Vorbehandlung von Aktivkohle zur Bestimmung der Gruppenparameter AOS und AOX in Wasser

W. Padowetz und H. Kästli

Zentrale Analytik der CIBA-GEIGY AG, CH-4002 Basel, Schweiz

Treatment of activated carbon for the determination of the group parameters AOS and AOX in water

In der Wasseranalytik gewinnen neben dem Gruppenparameter AOCl auch die Parameter AOBr, AOF und AOS immer mehr an Bedeutung. Für die Bestimmung dieser Parameter sind Aktivkohlen erforderlich, die möglichst niedrige Blindwerte aufweisen. Die im Deutschen Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung [1] empfohlene Aktivkohle F-400 weist niedrige Blindwerte für Chlor, Brom und Fluor auf und eignet sich daher für die Bestimmung dieser Parameter. Der Schwefelgehalt dieser Kohle beträgt jedoch durchschnittlich 9 mg/g, was die Verwendung für die AOS-Bestimmung ausschließt. Aber auch andere käuflich erhältliche Aktivkohlen weisen Schwefelgehalte im Bereich von mehreren mg/g auf. Es wurde daher vorgeschlagen, Aktivkohlen durch Verkokung von Glucose [2] herzustellen, und es wurde andererseits versucht, Aktivkohlen durch Oxidationsprozesse zu entschwefeln [3]. In der organischen Elementaranalyse wird die Reinigung des für die Sauerstoffbestimmung erforderlichen Gasrußes [4] durch Glühen im Wasserstoffstrom vorgenommen. Dieses Verfahren bewährt sich auch bei Aktivkohlen. Schwefelverbindungen werden dabei zu Schwefelwasserstoff bzw. zu elementarem Schwefel reduziert und mit dem Gasstrom entfernt. Aber auch der Halogengehalt kann auf diese Weise verringert werden, so daß es möglich ist, die Aktivkohle vor der Behandlung mit Wasserstoff mit starken Säuren (Salzsäure, Flußsäure) zu waschen, um den Aschegehalt zu senken.

Experimentelles

Apparatur. Rohofen (W.C. Heraeus), Länge 320 mm, regelbar bis 1000°C.

Quarzrohr, Durchmesser 30 mm, Länge 600 mm, an einem Ende für Schlauchanschluß verjüngt.

Offprint requests to: W. Padowetz

Gasversorgung für Stickstoff und Wasserstoff mit Reduzierventilen und Flowmetern.

Arbeitsvorschrift. In das Quarzrohr einen Quarzwollepfropf einführen und darauf die Kohle so einfüllen, daß über der Kohle im Rohr ein Kanal verbleibt. Das Rohr in den Ofen einsetzen, die Verbindung zur Gasversorgung herstellen und das offene Rohrende mit einem durchbohrten Gummistopfen verschließen, mit dem ein Schlauch zum Ableiten der Gase verbunden ist. Zunächst nur Stickstoff zur Verdrängung der Luft durchleiten und den Ofen anheizen. Allmählich Wasserstoff zumischen und schließlich bei einer Temperatur von 950°C nur noch reinen Wasserstoff mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 100 bis 150 ml/min durchleiten. Das Rohr regelmäßig zur Durchmischung der Kohle drehen. Der Verlauf der Reaktion kann durch Nachweis des Schwefelwasserstoffes im Gasstrom kontrolliert werden. Nach Beendigung wieder auf reinen Stickstoff umschalten und erkalten lassen.

Bei einem Ansatz von 15 g Aktivkohle (Fluka Artikel Nr. 5100) konnte durch diese Behandlung während 10 h der Schwefelgehalt von 7,5 mg S/g auf 0,02 mg S/g und der Chlorgehalt von 0,5 mg Cl/g auf 0,01 mg Cl/g gesenkt werden. Alle Werte wurden immer durch Verbrennung trockener Kohle erhalten.

Wegen der geringen Gehalte an Schwefel, Chlor und Asche eignet sich die Aktivkohle von E. Merck (Artikel 2186) besonders als Ausgangsmaterial für diese Behandlung und erreicht auch die nach AWWA Standard B 604 geforderte Jodzahl [1].

Literatur

1. Deutsches Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung: DIN 38409 T 14 (1985) Beuth Verlag, Berlin
2. Schnitzler M, Lévy W, Kuhn H, Sontheimer H (1983) Vom Wasser 61:263–276
3. Brandt G (1987) Entwicklung einer Methode zur simultanen Bestimmung der Gruppenparameter AOCl, AOBr und AOS als Beurteilungsgrößen für die Wasserbelastung. Dissertation, Universität GH-Paderborn
4. Ehrenberger F, Gorbach S (1973) Methoden der organischen Elementar- und Spurenanalyse. Verlag Chemie, Weinheim

Eingegangen am 16. März 1988

A simple method for the prediction of the GLC retention times of all the 209 PCB congeners

J. Devillers

Institut Pasteur de Lyon, 77 rue Pasteur, F-69365 Lyon Cédex 7, France

Einfaches Verfahren zur Voraussage der GLC-Retentionszeiten aller 209 PCB-Congeneren

Introduction

The polychlorinated biphenyls (PCBs) are a group of xenobiotic chemicals that have attracted concern because of their worldwide distribution, their persistence in the environment, and their

biological and human health effects. PCB molecules consist of a biphenyl nucleus carrying 1 to 10 chlorine atoms. Thus, there are 209 possible congeners ranging from the three monochlorobiphenyls to decachlorobiphenyl.

The physico-chemical and biological properties of these molecules only depend on the number and positions of chlorine atoms on the biphenyl nucleus.

Thus, the aim of the present study was to show that the high-resolution capillary gas chromatographic behaviour of the 209 possible chlorinated biphenyls can be described by a simple coded numerical method of the chlorine substitution patterns.

Experimental

The experimental GLC retention times (RT) relative to the standard, octachloronaphthalene, for the 209 PCBs were taken from the literature [1].