

# IKA-Control standard AOD 1.11 AOD 1.12

**Test Certificate**  
AOD 1.11 IKA - Control Standard  
**Chlorine / Sulphur**  
for checking AOD-Decomposition and peripheral detection devices  
for the watery decomposition

Matrice : Mineral Oil  
 IKA-Ident. Nr. : 30 440 00  
 Charge-Nr. : 9807101  
 Volume : 50 mL  
 Application : see instruction card IKA - Control Standard AOD 1.11

Chlorine, total : 1,04 % ± 0,05%  
 Sulphur, total : 0,62 % ± 0,03 %  
 Density at 15°C : 0,875 g/cm³  
 Durability : 12 Months (from

Kontrollstandard AOD  
 Detection methode: Ion-Chromatography  
 DX120/AS14

<b>AOD 1.11</b>	<b>AOD 1.11</b>
<b>IKA® LABORTECHNIK</b>	<b>IKA® LABORTECHNIK</b>
Control Standard 50 mL	Control Standard 50 mL
Charge-Nr. : 9807101	Charge-Nr. : 9807101
Matrice/Matrix : Mineral Oil	Matrice/Matrix : Mineral Oil
Chlorine/Chlor total : 1,04 % ± 0,05%	Chlorine/Chlor total : 1,04 % ± 0,05%
Sulphur/Schwefel total : 0,62 % ± 0,03 %	Sulphur/Schwefel total : 0,62 % ± 0,03 %
Density at / Dichte bei 15°C : 0,875 g/cm³	Density at / Dichte bei 15°C : 0,875 g/cm³
Durability/Haltbarkeit : 05.99	Durability/Haltbarkeit : 05.99

Arbeitsanweisung  
Work instruction

DE  
USA

# ARBEITSANWEISUNG ZUR IONENCHROMATOGRAPHISCHEN UND TITRIMETRISCHEN BESTIMMUNG DES IKA<sup>™</sup>-KONTROLLSTANDARD AOD 1.11 UND AOD 1.12

## Probenbezeichnung -beschreibung:

IKA-Kontrollstandard AOD 1.11 für Chlor und Schwefel  
IKA-Kontrollstandard AOD 1.12 für Fluor und Brom

Haltbarkeit: Bei ordnungsgemäßer Aufbewahrung beträgt die Haltbarkeit  
12 Monate (siehe Etikett)  
Bitte beachten Sie folgende Punkte:  
- stets nur zum Entnehmen öffnen, danach wieder verschließen  
unter 10°C lagern  
- vor Sonneneinstrahlung schützen

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

Analyse durch / mit:

- 1) Titroprozessor der Firma ( Mettler bzw. Metrohm )  
Titration von Chlorid mit Silbernitrat
- 2) Ionenchromatograph der Firma Dionex  
( DX - 1000 / 120 )  
Bestimmung von Chlorid und Sulfat durch  
Leitfähigkeitsmessung

Absorptionslösung: 1 Liter der Vorlage besteht aus:

50 ml Stammlösung ( siehe unten )  
25 ml 30 % H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>  
7 - 8 NaOH - Plättchen

1 Liter Stammlösung setzt sich zusammen aus:

21,2 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>  
6,3 g NaHCO<sub>3</sub>

Brennwert der Probe:

Kann parallel bestimmt werden bei Einsatz eines C 2000; C 5000 oder C 7000 Kalorimeters

Brennhilfe(n): Acetobutyratkapseln können verwendet werden

O<sub>2</sub> - Druck: 30 bar

Beschreibung der Verbrennungsrückstände:

Kleiner Anteil Asche- und Rußrückstände im Tiegel.

Arbeitsanweisung:

1. Probenvorbereitung

Aus dem homogenen Standardöl werden 0,2 - 0,5 g Probe direkt in den Quarztiegel 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 das bei unbekanntem Proben keine leichtflüchtigen Substanzen entweichen können. Ferner verhindert die Kapsel beim Zünden ein Verspritzen der Probe und unterstützt durch ihrer eigene zusätzliche Energie von ca. 20100 J/g (Brennwert je nach Charge) den Aufschluß.

## 2. Reinigung der Aufschlußbombe

Es muß sichergestellt sein, daß keine Kontamination in der Aufschlußbombe vorliegt, und diese so gereinigt ist, daß die zu untersuchenden Parameter nicht gestört werden.

Geeignete Reinigungsmittel sind Aceton, Isopropanol und destilliertes Wasser. Das Aufschlußgefäß wird mit einem Zellstofftuch oder ähnlichem getrocknet und kann für den Aufschluß eingesetzt werden.

## 3. Vorbereitung der Aufschlußbombe

Zuerst wird der Zünddraht an den Zündelektroden befestigt. Hiernach füllt man ca. 10 ml Absorptionslösung ( Zusammensetzung siehe oben ) in das Aufschlußgefäß. Alternativ besteht die Möglichkeit 0,25 \F(mol,l) NaOH und 100µl Wasserstoffperoxid als Absorptionslösung zu verwenden.

Der Quarztiegel wird in die Halterung der Bombe eingesetzt. Dann muß der Zünddraht so in den Tiegel gehängt werden, daß er beim Verglühen während der Zündung die Acetobutyratkapsel oder das Öl direkt entzünden kann.

Der Zündensatz wird jetzt in die Aufschlußbombe gesetzt und handfest zugeschraubt. Jetzt wird die Aufschlußbombe an der Sauerstofffüllstation mit 20 bar Überdruck befüllt und zwei mal mittels der Füllstation wieder entleert so, daß der gesamte Stickstoff / Sauerstoff der Raumluft ( ca. 210 ml ) ausgetrieben ist. Zur Verbrennung wird die Bombe mit Sauerstoff 3.5 oder reiner mit 30 bar Überdruck gefüllt und ist jetzt zur Zündung bereit. Hiernach wird die Waschflasche an der Sauerstoffstation mit 50 ml Absorptionslösung befüllt.

## 4. Das AOD 1 Verfahren

Bei diesem Verfahren benötigt man kein Kalorimeter zum Zünden der Probe im Aufschlußgefäß sondern man zündet die Probe mit einem elektrischen Impuls, welcher direkt an den Elektroden des Aufschlußgefäßes angelegt wird. Man setzt die Zündkappe auf das mit Sauerstoff befüllte Aufschlußgefäß und startet die Verbrennung durch einen Druck auf den Zündgeber. Eine erfolgreiche Zündung erkennt man durch Erwärmung des Aufschlußgefäßes. Nach der Zündung kann das Gefäß direkt im Kühler abgekühlt werden ( Kühleinheit als Option zum System ). Ist das Gefäß abgekühlt, werden die Verbrennungsgase aus dem Aufschlußgefäß an der Sauerstofffüllstation C 7030 über eine Waschflasche abgelassen.

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

### 4.a Verbrennung im Kalorimeter

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 der Zündung 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 Gefäß an der Entlüftungsstation C 7030 / C 5030 über eine Waschflasche abgelassen.

#### 5. Ausspülen des Aufschlußgefäßes zur potentiometrischen Gehaltsbestimmung

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

Dann füllt man die Aufschlußlösung sowie die Absorptionslösung aus der Waschflasche in einen 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 Halogen-Konzentration errechnen.

#### 7. Ausspülen der Aufschlußbombe 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 Eluenten. 1000 ml Eluent bestehen aus:

Entsprechend der Angaben des Geräteherstellers beziehungsweise des Säulenlieferanten.

Die Berechnung erfolgt unter Berücksichtigung der Einwaage sowie dem Kolbeninhalt in dem die Aufschlußlösung und die Absorptionslösung aus der Waschflasche vereinigt wurden.

# WORK INSTRUCTION FOR ION CHROMATOGRAPHIC AND TITRIMETRIC DETERMINATION OF IKA-CONTROL STANDARD AOD 1.11 AND AOD 1.12

## Sample designation / description:

IKA – Control standard AOD 1.11 for chlorine and sulphur  
IKA – Control standard AOD 1.12 for fluorine and bromine

Ion(s) sought: Chlorid and sulfate  
Fluorid and bromid

Durability: In the case of normal keeping the durability amounts  
12 months (see label)  
Please you consider the following points:  
- always only to taking open, afterwards again lock and  
under 10°C store  
- protect against sun exposure

Analysis by means of / with:

- 1) Titration processor of the company (Mettler and/or Metrohm)  
Titration of chloride with silver nitrate
- 2) Ion chromatograph of the firm Dionex (DX- 1000/120)  
Determination of chloride and sulfate by means of conductivity measurement

Absorption solution:

1 liter consists of:  
50 ml stock solution (see below)  
25 ml 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>  
7 - 8 NaOH – pellets

1 Liter stock solution is made up of:  
21.2 g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> and 6.30 g NaHCO<sub>3</sub>

## Calorific value of the sample:

Can be determined in parallel with employment of a C 2000; C 5000 or C 7000 calorimeter

Combustion aid(s): Acetobutyrate capsules may be used

O<sub>2</sub> - pressure: 30 bar

## Description of the combustion residues:

Small portion of ash and soot residues in the crucible.

## 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 and/or into a acetobutyrate capsule (C 10).

The originally weighted-in quantity of the sample material is noted and required later for the content determination. The weight of the cap 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 is for better sample handling as well as to ensure that no volatile substances can escape in the case of unknown samples. Furthermore, the capsule prevents a spattering of the sample when igniting and supports decomposition through their additional energy of approximately 20100 J/g.

## 2. Cleaning the decomposition bomb

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 effected.

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

## 3. Preparing the decomposition bomb

First the ignition wire is fastened onto the ignition electrodes. After this one fills approximately 10 ml of the absorption solution (see above for composition) into the decomposition vessel. Alternatively, it is possible to use  $0,25 \frac{\text{mol}}{\text{l}} \text{NaOH}$  and 100µl hydrogen peroxide as the absorption solution.

The quartz crucible is inserted into the mounting plate of the bomb. Then the ignition wire must be hung into the crucible in such a way that it can ignite the acetobutyrate capsule or oil directly with its firing during the ignition.

The ignition insert is now placed into the decomposition bomb and screwed on tightly. Now the decomposition bomb at the oxygen filling station is filled with 20 bar excess pressure and emptied 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 combustion the bomb is filled with 3.5 oxygen or purer with 30 bar excess pressure and is now ready for ignition. After this the washing bottle at the oxygen station is filled with 50 ml of the absorption solution.

## 4. The AOD 1 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 cap on the decomposition vessel filled with oxygen and starts combustion by pressing the igniter. Successful ignition is characterized by the heating up of the decomposition vessel. After ignition the vessel can be cooled down directly in cooling unit (cooling unit as an option to the system). If the vessel is cooled off then the incineration gases are discharged from the decomposition vessel at venting station C 7030 / C 5030 via a washing bottle.

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

### 4.a Combustion in the calorimeter

One enters the base values of the measurement at the calorimeter. Then one places the decomposition vessel into the calorimeter and closes the cover. Now one starts the measurement and waits for the ignition. After the ignition calorific value as well as the rise in temperature are indicated by the calorimeter. The decomposition vessel can be taken out of the calorimeter and be placed into the cooling unit of the system.

If the vessel is cooled off then the incineration gases are discharged from the decomposition vessel at venting station C 7030 / C 5030 via a washing bottle.

5. Rinsing the decomposition vessel for potentiometric content determination

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

Then the decomposition solution as well as the absorption solution are filled from the washing bottle into a 250 ml flask and fills this up to the calibration mark. The aliquot removed for the measurement (50.0 ml or 100.0 ml) is transferred into a 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 under point 5 with the difference that one uses eluent for rinsing out instead of distilled water. 1000 ml eluent consists of:

In accordance with the data supplied by the equipment manufacturer and/or the column supplier.

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.

**Europe  
Middle East  
Africa**

---

**IKA® - Werke  
GmbH & Co.KG**  
Janke & Kunkel-Str. 10  
D-79219 Staufen  
Tel.: +49 7633 831-0  
Fax: +49 7633 831-98  
E-Mail: sales@ika.de

**North America**

---

**IKA® Works, Inc.**  
2635 North Chase  
Pkwy SE  
Wilmington  
NC 28405-7419 USA  
Tel.: 800 733-3037  
Tel.: +1 910 452-7059  
Fax: +1 910 452-7693  
E-Mail: usa@ika.net

**China**

---

**IKA® Works Guangzhou**  
173-175 Friendship Road  
Guangzhou  
Economic and Technological  
Development District  
510730 Guangzhou, China  
Tel.: +86 20 8222-6771  
Fax: +86 20 8222-6776  
E-Mail: sales@ikagz.com.cn

**Asia  
Australia**

---

**IKA® Works (Asia)  
Sdn Bhd**  
No. 17 & 19, Jalan PJU 3/50  
Sunway Damansara  
Technology Park  
47810 Petaling Jaya  
Selangor, Malaysia  
Tel.: +60 3 7804-3322  
Fax: +60 3 7804-8940  
E-Mail: sales@ika.com.my

**Japan**

---

**IKA® Japan K.K.**  
293-1 Kobayashi-cho  
Yamato Koriyama Shi, Nara  
639-1026 Japan  
Tel.: +81 743 58-4611  
Fax: +81 743 58-4612  
E-Mail: info@ika.ne.jp

**Korea**

---

**IKA® Korea Co LTD**  
1710 Anyang Trade Center  
1107 Buhung-dong,  
Dongan-gu  
Anyang City, Kyeonggi-do  
Post code: 431-817  
South Korea  
Tel.: +82 31-380-6877  
Fax: +82 31-380-6878  
E-Mail: michael@ikakorea.co.kr

**India**

---

**IKA® - Werke  
GmbH & Co.KG**  
Liaison Office India  
No. 31 (Old No. 264)  
1st Floor, 10th Cross  
1st "N" Block, Rajajinagar  
560 010 Bangalore  
Tel.: +91 80-41157736  
Fax: +91 80-41157735  
E-Mail: info@ikaindia.com

**Brasilia**

---

**IKA® Works Inc.**  
Av. das Américas,  
15700, sala 235  
Recreio dos Bandeirantes  
CEP 22790-701  
Rio de Janeiro, RJ  
Brasil  
Tel.: +55 21 2487-7743  
Fax: +55 21 2487-7743  
E-Mail: fcabral@ika.net