

Chemischer Sauerstoffbedarf (CSB-Ampullen)

LR CSB: 0 – 150 mg/l
HR CSB: 0 – 1500 mg/l
HR+ CSB: 0 – 15.000 mg/l

SICHERHEITSHINWEISE

Die CSB-Reagenzampullen enthalten Schwefelsäure, die schwere Verätzungen verursacht. Vor dem Gebrauch das Sicherheitsdatenblatt (erhältlich unter www.chemetrics.com) lesen. Die entsprechende persönliche Schutzausrüstung tragen. Dieses Testverfahren unter einem Laborabzug durchführen.

TESTMETHODE

Der chemische Sauerstoffbedarf ist ein Maß für den Gehalt an oxidierbaren, organischen Stoffen in einer Abwasserprobe. Die Probe wird mit einer sauren Lösung aus Kaliumdichromat in Gegenwart eines Katalysators (Silber) reduziert und für 2 Stunden bei einer Temperatur von 150 °C aufgeschlossen. Die oxidierbaren organischen Stoffe reduzieren das Dichromat-Ion ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) zu einem Chrom(III)-Ion (Cr^{3+}). In den LR CSB-Kits wird die Reduzierung der Dichromat-Ionen kolorimetrisch gemessen. In den HR und HR+ CSB-Kits wird die Menge an produzierten Chrom(III)-Ionen gemessen. Die Testergebnisse werden ausgedrückt in Milligramm Sauerstoff, die pro Liter der Probe verbraucht werden (mg/Liter CSB).

QUELLEN

APHA Standard Methods, 22nd ed., method 5220 D – 1997.

ASTM D 1252-06, Chemical Oxygen Demand (Dichromate Oxygen Demand) of Water, Test Method B.

EPA Methods for Analysis of Waters and Wastes, method 410.4 (1983).

A. M. Jirka and M. J. Carter, "Micro Semi-Automated Analysis of Surface and Wastewaters for Chemical Oxygen Demand," Analytical Chemistry, Vol. 47, p. 1397 (1975).

J. A. Winter, "Method Research Study 3, Demand Analysis, An Evaluation of Analytical Methods for Water and Wastewater," USEPA, (1971).

FEHLERQUELLEN

Quecksilberhaltige LR CSB und HR CSB-Reagenzien sind so zusammengesetzt, dass sie einer störenden Einwirkung von bis zu 2000 ppm Chlorid standhalten können. Das quecksilberhaltige HR+ CSB-Reagenz kann bei Proben mit bis zu 20.000 ppm Chlorid verwendet werden, ohne dass es zu einer störenden Einwirkung kommt. Proben mit einer höheren Chloridkonzentration müssen verdünnt werden. Ferner führen Proben mit einem hohen Chloridgehalt (>1000 ppm) und einer geringen Menge an CSB (<30 % des Messbereichs) zu falsch positiven Testergebnissen. In diesem Fall empfiehlt sich eine Verdünnung.

LR CSB und HR CSB-Reagenzien ohne Quecksilber sind erhältlich für Proben, die weniger als 100 ppm Chlorid enthalten (weniger als 1000 ppm für das quecksilberfreie HR+ CSB-Kit).

Die Wahl des CSB-Kits für den richtigen Messbereich ist wichtig. Liegt die CSB-Konzentration deutlich über dem Messbereich des verwendeten Testkits, können falsch niedrige Testergebnisse erhalten werden.

Das CSB-Reagenz ist lichtempfindlich. Die Reagenzampullen bei Nichtgebrauch an einem dunklen Ort und bei Raumtemperatur lagern.

Eine gute Arbeitsweise und die Beseitigung von Verunreinigungen sind notwendig für exakte Ergebnisse. Alle Glaswaren mit 20%iger Schwefelsäure waschen.

LED-Fotometer bieten für CSB-Tests nicht die gleiche Genauigkeit, Präzision und Empfindlichkeit, die mit Spektrofotometern erzielt werden kann. Für die Zwecke der Berichterstattung an NPDES ist ein Spektrofotometer die bevorzugte Messmethode für CSB.

KALIBRIERUNG UND GENAUIGKEITSKONTROLLE

1. Um Testergebnisse in mg/Liter CSB zu erhalten:

- Vorprogrammierte CHEMetrics- oder Hach¹-Instrumente für eine direkte Ergebnisanzeige verwenden. Die in der Bedienungsanleitung des Instruments beschriebenen Aufbau- und Messverfahren befolgen.
- Für Spektrofotometer anderer Marken die angegebene Kalibrationsgleichung (Schritt 12 des Testverfahrens) verwenden.
- Eine Standardkurve speziell für das verwendete Instrument durch die Erstellung einer Reihe von fünf Standardlösungen (darunter eine Blindlösung) erzeugen, die den erwarteten Messbereich des Tests abdecken.

2. CSB-Standardlösungen (siehe Informationen zur Nachbestellung) werden verwendet, um die Genauigkeit des Tests zu prüfen oder um eine gerätespezifische Kalibrationskurve zu erzeugen.

¹ Hach Company kann die Genauigkeit der Kalibrationen, die es bereitstellt, nicht gewährleisten, wenn sie auf andere Reagenzien als ihre eigenen angewandt werden.

PROBENNAHME

Die Proben in Glasflaschen entnehmen. Wenn die Proben für die Lagerung konserviert werden müssen, den pH-Wert mit konzentrierter Schwefelsäure auf ≤ 2 einstellen. Konservierte Proben bei 4 °C höchstens 28 Tage ab dem Tag ihrer Entnahme aufbewahren.

TESTVERFAHREN

1. 500 ml der Probe für 2 Minuten in einem Mixer homogenisieren.

HINWEIS: Die Vermischung im Mixer gewährleistet die gleichmäßige Verteilung jeglicher Feststoffe, die eventuell in der Probe vorhanden sind, und verbessert somit die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit des Tests.

2. Den Aufschlussblock auf 150 °C vorheizen.
3. Den Deckel von einer CSB-Ampulle abnehmen.
4. 2,00 ml (0,20 ml bei HR+ CSB) der Probe in die Ampulle pipettieren. Der Inhalt der Ampulle wird sich erhitzen.
5. Den Deckel wieder fest auf die CSB-Ampulle schrauben.
6. Die Ampulle umgehend 10-mal umkehren, um den Inhalt gut zu vermischen.
Vorsicht: Während des Vermischens die Ampulle nur am Deckel festhalten. Der Inhalt der Ampulle wird sich stark erhitzen.
7. Die Ampulle mit einem feuchten Tuch abwischen und in den vorgeheizten Aufschlussblock einsetzen.
8. Die Blindprobe durch Wiederholung der Schritte 3 bis 7 herstellen; dabei in Schritt 4 anstelle der Probe deionisiertes Wasser verwenden.

HINWEIS: Für jede Probenserie und bei jeder neuen Losnummer von CSB-Ampullen muss mindestens eine Blindprobe hergestellt werden. Für die Blindprobe eine Ampulle aus dem gleichen Los wie die CSB-Testampullen verwenden.

9. Die Ampullen im Aufschlussblock 2 Stunden auf 150 °C erhitzen lassen.
10. Den Aufschlussblock ausschalten und die Ampullen 15-20 Minuten in der Anlage abkühlen lassen.
11. **Vorsicht**, die Glasampullen sind noch immer **sehr** heiß. Jede Ampulle vorsichtig aus dem Aufschlussblock nehmen und darauf achten, dass die Deckel fest zugeschraubt sind. Jede Ampulle mehrere Male umschwenken und dann in einem Ampullenständer auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Die Ampullen mindestens 30 Minuten abkühlen lassen. Die Ampullen während dieser Abkühlzeit im Dunkeln aufbewahren.

VORSICHT: Die heißen Ampullen können zerspringen, wenn sie fallen gelassen oder zu schnell abgekühlt werden.

12. Sofern zutreffend, die gerätespezifischen Verfahren für die Auswahl der Wellenlänge und den Nullabgleich des Spektralfotometers befolgen.

Messbereich, mg/l	Wellenlänge	Kalibrationsgleichung
0 - 150	420	ppm (mg/l) = (-331) (abs) -0.6
0 - 1500	620	ppm (mg/l) = (2301) (abs) -3
0 - 15.000	620	ppm (mg/l) = (23010) (abs) -3

13. Das Äußere der Blindprobenampulle sauber und trocken wischen. Die Blindprobenampulle in das Probenfach des Geräts einsetzen. Diese Blindprobe wird für den Nullabgleich verwendet.
14. Das Äußere einer CSB-Testampulle sauber und trocken wischen. Die Ampulle in das Probenfach des Geräts einsetzen, um Testergebnisse zu erhalten.
15. Sofern zutreffend, die Messbereich-spezifische Kalibrationsgleichung in Schritt 12 verwenden, um die Werte für den Absorptionsgrad in Testergebnisse in mg/l CSB umzurechnen.



www.chemetrics.com
4295 Catlett Road, Midland, VA 22728 USA

E-Mail: orders@chemetrics.com

16. Nov., Rev. 31