

1.00675.0001

Spectroquant®
AOX Cell Test

AOX

1. Definition

AOX is taken as being the sum of all organic halogen(X) compounds (X = chlorine, bromine, and iodine) that are adsorbable to activated charcoal.

2. Method

Organic halogen compounds are adsorbed to activated charcoal and subsequently digested after any adhering inorganic halides are washed out. The resultant halide is then determined photometrically.

The adsorption method is analogous to EN ISO 9562.

3. Measuring range and number of determinations

Measuring range ¹⁾	Number of determinations
0.05 - 2.50 mg/l AOX	25

¹⁾ for the determination of concentrations > 2.5 mg/l AOX see section 7

For programming data for selected photometers / spectrophotometers see www.sigmaaldrich.com/photometry.

4. Applications

This test measures all organic halogen compounds that can be adsorbed to activated charcoal.

Sample material:

Treated wastewater (industrial and communal)
Treated electroplating wastewater
Treated chlorine-bleaching wastewater

5. Influence of foreign substances

The determination is interfered with by chloride contents exceeding 2500 mg/l or COD values exceeding 100 mg/l. Free halogens interfere with the determination from 0.1 mg/l up.

6. Reagents and auxiliaries

Please note the warnings on the packaging materials!

The reagents are stable up to the date stated on the pack when stored closed at +15 to +25 °C.

6.1 Package contents:

- 1 bottle of reagent AOX-1K
- 25 reaction cells
- 1 sheet of round stickers for numbering the cells

6.2 Also required:

Spectroquant® AOX Sample Preparation Set, Cat. No. 1.00677

Package contents:

- 1 bottle each of reagents AOX-1, AOX-2, AOX-3, and AOX-4
- 2 bottles of reagent AOX-5
- 1 bottle of reagent AOX-6
- 1 blue microspoon
- 25 adsorption columns with stoppers
- 1 graduated 12-ml plastic syringe with connector

Spectroquant® AOX Enrichment Set, Cat. No. 1.00678

Package contents:

- 2 glass reservoirs

Empty cells 16 mm with screw caps (25 pcs), Cat. No. 1.14724
Glass funnel Ø approx. 2 cm

6.3 Other reagents and accessories:

- MQuant® pH-indicator strips pH 0 - 2.5, Cat. No. 1.09540
- Spectroquant® AOX Standard, 0.2 - 2.0 mg/l, Cat. No. 1.00680
- Sodium hydroxide solution 1 mol/l Titripur®, Cat. No. 1.09137
- Nitric acid Titrisol® for 1 mol/l, Cat. No. 1.09966
- Pipettes for pipetting volumes of 0.20 and 1 ml
- Glass pipette for a pipetting volume of 7.0 ml

7. Preparation (eye protection!)

- Allow the wastewater to settle (**do not filter!**).
100 ml of wastewater free from suspended matter is required for the sample-enrichment procedure (section 7.2).
- Samples containing more than 2.5 mg/l AOX or more than 2500 mg/l Cl⁻ or with a COD of more than 100 mg/l must be diluted with distilled water.
- The pH must be within the range 6 - 7.
Adjust, if necessary, with sodium hydroxide solution or nitric acid.

Reagents and technical components for sections 7.1 to 7.3 see section 6.2

7.1 Preparation of the adsorption column

Reagent AOX-1	1 blue microspoon (50 - 60 mg)	Fill into a column using a glass funnel (place the column in an empty cell beforehand).
Reagent AOX-2	3 x 1 ml	Apply to the column with a pipette and run through the column completely. Discard the wash solution (grey).
Reagent AOX-3	3 x 1 ml	Apply to the column with a pipette and run through the column completely. Discard the wash solution (grey).
Close the outlet at the bottom of the column with the cap.		
Reagent AOX-3	1 ml	Apply to the column with a pipette.
Close the top end of the column with the stopper and swirl to eliminate any trapped air bubbles. Remove the stopper and fill the column to the brim with reagent AOX-3.		

7.2 Sample enrichment

Attach the glass reservoir to a stand in the vertical position, affix the prepared column to the lower end of the reservoir, and place a suitable vessel below the column.		
Wastewater sample	100 ml	Fill into the glass reservoir.
Reagent AOX-4	6 drops	Add. The pH should be below 2.0.
Remove the cap from the column outlet and run the contents of the glass reservoir through the column completely into the vessel (duration: 40 - 60 min). Discard the contents of the vessel. Detach the column from the reservoir and place it in an empty cell.		
Reagent AOX-3	3 x 1 ml	Apply to the column with a pipette and run through the column completely. Discard the wash solution.

7.3 Digestion

Fill the 12-ml plastic syringe with 10 ml of reagent AOX-5 bubble-free and attach the syringe with the column outlet using the connector. Place the top end of the column on a clean empty cell and promptly rinse the charcoal filling of the column into the cell by means of the plastic syringe. Subsequently use the same syringe to press some air through the column in order to transfer the residual liquid into the cell.		
Reagent AOX-6	2 green microspoons (in the cap of the AOX-6 bottle)	Add, close the cell with the screw cap, and mix.
Heat the cell at 120 °C in the preheated thermoreactor for 30 min. Allow the closed cell to cool to room temperature in a test-tube rack. Do not cool with cold water!		
Reagent AOX-4	5 drops ¹⁾	Add, close the cell, and mix.
Allow the charcoal to settle. Clear supernatant = pretreated sample .		

¹⁾ Hold the bottle vertically while adding the reagent!

8. Procedure

Reagent AOX-1K	0.20 ml	Pipette into a reaction cell and mix.
Pretreated sample	7.0 ml	Add with glass pipette, close the cell, and mix.
Leave to stand for 15 min (reaction time) , then measure the sample in the photometer.		

Notes on the measurement:

- For photometric measurement the cells must be clean.
Wipe, if necessary, with a clean dry cloth.
- Measurement of turbid solutions yields false-high readings.
- The pH of the measurement solution must be approx. 1.
- The color of the measurement solution remains stable for only a short time.** (After 15 min the measurement value would have diminished slightly, after 30 min by more than 5%.)
- To increase the accuracy is recommended to measure against an own prepared blank sample (reaction cell + distilled water).
Configure the photometer for blank measurement.

9. Analytical quality assurance

recommended before each measurement series
To check the photometric measurement system (reagents, measurement device, handling) and the mode of working, a standard solution made from Spectroquant® AOX Standard can be used. This standard solution must be prepared as described in section 7 prior to the measurement.
Sample-dependent interferences (matrix effects) can be determined by means of standard addition.
Additional notes see under www.qa-test-kits.com.
For quality and batch certificates for Spectroquant® test kits see the website, where you will find all data in production control, that are determined in accordance with ISO 8466-1 and DIN 38402 A51.

10. Notes

- Reclose the reagent bottles immediately after use.
- The test reagents must not be run off with the wastewater!**
Information on disposal can be obtained at www.disposal-test-kits.com.

1.00675.0001

Spectroquant® AOX-Küvettentest

AOX

1. Definition

Unter dem AOX versteht man die Summe aller an Aktivkohle adsorbierbaren organischen Halogen(X)-Verbindungen (X = Chlor, Brom und Iod).

2. Methode

Organische Halogenverbindungen werden an Aktivkohle adsorbiert und nach dem Auswaschen anhaftender anorganischer Halogenide aufgeschlossen. Das dabei entstandene Halogenid wird photometrisch bestimmt.
Das Adsorptionsverfahren ist analog EN ISO 9562.

3. Messbereich und Anzahl der Bestimmungen

Messbereich ¹⁾	Anzahl der Bestimmungen
0,05 - 2,50 mg/l AOX	25

¹⁾ Bestimmung von Konzentrationen über 2,5 mg/l AOX s. Abschnitt 7

Programmierdaten für ausgewählte Photometer / Spektralphotometer s. www.sigmaaldrich.com/photometry.

4. Anwendungsbereich

Der Test erfasst alle an Aktivkohle adsorbierbaren organischen Halogenverbindungen.

Probenmaterial:

Geklärtes Abwasser (industriell und kommunal)

Geklärtes Galvanikabwasser

Geklärtes Abwasser aus Chlorbleichen

5. Einfluss von Fremdstoffen

Die Bestimmung wird durch Chlorid-Gehalte über 2500 mg/l und **CSB-Werte über 100 mg/l** gestört. Freie Halogene stören ab 0,1 mg/l.

6. Reagenzien und Hilfsmittel

Gefahrenkennzeichnung auf den einzelnen Bestandteilen der Packung beachten!
Die Reagenzien sind - bei +15 bis +25 °C verschlossen aufbewahrt - bis zu dem auf der Packung angegebenen Datum verwendbar.

6.1 Packungsinhalt:

- 1 Flasche Reagenz AOX-1K
- 25 Reaktionsküvetten
- 1 Bogen Klebepunkte zur Nummerierung der Küvetten

6.2 Zusätzlich erforderlich:

Spectroquant® AOX-Probenvorbereitungs-Set, Art. 1.00677

Packungsinhalt:

- je 1 Flasche Reagenz AOX-1, AOX-2, AOX-3 und AOX-4
- 2 Flaschen Reagenz AOX-5
- 1 Flasche Reagenz AOX-6
- 1 blauer Mikrolöffel
- 25 Adsorptionssäulen mit Stopfen
- 1 gradierte 12-ml-Kunststoffspritze mit Verbindungsstück

Spectroquant® AOX-Anreicherungs-Set, Art. 1.00678

Packungsinhalt:

- 2 Glasreservoirs
- Leerküvetten 16 mm mit Schraubkappe (25 Stück), Art. 1.14724
- Glastrichter Ø ca. 2 cm

6.3 Weitere Reagenzien und Zubehör:

- MQuant® pH-Indikatorstäbchen pH 0 - 2,5, Art. 1.09540
- Spectroquant® AOX-Standard, 0,2 - 2,0 mg/l, Art. 1.00680
- Natronlauge 1 mol/l Titripur®, Art. 1.09137
- Salpetersäure Titrisol® für 1 mol/l, Art. 1.09966
- Pipetten für Pipettiervolumina 0,20 und 1 ml
- Glaspipette für Pipettiervolumen 7,0 ml

7. Vorbereitung (Schutzbrille!)

- Abwasser absetzen lassen (**nicht filtrieren!**). Für die Probenanreicherung (Abschnitt 7.2) werden 100 ml schwebstofffreies Abwasser benötigt.
- Proben mit mehr als 2,5 mg/l AOX, mehr als 2500 mg/l Cl⁻ bzw. mit einem CSB über 100 mg/l sind mit dest. Wasser zu verdünnen.
- pH-Wert soll im Bereich 6 - 7 liegen.** Falls erforderlich, mit Natronlauge bzw. Salpetersäure einstellen.

Reagenzien und technische Teile für Abschnitte 7.1 bis 7.3 s. Abschnitt 6.2

7.1 Vorbereitung der Adsorptionssäule

Reagenz AOX-1	1 blauer Mikrolöffel (50 - 60 mg)	Mit Hilfe eines Glastrichters in eine Säule füllen (Säule zuerst in eine Leerküvette stellen).
Reagenz AOX-2	3 x 1 ml	Mit Pipette auf die Säule geben und vollständig durchlaufen lassen. Waschlösung (grau) verwerfen.
Reagenz AOX-3	3 x 1 ml	Mit Pipette auf die Säule geben und vollständig durchlaufen lassen. Waschlösung (grau) verwerfen.
Säule mit Kappe unten verschließen.		
Reagenz AOX-3	1 ml	Mit Pipette auf die Säule geben.
Säule mit Stopfen oben verschließen und umschwenken, um eingeschlossene Luftblasen zu entfernen. Stopfen abnehmen und Säule vollständig bis zum Rand mit Reagenz AOX-3 füllen.		

7.2 Probenanreicherung

Glasreservoir senkrecht an einem Stativ befestigen, an seinem unteren Ende die vorbereitete Säule aufstecken und ein passendes Gefäß darunter stellen.		
Abwasserprobe	100 ml	In das Glasreservoir füllen.
Reagenz AOX-4	6 Tropfen	Zugeben. pH-Wert soll unter 2,0 liegen.
Verschlusskappe vom Auslauf der Säule abnehmen und Inhalt des Glasreservoirs vollständig durch die Säule in das Gefäß laufen lassen (Dauer: 40 - 60 min). Inhalt des Gefäßes verwerfen. Säule vom Reservoir trennen und in eine Leerküvette stellen.		
Reagenz AOX-3	3 x 1 ml	Mit Pipette auf die Säule geben und vollständig durchlaufen lassen. Waschlösung verwerfen.

7.3 Aufschluss

Die 12-ml-Kunststoffspritze mit 10 ml Reagenz AOX-5 luftblasenfrei füllen und über das Verbindungsstück mit dem Auslauf der Säule verbinden.		
Oberes Ende der Säule auf eine saubere Leerküvette aufsetzen und die Kohlefüllung der Säule mit Hilfe der Kunststoffspritze zügig in die Küvette spülen. Anschließend mit derselben Spritze noch etwas Luft durch die Säule drücken, um die restliche Flüssigkeit in die Küvette zu überführen.		
Reagenz AOX-6	2 grüne Mikrolöffel (im Deckel der AOX-6-Flasche)	Zugeben, Küvette mit Schraubkappe verschließen und mischen.
Küvette 30 min bei 120 °C im vorgeheizten Thermoreaktor erwärmen. Verschlossene Küvette in einem Reagenzglasgestell auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Nicht mit kaltem Wasser kühlen!		
Reagenz AOX-4	5 Tropfen ¹⁾	Zugeben, Küvette verschließen und mischen.
Kohle absitzen lassen. Klarer Überstand = vorbereitete Probe .		

¹⁾ **Flasche während der Zugabe des Reagenzes senkrecht halten!**

8. Durchführung

Reagenz AOX-1K	0,20 ml	In eine Reaktionsküvette pipettieren und mischen.
Vorbereitete Probe	7,0 ml	Mit Glaspipette zugeben, Küvette verschließen und mischen.
15 min stehen lassen (Reaktionszeit) , dann Messprobe im Photometer messen.		

Hinweise zur Messung:

- Zur photometrischen Messung müssen die Küvetten sauber sein. Ggf. mit einem trockenen, sauberen Tuch abwischen.
- Trübungen nach vollendeter Reaktion ergeben zu hohe Messwerte.
- pH-Wert der Messlösung soll bei 1 liegen.
- Die Farbe der Messlösung bleibt nur kurze Zeit stabil.** (Nach 15 min hat der Messwert leicht abgenommen, nach 30 min um mehr als 5 %.)
- Zur Erhöhung der Genauigkeit wird empfohlen, gegen eine selbst angesetzte Blindprobe (Reaktionsküvette + dest. Wasser) zu messen. Photometer auf Blindwert-Messung konfigurieren.

9. Analytische Qualitätssicherung

wird vor jeder Messserie empfohlen
Zur Überprüfung des photometrischen Messsystems (Reagenzien, Messvorrichtung, Handhabung) und der Arbeitsweise kann eine aus Spectroquant® AOX-Standard hergestellte Standardlösung eingesetzt werden, die vor der Messung wie in Abschnitt 7 beschrieben vorbereitet werden muss.
Probenabhängige Störungen (Matrixeffekte) können durch Standard-addition ermittelt werden.
Zusätzliche Hinweise unter www.qa-test-kits.com.
Qualitäts- und Chargenzertifikate für Spectroquant® Testsätze s. Website. Dort sind alle Daten der Produktionskontrolle aufgeführt, die nach ISO 8466-1 und DIN 38402 A51 ermittelt wurden.

10. Hinweise

- Flaschen nach Reagenzentnahme umgehend wieder verschließen.
- Die Testreagenzien dürfen nicht ins Abwasser gelangen!**
Hinweise zur Entsorgung können auf www.disposal-test-kits.com angefordert werden.

1.00675.0001

Spectroquant®
Test en tube AOX AOX

1. Définition

Les AOX sont la somme de tous les halogènes (X) des composés organiques adsorbables sur charbon actif (X = chlore, brome et iode).

2. Méthode

Les composés organo-halogénés sont adsorbés sur charbon actif et décomposés après élimination par lavage des halogénures inorganiques adhérents. L'halogénure ainsi formé est alors dosé par photométrie. La méthode d'adsorption est analogue à EN ISO 9562.

3. Domaine de mesure et nombre de dosages

Domaine de mesure ¹⁾	Nombre de dosages
0,05 - 2,50 mg/l de AOX	25

¹⁾ dosage de concentrations supérieures à 2,5 mg/l de AOX, cf. § 7

Données de programmation pour les photomètres / spectrophotomètres choisis, cf. www.sigmaaldrich.com/photometry.

4. Applications

Ce test dose tous les composés organo-halogénés adsorbables sur charbon actif.

Echantillons :

Eaux usées épurées (industrielles et communales)
Eaux usées épurées de galvanisation
Eaux usées épurées du blanchiment au chlore

5. Influence des substances étrangères

Le dosage est perturbé par des teneurs en chlorures supérieures à 2500 mg/l ou des valeurs de DCO supérieures à 100 mg/l. Les halogènes libres perturbent à partir de 0,1 mg/l.

6. Réactifs et produits auxiliaires

Tenir compte de tous les avertissements figurant sur l'emballage et les réactifs.
Conservés hermétiquement fermés entre +15 et +25 °C, les réactifs sont utilisables jusqu'à la date indiquée sur l'emballage.

6.1 Contenu d'un emballage :

- 1 flacon de réactif AOX-1K
- 25 tubes à essai avec réactif
- 1 feuille de pastilles autocollantes pour le numérotage des tubes

6.2 Nécessaire en plus :

Spectroquant® Kit de préparation d'échantillons d'AOX, art. 1.00677

Contenu d'un emballage :

- 1 flacon de chaque réactif AOX-1, AOX-2, AOX-3 et AOX-4
- 2 flacons de réactif AOX-5
- 1 flacon de réactif AOX-6
- 1 microcuiller bleue
- 25 colonnes d'adsorption avec bouchons
- 1 seringue plastique graduée de 12 ml avec raccord

Spectroquant® Kit d'enrichissement d'AOX, art. 1.00678

Contenu d'un emballage :

- 2 réservoirs en verre

Tubes vides 16 mm avec bouchon fileté (25 unités), art. 1.14724
Entonnoir en verre Ø env. 2 cm

6.3 Autres réactifs et accessoires :

- MQuant® Bandelettes indicatrices de pH pH 0 - 2,5, art. 1.09540
- Spectroquant® Etalon AOX, 0,2 - 2,0 mg/l, art. 1.00680
- Sodium hydroxyde en solution 1 mol/l Titripur®, art. 1.09137
- Acide nitrique Titrisol® pour 1 mol/l, art. 1.09966
- Pipettes pour volumes de pipettage de 0,20 et 1 ml
- Pipette en verre pour un volume de pipettage de 7,0 ml

7. Préparation (lunettes de protection !)

- Laisser décanter les eaux usées (ne pas filtrer). 100 ml d'eau usée exempte de matières en suspension sont nécessaires pour l'enrichissement des échantillons (§ 7.2).
- Les échantillons contenant plus de 2,5 mg/l de AOX, plus de 2500 mg/l de Cl⁻ ou d'une DCO de plus de 100 mg/l doivent être dilués avec de l'eau distillée.
- Le pH doit être compris entre 6 et 7. L'ajuster si nécessaire avec de l'hydroxyde de sodium en solution ou de l'acide nitrique.

Réactifs et pièces techniques pour les § 7.1 à 7.3, cf. § 6.2

7.1 Préparation de la colonne d'adsorption

Réactif AOX-1	1 microcuiller bleue (50 - 60 mg)	Verser dans une colonne à l'aide d'un entonnoir en verre (mettre d'abord la colonne dans un tube vide).
Réactif AOX-2	3 x 1 ml	Pipetter sur la colonne et faire couler complètement. Jeter la solution de lavage (grise).
Réactif AOX-3	3 x 1 ml	Pipetter sur la colonne et faire couler complètement. Jeter la solution de lavage (grise).
Boucher le bas de la colonne avec le capuchon.		
Réactif AOX-3	1 ml	Pipetter sur la colonne.
Boucher le haut de la colonne avec le bouchon et agiter afin d'éliminer les bulles d'air. Retirer le bouchon et remplir à ras bord la colonne de réactif AOX-3.		

7.2 Enrichissement de l'échantillon

Fixer verticalement le réservoir en verre à un statif, joindre la colonne préparée à son extrémité inférieure et placer un récipient adéquat dessous.		
Echantillon d'eau usée	100 ml	Verser dans le réservoir en verre.
Réactif AOX-4	6 gouttes	Ajouter. Le pH doit être inférieur à 2,0.
Retirer le capuchon de l'embout d'écoulement et faire couler dans le récipient tout le contenu du réservoir au travers de la colonne (durée : 40 à 60 minutes). Jeter le contenu du récipient. Séparer la colonne du réservoir et la mettre dans un tube vide.		
Réactif AOX-3	3 x 1 ml	Pipetter sur la colonne et faire couler complètement. Jeter la solution de lavage.

7.3 Minéralisation

Remplir la seringue plastique de 12 ml avec 10 ml de réactif AOX-5 sans former de bulles d'air et la relier à l'embout d'écoulement de la colonne par le raccord. Placer la partie supérieure de la colonne sur un tube vide propre et, à l'aide de la seringue plastique, rincer rapidement dans le tube le charbon actif de la colonne. Puis avec la même seringue introduire encore un peu d'air dans la colonne, afin de transférer le liquide restant dans le tube.		
Réactif AOX-6	2 microcuillers vertes (dans le bouchon du flacon AOX-6)	Ajouter, boucher le tube avec le bouchon fileté et mélanger.
Chauffer le tube pendant 30 minutes à 120 °C dans le thermoréacteur préchauffé. Laisser refroidir le tube bouché jusqu'à température ambiante dans un support d'éprouvettes. Ne pas refroidir à l'eau froide.		
Réactif AOX-4	5 gouttes ¹⁾	Ajouter, boucher le tube et mélanger.
Faire décanter le charbon actif. Surnageant limpide = échantillon préparé.		

¹⁾ Pendant l'addition du réactif tenir le flacon verticalement.

8. Mode opératoire

Réactif AOX-1K	0,20 ml	Pipetter dans le tube à essai et mélanger.
Echantillon préparé	7,0 ml	Ajouter à la pipette en verre, boucher le tube et mélanger.
Laisser reposer 15 minutes (temps de réaction), puis mesurer l'échantillon dans le photomètre.		

Remarques concernant la mesure :

- Les tubes utilisés pour la mesure photométrique doivent être propres. Les essuyer le cas échéant avec un chiffon sec et propre.
- Les troubles éventuels se développant après la réaction donnent des résultats trop élevés.
- Le pH de la solution à mesurer doit être d'env. 1.
- La couleur de la solution à mesurer ne reste que peu de temps stable. (Après 15 minutes la valeur mesurée aurait un peu diminué et après 30 minutes de plus de 5 %.)
- Pour augmenter l'exactitude il est recommandé de mesurer contre un échantillon à blanc que l'on a préparé soi-même (tube à essai + eau distillée). Configurer le photomètre sur mesure de valeur blank.

9. Assurance de la qualité d'analyse

conseillé avant chaque série de mesures
Pour le contrôle du système de mesure photométrique (réactifs, dispositif de mesure, manipulation) et du mode opératoire, on peut utiliser une solution étalon préparée à partir de l'étalon AOX Spectroquant® et préparée avant la mesure comme décrit au § 7.
Les interférences dépendant de l'échantillon (effets de matrice) peuvent être déterminées au moyen de l'addition d'étalon.
Remarques complémentaires, cf. sous www.qa-test-kits.com.
Certificats de qualité et de lot pour les tests Spectroquant®, cf. site web. On y trouve une liste de toutes les données du contrôle en cours de production qui ont été déterminées selon ISO 8466-1 et DIN 38402 A51.

10. Remarques

- Reboucher les flacons immédiatement après le prélèvement des réactifs.
- Ne pas vider les réactifs-test dans les eaux usées. Pour commander les instructions sur l'élimination des déchets, cf. www.disposal-test-kits.com.

1.00675.0001

Spectroquant® Test en cubetas AOX

AOX

1. Definición

Por AOX se entiende la suma de todos los compuestos orgánicos de halógeno (X) adsorbibles en carbón activo (X = cloro, bromo y yodo).

2. Método

Los compuestos orgánicos halogenados son adsorbidos en carbón activo y seguidamente disgregados tras separar por lavado los halógenos inorgánicos adheridos. El halogenuro formado en la disgregación se determina fotométricamente.

El procedimiento de adsorción es análogo a EN ISO 9562.

3. Intervalo de medida y número de determinaciones

Intervalo de medida ¹⁾	Número de determinaciones
0,05 - 2,50 mg/l de AOX	25

¹⁾ determinación de concentraciones superiores a 2,5 mg/l de AOX, ver apartado 7

Datos de programación para determinados fotómetros / espectrofotómetros, ver www.sigmaaldrich.com/photometry.

4. Campo de aplicaciones

El test determina todos los compuestos orgánicos halogenados adsorbibles en carbón activo.

Material de las muestras:

Aguas residuales depuradas (industriales y comunales)

Aguas residuales galvánicas depuradas

Aguas residuales depuradas procedentes de blanqueo al cloro

5. Influencia de sustancias extrañas

La determinación es interferida por contenidos de cloruros superiores a 2500 mg/l o por valores de DQO superiores a 100 mg/l. Los halógenos libres interfieren a partir de 0,1 mg/l.

6. Reactivos y auxiliares

¡Tener en cuenta las advertencias de peligro que se encuentran en los diferentes componentes del envase!

Los reactivos son utilizables hasta la fecha indicada en el envase si se conservan cerrados entre + 15 y +25 °C.

6.1 Contenido del envase:

- 1 frasco de reactivo AOX-1K
- 25 cubetas de reacción
- 1 hoja con etiquetas redondas autoadhesivas para numerar las cubetas

6.2 Necesario además:

- Spectroquant® Kit para preparación de muestras con AOX, art. 1.00677
- Contenido del envase:**
 - 1 frasco de cada uno de los reactivos AOX-1, AOX-2, AOX-3 y AOX-4
 - 2 frascos de reactivo AOX-5
 - 1 frasco de reactivo AOX-6
 - 1 microcuchara azul
 - 25 columnas de adsorción con tapones
 - 1 jeringa de plástico graduada de 12 ml con pieza de conexión
- Spectroquant® Kit para enriquecimiento de AOX, art. 1.00678
- Contenido del envase:**
 - 2 depósitos de vidrio
- Cubetas vacías 16 mm con tapa roscada (25 unidades), art. 1.14724
- Embudo de vidrio Ø aprox. 2 cm

- 6.3 Otros reactivos y accesorios:**
 - MQuant® Tiras indicadoras del pH pH 0 - 2,5, art. 1.09540
 - Spectroquant® Patrón para AOX, 0,2 - 2,0 mg/l, art. 1.00680
 - Sodio hidróxido en solución 1 mol/l Titripur®, art. 1.09137
 - Ácido nítrico Titrisol® para 1 mol/l, art. 1.09966
 - Pipetas para volúmenes de pipeteo de 0,20 y de 1 ml
 - Pipeta de vidrio para un volumen de pipeteo de 7,0 ml

7. Preparación (igafas protectoras!)

- Dejar sedimentar el agua residual (**¡no filtrar!**). Para el enriquecimiento de muestras (apartado 7.2) se necesitan 100 ml de agua residual exenta de sustancias en suspensión.
- Las muestras con más de 2,5 mg/l de AOX, más de 2500 mg/l de Cl⁻ o con un DQO de más de 100 mg/l deben diluirse con agua destilada.
- El valor del pH debe encontrarse en el intervalo 6 - 7.** Si es necesario, ajustar con solución de hidróxido sódico o con ácido nítrico.

Reactivos y piezas técnicas para los apartados 7.1 a 7.3, ver apartado 6.2

7.1 Preparación de la columna de adsorción

Reactivo AOX-1	1 microcuchara azul (50 - 60 mg)	Introducir en una columna con un embudo de vidrio (colocar previamente la columna en una cubeta vacía).
Reactivo AOX-2	3 x 1 ml	Añadir con pipeta a la columna y dejar que la recorra completamente. Desechar la solución de lavado (gris).
Reactivo AOX-3	3 x 1 ml	Añadir con pipeta a la columna y dejar que la recorra completamente. Desechar la solución de lavado (gris).
Cerrar la parte inferior de la columna con el capuchón.		
Reactivo AOX-3	1 ml	Añadir con pipeta a la columna.
Cerrar la columna por arriba con el tapón y agitarla por balanceo para eliminar las burbujas de aire contenidas. Sacar el tapón y llenar la columna completamente hasta el borde superior con el reactivo AOX-3.		

7.2 Enriquecimiento de la muestra

Fijar verticalmente el depósito de vidrio a un soporte, conectar en su extremo inferior la columna preparada y colocar debajo un recipiente adecuado.		
Muestra de agua residual	100 ml	Introducir en el depósito.
Reactivo AOX-4	6 gotas	Añadir. El valor del pH debe ser inferior a 2,0.
Sacar el capuchón de la salida de la columna y dejar que el contenido del depósito de vidrio recorra completamente la columna y vaya al recipiente (duración: 40 - 60 minutos). Desechar el contenido del recipiente. Separar la columna del depósito de vidrio y colocarla en una cubeta vacía.		
Reactivo AOX-3	3 x 1 ml	Añadir con pipeta a la columna y dejar que la recorra completamente. Desechar la solución de lavado.

7.3 Disgregación

Llenar la jeringa de plástico de 12 ml con 10 ml del reactivo AOX-5 sin que queden burbujas de aire y conectar mediante la pieza de conexión con la salida de la columna.		
Colocar el extremo superior de la columna sobre una cubeta vacía limpia y transferir rápidamente a la cubeta el relleno de carbón de la columna mediante la jeringa de plástico. Seguidamente apretar con la misma jeringa todavía algo de aire a través de la columna para transferir el resto de líquido a la cubeta.		
Reactivo AOX-6	2 microcucharas verdes (en la tapa del frasco AOX-6)	Añadir, cerrar la cubeta con la tapa roscada y mezclar.
Calentar la cubeta durante 30 minutos a 120 °C en el termorreactor precalentado. Dejar enfriar a temperatura ambiente la cubeta cerrada en un soporte para tubos de ensayo. ¡No refrigerar con agua fría!		
Reactivo AOX-4	5 gotas ¹⁾	Añadir, cerrar la cubeta y mezclar.
Dejar sedimentar el carbón. Sobrenadante límpido = muestra preparada .		

¹⁾ **¡Mantener el frasco verticalmente durante la adición del reactivo!**

8. Técnica

Reactivo AOX-1K	0,20 ml	Pipetear en una cubeta de reacción y mezclar.
Muestra preparada	7,0 ml	Añadir con pipeta de vidrio, cerrar la cubeta y mezclar.
Dejar en reposo 15 minutos (tiempo de reacción) , luego medir la muestra de medición en el fotómetro.		

Notas sobre la medición:

- Para la medición fotométrica las cubetas deben estar limpias. Si es necesario, limpiarlas con un paño seco y limpio.
- Las turbideces después de acabada la reacción dan como resultado valores falsamente elevados.
- El valor del pH de la solución de medición debe ser aprox. 1.
- El color de la solución de medición permanece estable sólo por breve tiempo.** (Al cabo de 15 minutos el valor de medición habría disminuido ligeramente, al cabo de 30 minutos habría aumentado en más de un 5 %.)
- Para aumentar de esta manera la exactitud se recomienda medir contra una muestra en blanco de preparación propia (cubeta de reacción + agua destilada). Configurar el fotómetro para la medición del blanco.

9. Aseguramiento analítico de la calidad

se recomienda antes de cada serie de mediciones
Para comprobar el sistema fotométrico de medición (reactivos, dispositivo de medición, manipulación) y el modo de trabajo puede usarse una solución patrón hecha a partir del patrón para AOX Spectroquant® y preparada antes de la medición tal como se describe en el apartado 7.
Mediante adición de patrón se pueden determinar las interferencias dependientes de la muestra (efectos de matriz).
Notas adicionales, ver bajo www.qa-test-kits.com.
Certificados de calidad y lote para Kits de test de Spectroquant®, véase el sitio web. Allí se indican todos los datos del control de producción que se han obtenido según ISO 8466-1 y DIN 38402 A51.

10. Notas

- Cerrar de nuevo inmediatamente los frascos tras la toma de los reactivos.
- ¡Los reactivos del test no deben ir a las aguas residuales!**
Podrá pedirse información sobre los procedimientos de eliminación en www.disposal-test-kits.com.

1.00675.0001

Spectroquant®

Test in cuvetta AOX

AOX

1. Definizione

AOX sono dati dalla somma di tutti i composti organici alogenati (X) che possono essere adsorbiti al carbone attivo (X = cloro, bromo e iodio).

2. Metodo

I composti organici alogenati vengono adsorbiti al carbone attivo e in seguito disgregati dopo il lavaggio di alogenuri inorganici aderenti. Il risultante alogenuro viene determinato fotometricamente.

Il procedimento d'adsorbimento è analogo a EN ISO 9562.

3. Intervallo di misura e numero delle determinazioni

Intervallo di misura ¹⁾	Numero delle determinazioni
0,05 - 2,50 mg/l AOX	25

¹⁾ per la determinazione di concentrazioni superiori a 2,5 mg/l AOX - vedere punto 7

Per i dati di programmazione per fotometri / spettrofotometri selezionati - visitare www.sigmaaldrich.com/photometry.

4. Settore d'impiego

Il test rileva tutti i composti organici alogenati che possono essere adsorbiti al carbone attivo.

Materiale d'esame:

Acque di scarico dopo depurazione (industriali e comunali)
Acque di scarico galvaniche dopo depurazione
Acque di scarico provenienti da candeggio a base di cloro

5. Interferenze

La determinazione viene disturbata per effetto di tenori di cloruri superiori a 2500 mg/l o di valori di COD superiori a 100 mg/l. Alogenuri liberi interferiscono a partire da una concentrazione di 0,1 mg/l.

6. Reattivi ed accessori

Osservare tutte le avvertenze di pericolo sulle singole parti della confezione!

I reattivi, conservati sigillati a +15 fino a +25 °C, si mantengono inalterati fino alla data indicata sulla confezione.

6.1 Contenuto della confezione:

1 flacone di reattivo AOX-1K
25 cuvette di reazione
1 foglio con etichette aderenti per contrassegnare le cuvette

6.2 Inoltre necessario:

Spectroquant® Kit per la preparazione dei campioni AOX, art. 1.00677

Contenuto della confezione:

1 flacone cadauno di reattivo AOX-1, AOX-2, AOX-3 e AOX-4
2 flaconi di reattivo AOX-5
1 flacone di reattivo AOX-6
1 microcucchiaino blu
25 colonne di adsorbimento con tappi
1 siringa graduata di plastica da 12 ml con pezzo di collegamento

Spectroquant® Kit di arricchimento AOX, art. 1.00678

Contenuto della confezione:

2 serbatoi di vetro

Cuvette vuote 16 mm con tappo a vite (25 unità), art. 1.14724
Imbuto di vetro Ø ca. 2 cm

6.3 Ulteriori reattivi ed accessori:

MQuant® Strisce indicatrici pH pH 0 - 2,5, art. 1.09540
Spectroquant® Standard AOX, 0,2 - 2,0 mg/l, art. 1.00680
Sodio idrossido soluzione 1 mol/l Titripur®, art. 1.09137
Acido nitrico Titrisol® per 1 mol/l, art. 1.09966

Pipette per volumi di dispensazione di 0,20 e 1 ml
Pipetta di vetro per un volume di dispensazione di 7,0 ml

7. Preparazione (occhiali di protezione!)

- Lasciar depositare l'acqua di scarico (**non filtrare!**). Per l'arricchimento del campione (punto 7.2) sono necessari 100 ml di acqua di scarico esenti da sostanze in sospensione.
- I campioni con più di 2,5 mg/l AOX, più di 2500 mg/l Cl⁻ o con un COD di più di 100 mg/l devono essere diluiti con acqua distillata.
- Il pH deve rientrare nell'intervallo 6 - 7. Se necessario, regolare con sodio idrossido in soluzione o acido nitrico.

Reattivi e componenti tecnici per i punti da 7.1 a 7.3 - visitare punto 6.2

7.1 Preparazione della colonna di adsorbimento

Reattivo AOX-1	1 microcucchiaino blu (50 - 60 mg)	Riempire in una colonna utilizzando un imbuto di vetro (collocare prima la colonna in una cuvetta vuota).
Reattivo AOX-2	3 x 1 ml	Pipettare nella colonna e lasciar percolare completamente attraverso la colonna. Eliminare la soluzione di lavaggio (griglia).
Reattivo AOX-3	3 x 1 ml	Pipettare nella colonna e lasciar percolare completamente attraverso la colonna. Eliminare la soluzione di lavaggio (griglia).
Chiudere l'estremità inferiore della colonna con il cappuccio.		
Reattivo AOX-3	1 ml	Pipettare nella colonna.
Chiudere l'estremità superiore della colonna con il tappo e agitare per eliminare le bolle d'aria intrappolate. Togliere tale tappo e riempire la colonna completamente, fino al bordo superiore, con reattivo AOX-3.		

7.2 Arricchimento del campione

Fissare il serbatoio di vetro perpendicolarmente a uno stativo, alla sua estremità inferiore collocare la colonna preparata precedentemente, e mettere sotto un recipiente adeguato.		
Campione di acqua di scarico	100 ml	Versare nel serbatoio di vetro.
Reattivo AOX-4	6 gocce	Aggiungere. Il pH deve essere inferiore a 2,0.
Togliere il cappuccio dalla parte inferiore della colonna e lasciar percolare completamente il contenuto del serbatoio di vetro attraverso la colonna nel recipiente (durata: 40 - 60 min.). Eliminare il contenuto del recipiente. Separare la colonna dal serbatoio e collocarla in una cuvetta vuota.		
Reattivo AOX-3	3 x 1 ml	Pipettare nella colonna e lasciar percolare completamente attraverso la colonna. Eliminare la soluzione di lavaggio.

7.3 Disgregazione

Riempire la siringa di plastica da 12 ml con 10 ml di reattivo AOX-5 evitando la formazione di bolle d'aria e connetterla tramite il pezzo di collegamento all'estremità inferiore della colonna. Collocare l'estremità superiore della colonna su una cuvetta vuota pulita e, con la siringa di plastica, sciacquare rapidamente nella cuvetta il contenuto di carbone della colonna. In seguito, con la stessa siringa spingere ancora un po' d'aria attraverso la colonna per trasferire il liquido restante nella cuvetta.		
Reattivo AOX-6	2 microcucchiaini verdi (nel tappo del flacone AOX-6)	Aggiungere, chiudere la cuvetta col tappo a vite e mescolare.
Riscaldare la cuvetta per 30 min. a 120 °C nel termoreattore preriscaldato. Lasciar raffreddare la cuvetta sempre ben chiusa sul portaprovette a temperatura ambiente. Non raffreddare con acqua fredda!		
Reattivo AOX-4	5 gocce ¹⁾	Aggiungere nella cuvetta, chiuderla e mescolare.
Lasciar sedimentare il carbone. Surnatante chiaro = campione preparato .		

¹⁾ Tenere il flacone in posizione verticale durante l'aggiunta del reattivo!

8. Esecuzione

Reattivo AOX-1K	0,20 ml	Pipettare nella cuvetta di reazione e mescolare.
Campione preparato	7,0 ml	Aggiungere con pipetta di vetro, chiudere la cuvetta e mescolare.
Lasciar riposare per 15 min. (tempo di reazione), poi misurare il campione da analizzare nel fotometro.		

Note per la misurazione:

- Per la misurazione fotometrica le cuvette devono essere ben pulite. Eventualmente asciugare con panno asciutto e pulito.
- Eventuali intorbidamenti che si creano a reazione avvenuta danno valori troppo elevati.
- Il pH della soluzione di misura deve essere ca. 1.
- Il colore della soluzione di misura rimane stabile solo per breve tempo. (Dopo 15 min. il valore di misura sarebbe diminuito leggermente, dopo 30 min. sarebbe aumentato del 5 %.)
- Per aumentare l'accuratezza si raccomanda di misurare in base ad un bianco campione preparato autonomamente (cuvetta di reazione + acqua distillata). Tartare il fotometro col bianco.

9. Assicuramento della qualità analitica

raccomandato prima di ogni serie di misurazioni
Per il controllo del sistema di misura fotometrico (reattivi, dispositivo di misura, maneggio) e della modalità operativa, si può utilizzare una soluzione standard fatta dallo standard AOX Spectroquant® e preparata prima della misurazione come descritto nel punto 7.
Interferenze provenienti dal campione (effetti matrice) possono essere verificate per mezzo di aggiunta di standard.
Per ulteriori indicazioni, consultare www.qa-test-kits.com.
Per i certificati di qualità e dei lotti nei kit dei test Spectroquant® consultare il sito Internet dove sono raccolti tutti i dati di controllo della produzione determinati secondo ISO 8466-1 e DIN 38402 A51.

10. Avvertenze

- Chiudere i flaconi immediatamente dopo il prelievo dei reattivi.
- Non disperdere nelle acque di scarico i reattivi del test!**
Per richiedere informazioni sullo smaltimento visitare www.disposal-test-kits.com.