

Der neue TOC–Norm-Entwurf: Suspensionsmethode nach DIN EN 15936

Sascha Hupach, sh@shimadzu.de

Shimadzu Deutschland GmbH, www.shimadzu.de

- **TOC im Feststoff in nur drei Schritten bestimmt**
- **Schnelle, einfache und präzise Methode**
- **Statistisch sichere Mehrfachbestimmung aus einem Probenansatz**

Shimadzu, weltweit eines der führenden Unternehmen in der Instrumentellen Analytik, hat gemeinsam mit den zuständigen Behörden und dem Umweltlabor ALBO-tec eine anwenderfreundliche Suspensionsmethode entwickelt. Seit Juni 2009 ist sie in dem Entwurf DIN EN 15936 beschrieben und ist als Ersatz für die DIN EN 13137 vorgesehen. Mit diesem neuen Verfahren lässt sich der TOC-Wert im Feststoff in nur drei Schritten bestimmen: schnell, einfach und präzise.

Bislang sahen die bestehenden Regelwerke (DEV / DIN) vor, zur Bestimmung des TOC in Böden, Schlämmen und Sedimenten die getrocknete Probe direkt zu verbrennen. Der Nachteil dieser Methode liegt darin, dass eine einmal eingewogene und verbrannte Probe nicht zur Doppel- oder Mehrfachbestimmung genutzt werden kann. Die Inhomogenität der Probe geht in die direkte Streuung der Messmethode ein. Zudem ist sie sehr arbeitsaufwändig und zeitraubend.

Mit der neuen Suspensionsmethode gelangen die Anwender in nur drei Schritten zum Ergebnis:

1. Einwiegen:

Die vorzerkleinerte Feststoffprobe wird in einen Erlenmeyer-Kolben eingewogen und mit verdünnter Salzsäure versetzt, zum Beispiel 200 mg Probe auf 200 ml HCl (0,22 mol/l)

2. Dispergieren:

Die Suspension wird mit einem Dispergiergerät zerkleinert und homogenisiert - drei Minuten mit einer Geschwindigkeit von 17. – 18.000 U/min.

3. Messen:

Die Suspension wird in Autosampler-Probengefäße umgefüllt und die Messung einfach gestartet.

Auswertung

Durch die mögliche Mehrfach-Injektion ist die Suspensionsmethode hochpräzise. Sie ermöglicht eine statistisch sichere Mehrfachbestimmung aus einem Probenansatz. Sie wurde bereits mehrfach erfolgreich in einem Ringversuch angewandt.



Bild 1: Die vorzerkleinerte Feststoffprobe wird eingewogen



Bild 2: Die Suspension wird mit einem Dispergiergerät zerkleinert und homogenisiert



Bild 3: Die Probe wird in ein Autosampler-Probengefäß umgefüllt und die Messung gestartet

Peak-Nr.	Flächenwert	TOC-Konzentration der Suspension in mg/l	TOC-Konzentration der Probe in %
1	183,7	24,71	2,47
2	180,9	24,23	2,42
3	189,0	25,61	2,56
4	183,8	24,72	2,47
5	179,9	24,06	2,41
6	179,9	24,06	2,41
7	178,9	23,89	2,39
8	186,9	25,25	2,53
9	181,6	24,35	2,44
10	177,6	23,67	2,37
MW	182,2	24,5	2,45
Std.abw.	3,43	0,62	0,06
Std.abw. in %	1,88	2,52	2,49

Tabelle 1: Messwerte für eine 10-fach Injektion