

Nr kat. 985 007

pl

Metoda 0-07 09.08
NANOCOLOR® AOX 3

OPIS METODY:

Oznaczenie AOX przeprowadzane jest w 3 etapach:

1. Ekstrakcja stałej fazy za pomocą **NANOSORB**
2. Mineralizacja
3. Oznaczenie AOX jako chlorków za pomocą zestawu **NANOCOLOR® AOX 3**

Zakres:	0.1 - 3.0 mg/l AOX	0.01 - 0.30 mg/l AOX
Metoda:	(0)071	(0)072
Faktor:	nieliniowy	
Długość fali (HW = 5-12 nm):	470 nm	
Czas reakcji:	3 min (180 s)	
Temperatura reakcji:	20-25 °C	

SKŁAD ZESTAWU:20 wkładów **NANOSORB**1 Zestaw do **przygotowania próby:**

- 2 x 100 ml stężonego roztworu do płukania do przygotowania odczynnika AOX 3 R1
- 1 pojemnik – **NANOFIX AOX 3 R2**
- Odczynnik AOX 3 R3 – 1 x 105 ml
- Odczynnik AOX 3 R4 – 1 x 75 ml

20 naczyń reakcyjnych Ø 14 mm

1 Zestaw do **wykonania oznaczenia:**

- 20 probówek – AOX 3
- 2 probówki – 11 ml odczynnika Chlorki R2
- 1 probówka – próba ślepa „NULL”

ŚRODKI OSTROŻNOŚCI:

Odczynnik R3 zawiera wodorotlenek sodu < 2%. R36/38 Działa drażniąco na oczy i skórę. Probówki zawierają kwas azotowy o stężeniu < 20%. R34 Powoduje oparzenia. Odczynnik chlorki R2 zawiera tiocyjanian rtęci (II) o stężeniu < 0.25% Hg i etanol w ilości nie wymagającej znakowania. R11 Produkt wysoce łatwo palny. R20/21/22 Działa szkodliwie przez drogi oddechowe, w kontakcie ze skórą i po połknięciu. R33 Niebezpieczeństwo kumulacji w organizmie.

S7 Przechowywać pojemnik szczelnie zamknięty. S13 Nie przechowywać razem z żywnością, napojami i paszami dla zwierząt. S16 Nie przechowywać w pobliżu źródeł zapłonu, nie palić tytoniu. S26/28 Zanieczyszczone oczy lub skórę przemyć natychmiast dużą ilością wody i zasięgnąć porady lekarza. S60 Produkt i opakowanie usuwać jako odpad niebezpieczny. S61 Unikać zrzutów do środowiska. Postępować zgodnie z instrukcją lub kartą charakterystyki. Dodatkowych informacji należy szukać w kartach charakterystyk substancji niebezpiecznych.

ZWIĄZKI PRZESZKADZAJĄCE I OGRANICZENIA:

Próbki zanieczyszczone (ChZT > 50 mg/l) należy rozcieńczyć przed oznaczeniem lub użyć zestawu uzupełniającego do testu AOX 3 (do 1000 mg/l ChZT, Nr kat. 918 072).

Jeśli użyjemy 200 ml roztworu do płukania, metoda nadaje się do badania wody morskiej.

WYKONANIE OZNACZENIA: Dodatkowe akcesoria: Zestaw startowy AOX (Nr kat. 916 111), pipeta nastawna z końcówkami, Opcjonalnie: zestaw uzupełniający (Nr kat. 918 072), zestaw pomp do AOX (Nr kat. 916 115).

1a. Ekstrakcja: Procedura manualna

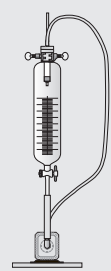
Wkład **NANOSORB** połączyć za pomocą adaptera ze strzykawką 50 ml. Wlać **100 ml** próby badanej (*pH próby powinno być pomiędzy 3-5*) do zlewki 150 ml. Zanurzyć wkład **NANOSORB** w roztworze i przesuwać tłok strzykawki góra – dół 20 razy do zaadsorbowania AOX z próbki badanej (akcesoria: statyw z uchwytem)

Po ekstrakcji odłączyć wkład **NANOSORB** od strzykawki. W celu oddzielenia nieorganicznych chlorków, powoli przepłukać wkład **100 ml** roztworu **AOX 3 R1**, podzielonym na 4-5 mniejszych dawek. Ponownie połączyć wkład **NANOSORB** za pomocą adaptera ze strzykawką i usunąć z wkładu nadmiar wody przepuszczając przezeń dwukrotnie powietrze.

1b. Ekstrakcja: Procedura automatyczna z zestawem pomp

Zamknąć zawór zbiornika. Wlać **100 ml** próby badanej (*pH próby powinno być pomiędzy 3-5*) lub **1000 ml** próby badanej (*pH próby powinno być pomiędzy 3-5*) (zakres o wysokiej czułości). Wkład **NANOSORB** połączyć za pomocą adaptera ze zbiornikiem (patrz szkic). Otworzyć zawór i rozpocząć pompowanie przez 20 min do zaadsorbowania AOX z próbki.

Po ekstrakcji wyjąć wkład **NANOSORB** z adapterem. W celu oddzielenia nieorganicznych chlorków, powoli przepłukać wkład **100 ml** roztworu **AOX 3 R1**, podzielonym na 4-5 mniejszych dawek. Ponownie połączyć wkład **NANOSORB** za pomocą adaptera ze strzykawką i usunąć z wkładu nadmiar wody przepuszczając przezeń dwukrotnie powietrze.

**2a. Mineralizacja przy niskiej zawartości ChZT, bez zestawu uzupełniającego, w termostacie:**

Do naczynia reakcyjnego Ø 14 mm dodać

1 NANOFIX AOX 3 R2 i

5 ml odczynnika **AOX 3 R3**, naczynie zamknąć, wymieszać. Otworzyć naczynie i przy pomocy lejka i pincety przenieść do roztworu (na dno naczynia) wkład **NANOSORB**. Naczynie zamknąć i umieścić je w termostacie. Inkubować w temp. 120 °C przez 30 min. Wyjąć naczynie z termostatu i schładzać przez około 10 min. Jednokrotnie zakolysać i otworzyć naczynie. Dodać

3.5 ml odczynnika **AOX 3 R4**, zamknąć, wymieszać.**2b. Mineralizacja przy niskiej zawartości ChZT, bez zestawu uzupełniającego, w stanowisku mikrofalowym:**

Do naczynia do mineralizacji dodać

1 NANOFIX AOX 3 R2 i

5 ml odczynnika **AOX 3 R3**, zamknąć naczynie, wymieszać. Otworzyć naczynie i dodać pincetą wkład **NANOSORB** do roztworu. Aby zapobiec wypływowi wkładu na powierzchnię, włożyć do naczynia szklaną bagietkę. Zamknąć naczynie. Naczynie do mineralizacji umieścić na krawędzi talerza obrotowego w stanowisku mikrofalowym. Nastawić czas na 23 s dla stanowiska o mocy 900 W lub 28 s dla stanowiska o mocy 750 W (zawsze wybierać najwyższą dostępną moc). Naczynie do mineralizacji wyjąć z komory i schładzać przez około 10 min. Jednokrotnie obrócić do góry dnem i ostrożnie otworzyć. Dodać

3.5 ml odczynnika **AOX 3 R4**, zamknąć naczynie, wymieszać.**2c. Mineralizacja przy wysokiej zawartości ChZT, z zestawem uzupełniającym, w termostacie:**

Do naczynia reakcyjnego Ø 14 mm dodać

1 NANOFIX AOX 3 R2,**1 czarną miarkę** odczynnika **AOX 3 R5 i**

5 ml odczynnika **AOX 3 R3**, naczynie zamknąć, wymieszać. Otworzyć naczynie i przy pomocy lejka i pincety przenieść do roztworu (na dno naczynia) wkład **NANOSORB**. Naczynie zamknąć i umieścić je w termostacie. Inkubować w temp. 120 °C przez 30 min. Wyjąć naczynie z termostatu i schładzać przez około 10 min. Jednokrotnie zakolysać i otworzyć naczynie. Dodać

3.5 ml odczynnika **AOX 3 R4 i**

1 pomarańczową miarkę odczynnika **AOX 3 R6 (roztwór staje się mętny)**, zamknąć, wymieszać. Zmętnienia należy usunąć przez filtrację (zestaw filtrów membranowych lub sączki karbowane).

2d. Mineralizacja przy wysokiej zawartości ChZT, z zestawem uzupełniającym, w stanowisku mikrofalowym:

Do naczynia do mineralizacji dodać

1 NANOFIX AOX 3 R2,**1 czarną miarkę** odczynnika **AOX 3 R5 i**

5 ml odczynnika **AOX 3 R3**, zamknąć naczynie, wymieszać. Otworzyć naczynie i przenieść pincetą wkład **NANOSORB** do roztworu. Aby zapobiec pływaniu wkładu po powierzchni włożyć do naczynia szklaną bagietkę. Naczynie zamknąć i umieścić na krawędzi talerza obrotowego w stanowisku mikrofalowym. Nastawić czas na 23 s dla stanowiska o mocy 900 W lub 28 s dla stanowiska o mocy 750 W (zawsze wybierać najwyższą dostępną moc). Naczynie do mineralizacji wyjąć z komory i schładzać przez około 10 min. Jednokrotnie obrócić do góry dnem i ostrożnie otworzyć. Dodać

3.5 ml odczynnika **AOX 3 R4 i**

1 pomarańczową miarkę odczynnika **AOX 3 R6 (roztwór staje się mętny)**, naczynie zamknąć, wymieszać. Zmętnienia należy usunąć przez filtrację (zestaw filtrów membranowych lub sączki karbowane).

3. Oznaczenie AOX:

Otworzyć probówkę AOX i dodać pipetą

4.0 ml zmineralizowanego roztworu (części nierozpuszczone przefiltrować lub odczekać aż zsedymentują)
1.0 ml odczynnika **Chlorki R2**, zakręcić probówkę, wymieszać.
 Wytrzeć zewnętrzną powierzchnię probówki. Po 3 min wykonać pomiar.

POMIAR:Dla fotometrów **NANOCOLOR®** i PF-11 patrz instrukcja obsługi fotometru, metoda 0-07.

Gdy aparat nie ma zaprogramowanej metody, należy:

Wybrać pomiar ekstynkcji i wykonać pomiar. Odczytać wartość pomiaru z tabeli. Wartości pośrednie interpolować.

PARAMETRY KALIBRACYJNE DLA FOTOMETRÓW NANOCOLOR® (470 nm) ORAZ PF-10/PF-11 (Filtr 3):

E (470 nm)	E (Filtr 3)	mg/l	E (470 nm)	E (Filtr 3)	mg/l	E (470 nm)	E (Filtr 3)	mg/l
0.013	0.008	0.1	0.115	0.087	0.9	0.245	0.182	1.7
0.022	0.016	0.2	0.133	0.100	1.0	0.260	0.192	1.8
0.033	0.024	0.3	0.150	0.111	1.1	0.275	0.202	1.9
0.045	0.033	0.4	0.165	0.124	1.2	0.290	0.211	2.0
0.060	0.043	0.5	0.183	0.136	1.3	0.310	0.227	2.2
0.074	0.053	0.6	0.200	0.149	1.4	0.333	0.242	2.4
0.085	0.064	0.7	0.215	0.160	1.5	0.362	0.262	2.7
0.105	0.075	0.8	0.230	0.171	1.6	0.387	0.280	3.0

FOTOMETRY INNYCH PRODUCENTÓW:

Dla fotometrów innych producentów sprawdź czy możliwe jest wykonanie pomiarów w probówkach okrągłych. Zalecamy sprawdzenie dokładności pomiaru za pomocą roztworów wzorcowych.

KONTROLA JAKOŚCI ANALITYCZNEJ:**NANOCONTROL** AOX 3 (Nr kat. 925 07)**LITERATURA:**

Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung (DIN EN 1485 H14 und DIN 38409 H22)