

verdunningsfactor bedraagt 20 en er wordt niet meer verdund dan nodig, zie voorbeelden in onderstaande tabel.

Voor de bepaling van het halogenide gehalte wordt verwezen naar de spectrofotometrische bepaling met de thiocynaatmethode (bv. WAC/III/C/002) en de titrimetrische methode.

Voor de bepaling van het DOC gehalte wordt verwezen naar WAC/III/D/050 (de filtratie over een 0.45 µm membraanfilter wordt uitgevoerd in het laboratorium).

Tabel 1: voorbeelden van verdunning

Gehalte anorg. chloriden (g/l)	Gehalte DOC (mg/l)	Berekende verdunningsfactor	Toe te passen verdunningsfactor
1.5	50	1.5	2
0.8	135	1.35	2
3.5	200	3.5	4
25	250	25	20
5	5000	50	20

Gehalte anorg. chloriden (g/l)	Gehalte DOC (mg/l)	Verdunningsfactor
1.5	50	2
0.8	165	2
3.5	200	4
25	250	20
5	5000	20

7.2 ADSORPTIE AAN ACTIEVE KOOL

- Breng in een erlenmeyer van 250 ml, na voorafgaande testen van het watermonster (7.1), 100 ml van het gehomogeniseerde water ofwel het verdunde watermonster
- Voeg 5 ml nitraatstockoplossing (5.7) toe.
- Voeg ± 50 mg actieve kool toe en schud het geheel gedurende minstens 1 uur.
- Installeer een frit (of filter) in de filtreereenheid en breng het actieve kool/watermengsel kwantitatief hierin over en filtreer onder druk (2 bar).
- Was de filterkoek met in totaal 25 ml nitraatwasoplossing 0.01M (5.9), opgebracht in verschillende porties; spoel na met 25 ml ultrapuur water.
- Verwijder onder druk het waswater uit de actieve kool.
- Plaats de frit met actieve kool omgekeerd in het filtersysteem, spoel onder druk de actieve kool van de frit met 50 ml NaNO₃ 0.04M wasoplossing (5.8) en vervolgens 50 ml water en vang het geheel op in een erlenmeyer.
- Schud het geheel gedurende 30 min.
- Installeer de frit opnieuw in de filtreereenheid en filtreer onder druk.
- Was de filterkoek met in totaal 25 ml nitraatwasoplossing 0.01M (5.9), opgebracht in verschillende porties; spoel na met 25 ml ultrapuur water.
- Verwijder onder druk zoveel mogelijk het waswater uit de actieve kool.
- Breng de frit met actieve kool over naar de inlaatmodule van het meettoestel.

Opm.: Indien de actieve kool suspensie zich moeilijk laat filtreren omwille van de aanwezigheid van fijne gesuspendeerde deeltjes kan het watermonster voorafgaand verdund worden (voor zover dit nog niet gebeurd is omwille van halogenide of DOC gehalte). Alternatief wordt afgefilterd over een glasvezelfilter, gedecanteerd of gecentrifugeerd. Geef in het verslag aan dat de bepaling

gebeurd is op een resp. gefiltreerd, gedecanteerd of gecentrifugeerd monster wegens moeilijkheden bij de afzondering van de actieve kool. Vermeld ook, in geval van afzondering van de deeltjes, dat het AOX resultaat enkel betrekking heeft op de opgeloste organohalogenen fractie. *Opm.:* Vermijd volledig drogen van de actieve kool na filtratie om contaminatie vanuit de labo-omgeving te vermijden.

7.3 VERBRANDING EN COULOMETRISCHE TITRATIE

Voor de bediening en instellingen van de coulometer wordt verwezen naar de handleiding van het apparaat. De verbranding gebeurt bij een temperatuur van minstens 950°C en bij een zuurstofstroom van ca 150 ml/min.

Registreer na verbranding voor de blanco's (9.1), de monsters en controlemonsters (9.3) de gemeten waarde van de argentometrische titratie, weergegeven in Coulomb, of de door de software van het apparaat berekende concentratie in µg Cl/l.

Voor monsters (al dan niet verdund) met een AOX waarde hoger dan 250 µg Cl/l dient een verdunning ingezet te worden.

8 BEREKENING

Voor de berekening van de AOX waarde voor monsters en controlemonsters (9.3) wordt rekening gehouden met de opgemeten waarde voor de procedureblanco (9.1) en het volume watermonster dat ingezet werd. Het adsorbeerbaar organisch halogeengehalte wordt berekend als:

$$C_{Cl}(AOX) = \frac{(Q_m - Q_b) \cdot M}{V \cdot F} \cdot 10^6$$

met

$C_{Cl}(AOX)$ = concentratie adsorbeerbaar organisch gebonden halogeen (µg Cl/l)

Q_m = aantal Coulomb (mC) gemeten voor het (verdunde) monster

Q_b = aantal Coulomb (mC) gemeten voor de procedureblanco

V = aangewende monstervolume (ml)

M = atoommassa Cl (35,4527 g/mol)

F = constante van Faraday (96484,56 C/mol)

9 KWALITEITSCONTROLE

9.1 BLANCOBEPALINGEN

9.1.1 ACTIEVE KOOL BLANCO

Bij elke nieuwe batch actieve kool, verbrand ± 50 mg onbeladen actieve kool. De waarde van 10 µg Cl per gram actieve kool mag niet overschreden worden (resulteert in een AOX gehalte van 5 µg Cl/l)

9.1.2 PROCEDUREBLANCO

Analyseer bij elke meetreeks 100 ml aangezuurd water waaraan 5 ml nitraatstockoplossing en 0.1 g chloride (0.164 g NaCl) werd toegevoegd. De procedureblanco dient dezelfde behandeling te ondergaan als de stalen. De AOX waarde van de procedureblanco moet kleiner zijn dan 15 µg Cl/l. De resultaten van de monsters dienen gecorrigeerd te worden voor de procedureblanco.

9.2 CONTROLE VAN DE TITRATIECEL

Controleer voor elke meetreeks de goede werking van de titratiecel door rechtstreekse injectie van 50 tot 80 µl van de chloride controle-oplossing (5.4). Bepaal de hoeveelheid getransfereerde lading Q en vergelijk met de theoretische lading Q_t , berekend als:

$$Q_t = V \cdot C_{Cl} \cdot F$$

met

V = het geïnjecteerd volume chloride-oplossing (in liter)

C_{Cl} = de chloride concentratie (in mol/liter)

F = de Faraday constante (96 484,56 C/mol).

De gemeten waarde mag maximaal 3% afwijken van de theoretische waarde.

9.3 CONTROLE VAN DE AOX BEPALING

9.3.1 INITIËLE CONTROLE

Een initiële controle wordt halfjaarlijks en na een ernstige instrumentele ingreep uitgevoerd. Analyseer een blancomonster (9.1.2) en tenminste 5 controle-oplossingen (5.14), waaraan 0.1 g chloride (0.164 g NaCl)/100 ml werd toegevoegd, en vergelijk de gemeten AOX-waarden met de nominale waarden. Het resultaat van de controle is aanvaardbaar indien de correlatiecoëfficiënt minstens 0.995 bedraagt en de helling van de rechte gelegen is tussen 0.95 en 1.05.

9.3.2 DAGELIJKSE CONTROLE

Controleer bij elke meetreeks de volledige procedure door analyse van de p-chloorfenol controle-oplossing van 100 µg Cl/l (5.14), waaraan 0.1 g chloride (0.164 g NaCl)/100 ml werd toegevoegd. De gemeten waarde mag maximaal 15% afwijken van de theoretische waarde.

9.3.3 MATRIX-ADDITIE

Analyseer bij elke meetreeks een monster geselecteerd uit de lopende of vorige meetreeks, waaraan een relevante hoeveelheid p-chloorfenol stockoplossing werd toegevoegd (de toegevoegde concentratie dient minstens de originele concentratie te bedragen). Bepaal de AOX-waarden en hieruit de gemiddelde terugvinding; de waarde voor de gemiddelde terugvinding dient gelegen te zijn tussen 75% en 125%.

9.3.4 DUPLOBEPALING

Analyseer bij elke meetreeks een monster in duplo. Het relatief verschil tussen de duplowaarden (verschil/gemiddelde*100) bedraagt maximaal 20%.

10 RAPPORTERING

Vermeld in het verslag:

- het AOX gehalte in $\mu\text{g Cl/l}$
- het DOC gehalte in mg/l
- het halogenide gehalte in g/l

De rapporteergrens bedraagt voor onverdunde waters maximaal $20 \mu\text{g Cl/l}$. Voor verdunde waters wordt de rapporteergrens verhoogd met de verdunningsfactor.

11 REFERENTIES

ISO 9562:2004: *Water quality – Determination of adsorbable organically bound halogens (AOX)*