

IKA

designed for scientists

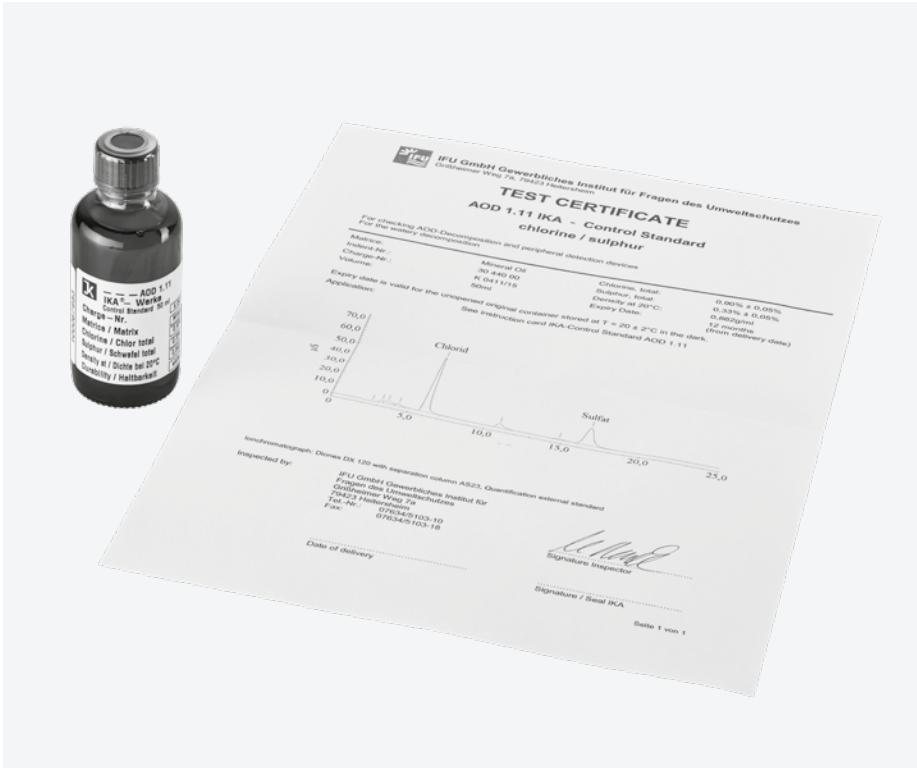
AOD 1.11 Control standard

5
/// DEUTSCH

9
/// ENGLISH

13
/// FRANÇAIS

ARBEITSANWEISUNG ZUR IONENCHROMATOGRAPHISCHEN UND TITRIMETRISCHEN BESTIMMUNG DES IKA-KONTROLLSTANDARD AOD 1.11



Produktbeschreibung:

IKA-Kontrollstandard AOD 1.11 für Chlor und Schwefel

Haltbarkeit:

Bei ordnungsgemäßer Aufbewahrung beträgt die Haltbarkeit 12 Monate nach Lieferung (siehe beigeftigtes Testzertifikat).

Bitte beachten Sie folgende Hinweise:

- stets nur zum Entnehmen öffnen, danach wieder verschließen
- unter 10 °C lagern
- vor Sonneneinstrahlung schützen

Gesuchte(s) Ion(en): Chlorid und Sulfat

Analyse durch / mit:

- 1) Autotitriator / Titroprocessor, Titration von Chlorid mit Silbernitrat
- 2) Ionenchromatograph, Bestimmung von Chlorid und Sulfat über Leitfähigkeitsdetektion

Absorptionslösung bei Verwendung eines Ionenchromatographen angepasst an den Eluenten:

1 Liter Stammlösung setzt sich zusammen aus:

21,2 g Na₂CO₃
6,3 g NaHCO₃

1 Liter der Vorlage besteht aus:

50 ml Stammlösung (siehe oben)
25 ml 30 % H₂O₂
7 - 8 NaOH - Plätzchen

Brennwert der Probe:

Kann parallel bestimmt werden bei Einsatz eines C 7000, C 6000, C 5000, C 2000 oder C 200 Kalorimeters.

Brennhilfe(n):

C 10 Acetobutyrikapseln (IdNr.: 0000750000) können verwendet werden

O₂ - Druck: 30 bar

Beschreibung der Verbrennungsrückstände:

Kleiner Anteil Asche- und Rußrückstände im Tiegel möglich.

Arbeitsanweisung:

1. Probenvorbereitung

Aus dem homogenen Standardöl werden 0,2 - 0,5 g Probe direkt in den Quarziegel beziehungsweise in eine Acetobutyratkapsel (C 10) gefüllt.

Die Einwaage des Probenmaterials wird notiert und für die spätere Gehaltsbestimmung benötigt. Das Gewicht der Kapsel ist für die Messung unerheblich da sie weder Halogene noch Schwefel enthält. Lediglich bei paralleler Brennwertbestimmung ist das Gewicht wichtig, da die dadurch zusätzlich eingebrachte Energie vom Brennwert als Fremdenergie abgezogen werden muss!

Die Kapsel dient einem besseren Probenhandling sowie der Sicherheit, dass bei unbekannten Proben keine leichtenflüchtigen Substanzen entweichen können. Ferner verhindert die Kapsel beim Zünden ein Verspritzen der Probe und unterstützt durch ihre eigene zusätzliche Energie den Aufschluss.

Die C 10 Kapseln können auch bei der Blindwertbestimmung eingesetzt werden.

2. Reinigung der Aufschlussgefäße

Es muss sichergestellt sein, dass keine Kontamination im Aufschlussgefäß vorliegt, und dieses so gereinigt ist, dass die zu untersuchenden Parameter nicht gestört werden. Geeignete Reinigungsmittel sind Aceton, Isopropanol und destilliertes Wasser. Das Aufschlussgefäß wird mit einem füsselfreien Zellstofftuch oder ähnlichem getrocknet und kann für den Aufschluss eingesetzt werden.

Wir empfehlen vor der Probenanalytik eine Blindwertkontrolle durchzuführen.

3. Vorbereitung des Aufschlussgefäßes

Zuerst wird der Baumwollfaden am Zünddraht befestigt. Anschließend füllt man 10 ml +/- 1 ml Absorptionslösung (Zusammensetzung siehe oben) in das Aufschlussgefäß.

Alternativ besteht die Möglichkeit 0,25 mol/l NaOH und 100 - 200 µl Wasserstoffperoxid (30% H₂O₂) als Absorptionslösung zu verwenden.

Der Quarziegel wird in die Halterung des Aufschlussgefäßes eingesetzt. Dann muss der Baumwollfaden so in den Tiegel gehängt werden, dass er direkten Kontakt zur Acetobutyratkapsel oder zum Öl hat und dieses entzünden kann.

Der Deckel wird jetzt in das Aufschlussgefäß gesetzt und mit der Überwurfmutter handfest verschraubt. Jetzt wird das Gefäß an der Sauerstofffüllstation mit 20 bar Überdruck befüllt und zwei Mal wieder entlüftet, sodass der gesamte Stickstoff / Sauerstoff der Raumluft (ca. 210 ml) ausgetrieben ist. Zur Verbrennung wird das Aufschlussgefäß mit 30 bar Sauerstoff (Qualität 3.5 oder höher) gefüllt und ist jetzt zur Zündung bereit. Außerdem wird die Waschflasche der Entlüftungsstation (siehe 4.a) mit 50 ml Absorptionslösung befüllt.

4. Das AOD 1 Verfahren

Dieser Abschnitt ersetzt den Punkt 4.a dieser Arbeitsanweisung für den Fall, dass man mit dem AOD 1 System arbeitet.

Bei diesem Verfahren wird kein Kalorimeter zum Zünden der Probe im Aufschlussgefäß benötigt, sondern man zündet die Probe mit einem elektrischen Impuls, welcher direkt an den Elektroden des Gefäßes angelegt wird. Man setzt den Zündkopf (AOD 1.13) auf das mit Sauerstoff befüllte

Aufschlussgefäß (oder platziert dieses hinter einer Sicherheitsvorrichtung wie z.B. unsere AOD 1.3) und startet die Verbrennung durch einen Druck auf das Fernzündgerät (AOD 1.2). In jedem Fall muss die Zündung unter sicheren Bedingungen hinter einer Schutzwand und mit ausreichend Abstand durchgeführt werden. Bitte lesen Sie dazu aufmerksam die entsprechenden Bedienungsanleitungen.

Eine erfolgreiche Zündung erkennt man an der Erwärmung des Aufschlussgefäßes. Nach der Zündung kann das Gefäß direkt in einem, mit kaltem Wasser befüllten Behälter abgekühlt werden. Danach werden die Verbrennungsgase aus dem Aufschlussgefäß über eine, für das jeweilig verwendete Gefäß angepasste, Entlüftungsstation mit Waschflasche kontrolliert, langsam abgelassen.

4.a Verbrennung im Kalorimeter (am Beispiel C 7000 mit C 7012 Aufschlussgefäß)

Man gibt am Kalorimeter die Basiswerte der Messung ein. Dann stellt man das Aufschlussgefäß in das Kalorimeter und schließt den Deckel. Jetzt startet man die Messung und wartet die Zündung ab. Nach dem Ende der Messung werden Brennwert sowie Temperaturerhöhung vom Kalorimeter angezeigt. Das Aufschlussgefäß kann aus dem Kalorimeter entnommen und in die Kühleinheit des Systems gestellt werden.

Ist das Aufschlussgefäß abgekühlt, werden die Verbrennungsgase aus dem C 7012 Gefäß an der C 7030 Entlüftungsstation mit Waschflasche kontrolliert, langsam abgelassen.

Aufschlussgefäß	Passende Entlüftungsstation	Kalorimeter
C 5012	C 5030	C 5000, C 2000, C 200
C 6012	C 6030	C 6000
C 7012	C 7030	C 7000
AOD 1.1	C 7030	-

5. Ausspülen des Aufschlussgefäßes zur potentiometrischen Gehaltsbestimmung

Man öffnet das Aufschlussgefäß und spült dieses gründlich mit destilliertem Wasser aus. Dabei ist zu beachten, dass alle Teile des Gefäßes berücksichtigt werden.

Dann vereint man die Aufschlusslösung sowie die Absorptionslösung aus der Waschflasche in einem 250 ml Kolben und füllt diesen bis zur Eichmarke. Das für die Messung abgenommene Aliquot (50,0 ml oder 100,0 ml) überführt man in einen Titrationsbecher.

Der Aliquotfaktor von 5 beziehungsweise 2,5 wird notiert und zur Ergebnisberechnung benötigt. Den Titrationsbecher füllt man bis etwa zur Hälfte mit destilliertem Wasser auf und gibt 2 ml konzentrierte Salpetersäure hinzu.

6. Potentiometrische Messung

Man stellt den Titrationsbecher in den Analyseprozessor und startet die entsprechende Methode. Nach einigen Minuten kann das Ergebnis in Milligramm abgelesen werden. Hieraus lässt sich unter Berücksichtigung der Einwaage und des Aliquotfaktors die Halogenkonzentration errechnen.

7. Ausspülen des Aufschlussgefäßes zur Analyse im Ionenchromatographen

Die Vorgehensweise bei diesem Schritt ist die gleiche wie unter Punkt 5. mit dem Unterschied, dass man nicht mit destilliertem Wasser ausspült, sondern mit dem Eluent des Ionenchromatographs.

WORK INSTRUCTION FOR ION CHROMATOGRAPHIC AND TITRIMETRIC DETERMINATION OF IKA-CONTROL STANDARD AOD 1.11

Product description:

IKA – Control standard AOD 1.11 for chlorine and sulphur

Shelf Life:

12 months after delivery if stored properly (check on the test certificate).

Requirements for proper storage:

- open the bottle only when taking the sample, close it again properly
- store below 10 °C
- protect from exposure to sunlight

Ion(s) sought: Chloride and Sulfate

Analysis by means of / with:

1) Autotitration / Titration processor, Titration of chloride with silver nitrate

2) Ion-chromatographic determination of chloride and sulfate by means of conductivity detection unit

The absorption solution is usually adapted to the eluent used with the Ion-Chromatograph

1 Liter stock solution is made up of:

21.2 g Na₂CO₃

6.30 g NaHCO₃

1 Liter absorption solution is made up of:

50 ml stock solution (see above)

25 ml 30% H₂O₂

7 - 8 NaOH – pellets

Calorific value of the sample:

Can be determined simultaneously when using C 7000, C 6000, C 5000, C 2000 or C 200 calorimeter

Combustion aid(s):

C 10 Acetobutyrate-capsules (IdNr.: 0000750000) may be used

O₂ - pressure: 30 bar

Description of the combustion residues:

Minimal residues of ash or soot residues in the crucible are possible.

Work instruction:

1. Sample preparation

From the homogeneous standard oil 0.2 - 0.5 g of the sample are filled directly into the quartz crucible or into an acetobutyrate-capsule (C 10).

The weighted-in quantity of the sample material is noted down for the later required calculation of the ion-content. The weight of the capsule is not important for the measurement as it contains neither halogens nor sulfur. The weight is important only during parallel calorific value determination, since the energy additionally introduced thereby must be deducted from the gross calorific value as foreign energy.

The capsule allows better sample handling and ensures that no volatile components of i.e. an unknown sample can escape. Furthermore, the capsule prevents splattering of the sample when igniting and supports the decomposition process through their additional energy provided.

The C 10 capsules may be used for the blank value determination as well.

2. Cleaning the decomposition vessel

It must be guaranteed that no contamination is present in the decomposition bomb, and the latter shall be cleaned in such a way that the parameters which may be examined are not affected.

Suitable cleaning agents are acetone, isopropyl alcohol and distilled water. The decomposition vessel is dried using a lint free cellulose cloth or the like and can be used for the decomposition.

We recommend performing blank value tests on a regular basis.

3. Preparing the decomposition vessel

First the cotton thread is bound onto the ignition wire. Then one adds 10 ml +/- 1ml of the absorption solution into the decomposition vessel (composition of the absorption solution see above).

Alternatively, it is possible to use 0,25 mol/l NaOH and 100 µl – 200 µl hydrogen peroxide (30%) as the absorption solution.

The quartz crucible is inserted into the crucible holder of the decomposition vessel. Then the cotton thread must be positioned inside the crucible in such a way, that it can ignite the acetobutyrate-capsule or oil directly.

The ignition insert is now placed into the decomposition vessel and screwed on tightly. Now the decomposition vessel is filled with 20 bar excess pressure and vented again two times by means of the filling station so that the entire nitrogen / oxygen of the room air (approximately 210 ml) is driven out. For the actual combustion the decomposition vessel is then filled with 30 bar oxygen (quality 3.5 or better) and is now ready for ignition. The gas-washing bottle of the venting station (see 4.a) is filled with 50 ml of the absorption solution.

4. The AOD 1 procedure

This section replaces point 4.a of this work instruction in the event that one uses the AOD 1 Decomposition System procedure.

A calorimeter for igniting the sample in the decomposition vessel is not needed for this procedure, instead one ignites the sample with an electrical impulse which is directly applied to

the electrodes of the decomposition vessel. One places the ignition adapter (AOD 1.13) onto the oxygen filled decomposition vessel (or places the vessel behind the safety wall AOD 1.3) and starts the combustion by pressing the igniter on the ignition box AOD 1.2. In any case, the ignition must be performed under safe conditions behind a safety wall and with enough safety distance. Please read the instruction manual of the AOD 1.1 decomposition vessel and AOD 1 System with care.

Successful ignition is characterized by the heating up of the decomposition vessel. After ignition the vessel can be cooled in a container filled with cold water. Once the vessel is cooled off, the incineration gases can be discharged carefully from the decomposition vessel via a venting station. The vessel may also be swiveled carefully to unite the absorption solution and condensed water on the wall of the decomposition vessel.

4.a Combustion in the calorimeter (C 7000 with C 7012 decomposition vessel)

One enters the required data for the measurement into the calorimeter, places the decomposition vessel into the calorimeter and starts the measurement procedure. After the ignition the calorific value as well as the rise in temperature and calorific value are displayed. The decomposition vessel can be taken out of the calorimeter and be placed into the cooling unit of the system.

Once the vessel cooled off, the incineration gases are discharged in a slow, controlled manner from the decomposition vessel with the venting station C 7030 through a washing bottle filled with absorption solution.

Decomposition vessel	Suitable venting station	Calorimeter
C 5012	C 5030	C 5000, C 2000, C 200
C 6012	C 6030	C 6000
C 7012	C 7030	C 7000
AOD 1.1	C 7030	-

5. Rinsing the decomposition vessel for the potentiometric determination

The decomposition vessel is opened and thoroughly rinsed with distilled water. Care has to be taken, to ensure that all parts of the vessel are accounted for.

The decomposition solution as well as the absorption solution from the washing bottle are filled into a 250 ml flask and filled up to the calibration mark. The aliquot removed for the measurement (50.0 ml or 100.0 ml) is transferred into the titration cup.

The aliquot factor of 5 or 2.5 is noted and needed for calculation of the result. The titration cup is then filled approximately halfway with distilled water and 2 ml concentrated nitric acid is added.

6. Potentiometric measurement

The titration cup is then placed into the analysis processor and the corresponding procedure is started. After several minutes the result can be read off in milligrams. The halogen concentration can be calculated from this taking the originally weighted-in quantity and the aliquot factor into consideration.

7. Rinsing the decomposition vessel for analysis in the ion chromatograph

The procedure for this step is the same as described in paragraph 5., with the difference that

one uses the eluent of the ion-chromatograph instead of distilled water to rinse the decomposition vessel.

The calculation is performed by taking the originally weighted-in quantity into consideration as well as the flask contents in which the decomposition solution and the absorption solution were combined from the washing bottle.

INSTRUCTIONS POUR LA DÉTERMINATION PAR CHROMATOGRAPHIE IONIQUE ET PAR TITRAGE DE LA NORME DE CONTRÔLE IKA AOD 1.11

Description du produit :

Norme de contrôle IKA AOD 1.11 pour le chlore et le soufre

Durée de conservation :

Avec un stockage conforme, la durée de conservation est de 12 mois après livraison (cf. certificat de test fourni).

Veuillez respecter les consignes suivantes :

- n'ouvrir que pour retirer et refermer après usage
- stocker à moins de 10 °C
- protéger du rayonnement solaire

Ion(s) recherché(s) : chlorure et sulfate

Analyse par/avec :

- 1) titrimètre automatique/titroprocesseur, titrage du chlorure avec du nitrate d'argent
- 2) chromatographe ionique, détermination du chlorure et du sulfate par détection de la conductivité

Solution d'absorption en cas d'utilisation d'un chromatographe ionique adapté à l'éluant :

1 litre de solution de base se compose de :

21,2 g Na₂CO₃

6,3 g NaHCO₃

1 litre du modèle se compose de :

50 ml de solution de base (voir ci-dessus)

25 ml 30 % H₂O₂

7 - 8 tablettes NaOH

Valeur calorifique de l'échantillon :

Peut être déterminée en parallèle en utilisant un calorimètre C 7000, C 6000, C 5000, C 2000 ou C 200.

Auxiliaire(s) de combustion :

Des capsules d'acétobutyrate C 10 (réf. : 0000750000) peuvent être utilisées

O₂ - pression : 30 bars

Description des résidus de combustion :

Faible proportion de cendres et de suie possible dans le creuset.

Instructions :

1. Préparation des échantillons

Extraire de l'huile standard homogène un échantillon de 0,2 à 0,5 g et le verser directement dans le creuset en quartz ou dans une capsule d'acétobutyrate (C 10).

Le poids d'échantillon est noté et servira à la détermination des teneurs. Le poids de la capsule est sans importance pour la mesure, car elle ne contient ni halogènes ni soufre. Le poids est important seulement en cas de détermination parallèle de la valeur calorifique, car l'énergie supplémentaire apportée doit être déduite de la valeur calorifique, en tant qu'énergie extérieure !

La capsule sert à une meilleure manipulation des échantillons et à la sécurité, pour éviter que des substances volatiles s'échappent en présence d'échantillons inconnus. En outre, la capsule évite la projection de l'échantillon à l'allumage et soutient la décomposition par son énergie propre additionnelle.

Les capsules C 10 peuvent aussi être utilisées lors de la détermination de la valeur à blanc.

2. Nettoyage de la bombe calorimétrique

S'assurer de l'absence de contamination dans la bombe calorimétrique et la nettoyer de manière à ne pas perturber les paramètres à examiner. L'acétone, l'isopropanol et l'eau distillée sont des produits de nettoyage adaptés. Essuyer la bombe calorimétrique à l'aide d'un chiffon non pelucheux ou similaire avant de l'utiliser.

Nous conseillons d'effectuer un contrôle de la valeur à blanc avant l'analyse d'un échantillon.

3. Préparation de la bombe calorimétrique

Fixer d'abord le fil de coton au fil d'allumage. Puis, verser 10 ml +/- 1 ml de solution d'absorption (composition ci-dessus) dans la bombe calorimétrique.

Alternativement, il est possible d'utiliser 0,25 mol/l et 100 - 200µl de peroxyde d'hydrogène (30% H₂O₂) comme solution d'absorption.

Le creuset en quartz se place dans le support de la bombe calorimétrique. Puis, le fil de coton doit être suspendu dans le creuset de manière à être en contact direct avec la capsule d'acétobutyrate ou l'huile, pour pouvoir l'enflammer.

Placer ensuite le couvercle dans la bombe calorimétrique et le visser à la main avec l'écrou d'accouplement. Avec la station de remplissage d'oxygène, remplir alors la bombe avec 20 bars de surpression et la purger deux fois, pour chasser la totalité de l'azote/l'oxygène de l'air ambiant (env. 210 ml). Pour la combustion, remplir la bombe calorimétrique de 30 bars d'oxygène (qualité 3.5 ou plus), elle est alors prête pour l'allumage. De plus, remplir le flacon de lavage de la station d'évacuation (voir 4.a) de 50 ml de solution d'absorption.

4. Procédé AOD 1

Cette section remplace le point 4.a de ces instructions pour le cas où l'on travaille avec le système AOD 1.

Dans ce procédé, on n'utilise pas de calorimètre pour l'allumage de l'échantillon dans la bombe calorimétrique, mais on enflamme l'échantillon avec une impulsion électrique appliquée directement sur les électrodes de la bombe. Placer la tête d'allumage (AOD 1.13) sur la bombe calorimétrique remplie d'oxygène (ou la placer derrière un dispositif de sécurité, comme p. ex. notre AOD 1.3), et démarrer la combustion par une pression sur l'amorceur distant (AOD 1.2). Dans tous les cas, l'allumage doit être exécuté dans des conditions sûres, derrière une paroi de protection et à distance suffisante. Lisez attentivement les notices correspondantes.

On reconnaît un allumage réussi au réchauffement de la bombe calorimétrique. Après l'allum-

age, la bombe peut être refroidie directement dans un récipient rempli d'eau froide. Ensuite, les gaz de combustion sont évacués lentement et en contrôle de la bombe calorimétrique, via une station d'évacuation avec flacon de lavage, adaptée à la bombe utilisée.

4.a Combustion dans le calorimètre (exemple C 7000 avec bombe calorimétrique C 7012)

Saisir les valeurs de base de la mesure sur le calorimètre. Puis, placer la bombe calorimétrique dans le calorimètre et fermer le couvercle. Démarrer ensuite la mesure et attendre l'allumage. À la fin de la mesure, le calorimètre affiche la valeur calorifique et la montée en température. La bombe calorimétrique peut être retirée du calorimètre et placée dans l'unité de refroidissement du système.

Une fois la bombe calorimétrique refroidie, évacuer lentement et en contrôle les gaz de combustion de la bombe C 7012 via la station d'évacuation C 7030 avec flacon de lavage.

Bombe calorimétrique	Station d'évacuation adaptée	Calorimètre
C 5012	C 5030	C 5000, C 2000, C 200
C 6012	C 6030	C 6000
C 7012	C 7030	C 7000
AOD 1.1	C 7030	-

5. Rinçage de la bombe calorimétrique pour la détermination potentiométrique des teneurs

Ouvrir la bombe calorimétrique et la rincer soigneusement à l'eau distillée. Ce faisant, penser à toutes les parties de la bombe.

Mélanger ensuite les solutions de décomposition et d'absorption venant du flacon de lavage dans un ballon de 250 ml, et remplir celui-ci jusqu'au repère de calibrage. Transvaser l'aliquote prélevé pour la mesure (50,0 ml ou 100,0 ml) dans un bêcher de titrage.

Noter le facteur aliquote de 5 ou 2,5 qui servira pour le calcul du résultat. Remplir le bêcher de titrage à moitié d'eau distillée et ajouter 2 ml d'acide nitrique concentré.

6. Mesure potentiométrique

Placer le bêcher de titrage dans le processeur analytique et démarrer la méthode correspondante. Le résultat en milligrammes peut être lu au bout de quelques minutes. Ce chiffre permet de calculer la concentration en halogènes, en tenant compte du poids d'échantillon et du facteur d'aliquote.

7. Rinçage de la bombe calorimétrique pour l'analyse dans le chromatographe ionique

La procédure est la même qu'au point 5., à la différence qu'on ne rince pas à l'eau distillée, mais avec l'éluant du chromatographe ionique.

Le calcul se fait en tenant compte du poids d'échantillon et de la contenance du ballon dans lequel ont été mélangées les solutions de décomposition et d'absorption provenant du flacon de lavage.



designed for scientists

IKA-Werke GmbH & Co. KG

Janke & Kunkel-Straße 10, 79219 Staufen, Germany

Phone: +49 7633 831-0, Fax: +49 7633 831-98

eMail: sales@ika.de

USA

IKA Works, Inc.

Phone: +1 910 452-7059

eMail: usa@ika.net

KOREA

IKA Korea Ltd.

Phone: +82 2 2136 6800

eMail: sales-lab@ika.kr

BRAZIL

IKA Brasil

Phone: +55 19 3772 9600

eMail: sales@ika.net.br

MALAYSIA

IKA Works (Asia) Sdn Bhd

Phone: +60 3 6099-5666

eMail: sales.lab@ika.my

CHINA

IKA Works Guangzhou

Phone: +86 20 8222 6771

eMail: info@ika.cn

POLAND

IKA Poland Sp. z o.o.

Phone: +48 22 201 99 79

eMail: sales.poland@ika.com

JAPAN

IKA Japan K.K.

Phone: +81 6 6730 6781

eMail: info_japan@ika.ne.jp

INDIA

IKA India Private Limited

Phone: +91 80 26253 900

eMail: info@ika.in

UNITED KINGDOM

IKA England LTD.

Phone: +44 1865 986 162

eMail: sales.England@ika.com

VIETNAM

IKA Vietnam Company Limited

Phone: +84 28 38202142

eMail: sales.lab-vietnam@ika.com

Discover and order the fascinating products of IKA online:

www.ika.com

20000004516_3081600_AOD 1.11_082020



IKAworldwide



IKAworldwide /// #lookattheblue



@IKAworldwide

Technical specifications may be changed without prior notice.