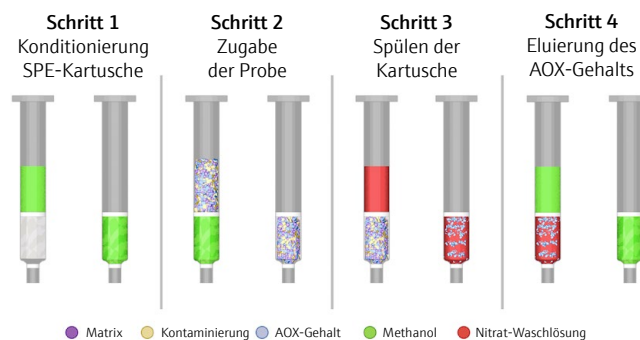


Abb. 3: SPE – Vorbereitungsschritte vor der Adsorption auf Aktivkohle

### Nachteile der Batch-Methode (partikelhaltige Proben)

- Nur 1 x 50 mg
- Keine Information über die Vollständigkeit der Adsorption (Durchbruch)
- Unsicherheit über die Richtigkeit der Ergebnisse
- Keine Möglichkeit, Partikel zu trennen
- Keine Informationen über die Spezies (gebunden oder gelöst)

### Nachteile der Batch-Methode (SPE-AOX)

- Zusätzliches Zubehör für SPE-Probenvorbereitung erforderlich
- Keine Automatisierung des Arbeitsablaufes
- Unsicherheit über die Korrektheit der Ergebnisse
- Risiko der Exposition gegenüber flüchtigem Methanol
- Sehr zeitaufwändig

# Produktübersicht

Automatisierung ist ein entscheidender Faktor für eine effiziente Probenvorbereitung. Der ideale Partner für die **APU 28 connect** ist Analytik Jena AOX-Analysator **multi X 2500**. Zusammen mit dem Autosampler autoX 112 ermöglicht das Setup die Bearbeitung von 112 Proben im 24-Stunden-Betrieb.

Der multi X 2500 ist universell einsetzbar für die Analyse von Proben, die nach der Säulen- oder Batch-Methode aufbereitet werden. Weitere Anwendungen sind EOX, POX, die Bestimmung von TOC in Abwasser und TCI in organischen Feststoffen und Flüssigkeiten.

Ein weiteres AOX-Probenvorbereitungssystem von Analytik Jena ist die **APU sim**. Sie ist besonders geeignet für ein geringes Probenaufkommen und bietet die gleichzeitige Anreicherung von bis zu 6 Proben nach der Säulenmethode. Das System ist auch für partikelhaltige und salzhaltige Proben bestens geeignet.



Abb. 4: APU sim



Abb. 5: multi X 2500 AOX-Analysator

## Hauptsitz

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

Tel +49 3641 77 70  
Fax +49 3641 77 9279  
info@analytik-jena.de  
www.analytik-jena.de

Bilder: Analytik Jena GmbH+Co. KG, © Titelfoto: Pixabay/ronymichaud  
Änderungen in Ausführung und Lieferumfang sowie technische Weiterentwicklung vorbehalten!