

Newsletter 01/2018

Adsorbierbares organisch gebundenes Fluor (AOF) Halogenanalytik mittels Combustion-Ionenchromatographie (c-IC)

Eine neue Norm zur Bestimmung des adsorbierbaren organisch gebundenen Fluors (AOF) als Summenparameter in Wässern ist in Vorbereitung. Die Arbeiten sind weit fortgeschritten, so dass in Kürze mit einer Fertigstellung gerechnet werden kann. Überwachende Behörden drängen bereits auf die schnelle Verfügbarkeit des normierten Verfahrens zur Überwachung. Nach Probenvorbereitung in Anlehnung an den AOX wird die finale Analytik mittels Combustion-Ionenchromatographie (c-IC) als bekanntes, nachweisstarkes Verfahren durchgeführt.



Abbildung 1: combustion-Ionenchromatograph und Anreicherung30

Der Hintergrund

Der Parameter „Adsorbierbare organisch gebundene Halogene“ (AOX) hat in den vergangenen Jahrzehnten mit dazu beigetragen, die Gewässergüte drastisch zu verbessern. Der AOX ist aufgrund der microcoulometrischen Detektion nicht in der Lage, fluororganische Verbindungen zu erfassen. Damit ist der AOX für die Substanzklasse der per- oder teilfluorierten Kohlenwasserstoffverbindungen (PFAS) als Summenparameter nicht einsetzbar. PFAS finden heute in einer Vielzahl von Alltagsanwendungen wie z.B. Textilbeschichtungen,

Papierimprägnierungen, Feuerlöschmittel usw. Verwendung und treten somit in Abwässern auf. Sie sind stark persistent, bioakkumulierend und giftig. PFAS sind bisher nur durch aufwändige Einzelsubstanzbestimmungen ausgewählter Verbindungen mit z.B. LC-MS/MS erfasst worden. Vor allem Perfluoroktansulfonsäure (PFOS) und Perfluorooctansäure (PFOA) haben im Fokus der Überwachung gestanden. Andere industrielle Substanzen und fluoridierte Abbauprodukte, die in der Umwelt durch abiotische und biologische Prozesse entstehen, werden bisher nicht erfasst.

Hierbei soll der neue Summenparameter AOF helfen.

Das analytische Verfahren

Mittels Kombination aus hydrolytischer Verbrennungsaufschluss und Ionenchromatographie (c-IC - Combustion-Ionenchromatographie) steht ein etabliertes analytisches Verfahren zur Verfügung, welches Fluor nach Probenvorbereitung in Anlehnung an den AOX (Adsorption auf Aktivkohle) als AOF (adsorbierbares organisch gebundenes Fluor) erfasst. Die c-IC besteht aus bewährten Komponenten: dem Mitsubishi AQP-2100H und einem

Thermo Fisher Ionenchromatographen (Abb.1).
Bei diesem Verfahren werden die zuvor auf Aktivkohle angereicherten Proben auf Keramikscheffchen bei 950 °C in einer

Wasserdampfatmosphäre verbrannt und die Verbrennungsgase in einer Absorptionslösung aufgefangen. Aus dieser Absorptionslösung wird automatisch ein Aliquot an die

Ionenchromatographie übergeben (Abb. 2).

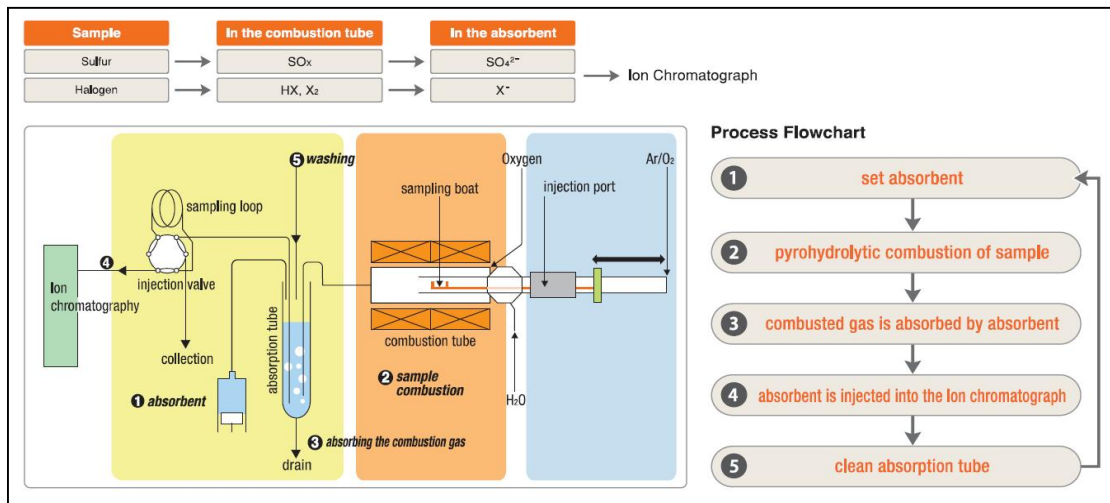


Abbildung 2: Funktionschema der combustion-IC

Die Abbildung 3 zeigt Linearität und Abbildung 4 die Wiederfindung des AOF in Form von Modelverbindungen über einen Messbereich von 1 bis 100 µg/l. Bemerkenswert ist der niedrige Verfahrensblindwert, der durch den Einsatz spezieller Kohlen/Säulen, fluorfreier Komponenten in Probenvorbereitung,

Verbrennung und Ionenchromatographie sowie den Einsatz hochreiner Keramikkomponenten im Verbrennungssystem erreicht werden kann. Die Detektion als Halogenidanionen ermöglicht nicht nur eine Bestimmung des AOF, sondern parallel auch die Auftrennung des AOX in seine Einzelkomponenten AOCl, AOBr

und AOI. Hierdurch sind weitere, bisher nicht erhältliche Informationen über die genaue Zusammensetzung des AOX zugänglich.

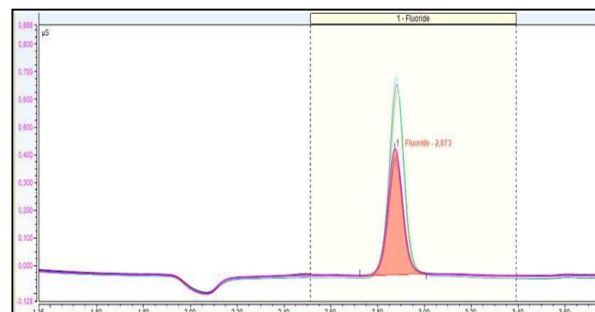
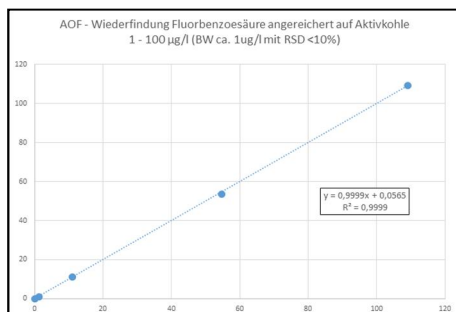


Abbildung 3: Linearität

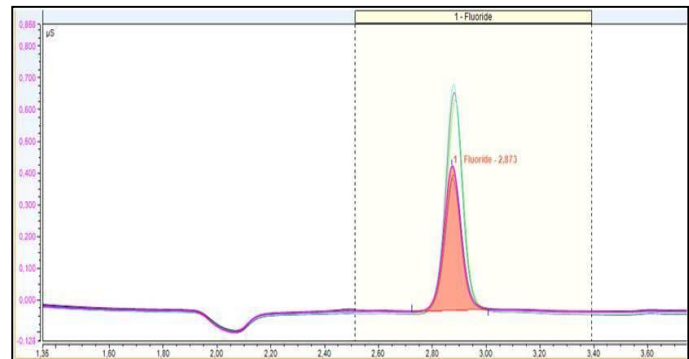
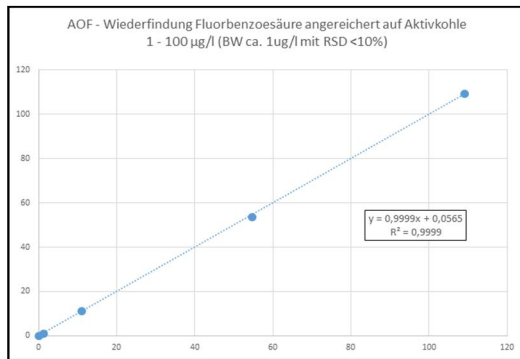


Abbildung 4: Wiederfindung

Dank ausgereifter und etablierter Technik sind die Probenvorbereitungssysteme sowie die combustion-IC in der Lage die Anforderungen an niedrigste Nachweis- und Bestimmungsgrenzen zu erfüllen. Für unsere combustion-IC ist der AOF „nur“ eine weitere spannende Applikation.

Sollten Sie weitere Fragen zum AOF oder anderen Anwendungen der combustion-IC haben, helfen wir Ihnen gerne weiter. Testmessungen an ihren Proben oder Gerätevorführung führen wir gerne für sie durch.

Eine Übersicht zu unseren weiteren instrumentellen Lösungen zur Halogen-, Schwefel-,

Stickstoff-, TOC- oder Quecksilberanalytik finden sie im Anhang der Begleitmail und unter: www.a1-envirotech.de.

Oder Sie besuchen uns auf der Analytica und/oder der Achema. Auf beiden Messen stellen wir die Systeme aus.



10. bis 13. April 2018
Messe München
Halle A1 Stand 306



11. - 15. Juni 2018
Frankfurt am Main
Halle 4.2 L2