

Rundküvettestest

Methode: Patentierte photometrische Bestimmung der Kohlenwasserstoffe als Chemischer Sauerstoff-Bedarf (CSB) nach Pentanextraktion aus Wasser- und Bodenproben

Messbereiche: 0,5 – 5,6 mg/l KW
30 – 300 mg/kg KW

Methode
0571
0572

NANOCOLOR®

Reagenziensätze: KW 300 (REF 985 057) und Extraktion KW aus Wasser (REF 918 571) / Extraktion KW aus Boden (REF 918 572)

Wellenlänge: **436 nm**

Störungen: Ein Fettgehalt > 1000 mg/l führt zu höheren KW-Konzentrationen. Pentanreste ergeben ebenfalls höhere KW-Konzentrationen. Aus diesen Gründen muss die Abdampfzeit für das Lösemittel unbedingt eingehalten werden, und die verwendeten Glasgeräte müssen fettfrei sein. Kohlenwasserstoffe mit einer Siedetemperatur < 120 °C (z. B. Benzin) werden nicht mitbestimmt.

Die Methode ist auch zur Analyse von Meerwasser geeignet.

Ausführung:

Benötigtes Zubehör:

2 Schütteltrichter 500 ml (REF 916 08), Soxhlet-Apparatur 30 ml (REF 916 05), Extraktionshülsen 23 Ø x 100 mm (REF 645 008), 2 CHROMABOND® ALOX N Trennsäulen (REF 730 250), Kunststoffspritze 50 ml mit Spritzenadapter (REF 916 09 und 916 03), Messkolben 25 ml (REF 916 61), Messkolben 50 ml (REF 916 06), Messzylinder 50 ml (REF 916 84), Erlenmeyerkolben 100 ml (REF 916 38), Kolbenhubpipette 1–5 ml mit Spitzen und zusätzlichem Auslaufstopp (REF 916 21), Thermoblock NANOCOLOR®, Reaktionsgläser (REF 916 80), Schraubkupplung (REF 916 04)

1a. Extraktion von Wasserproben

Im Schütteltrichter 400 ml Wasserprobe (*der pH-Wert der Probe muss zwischen pH 1 und 10 liegen*) mit 25 g Magnesiumsulfat versetzen. Ca. 1 min schütteln, bis sich das Magnesiumsulfat gelöst hat. Wasserprobe mit 25 ml n-Pentan versetzen und 5 min unter häufigem, vorsichtigem Belüften schütteln. Phasen absetzen lassen. Untere wässrige Phase ablassen. Organischen Extrakt auf die CHROMABOND® ALOX N Trennsäule geben und im Messkolben 25 ml auffangen. Messkolben durch Nachwaschen der Säule mit n-Pentan bis kurz unter die Ringmarke auffüllen. Pentanextrakt bis zur Ringmarke mit n-Pentan auffüllen. Messkolben verschließen und zum Vermischen umschwenken.



1b. Extraktion von Bodenproben

50 g der noch feuchten Bodenprobe sieben (2 mm Sieb). 15 g der gesiebten Probe mit 15 g Natriumsulfat im Mörser verreiben und in die Extraktionshülse überführen. Extraktionshülse in den Soxhlet-extraktor einsetzen und Rundkolben mit 50 ml n-Pentan füllen. Apparat aufbauen. Temperatur der Heizvorrichtung (Heizplatte/Wasserbad) auf 70 °C einstellen und Bodenprobe unter Rückfluss 1 h extrahieren.

Organischen Extrakt auf die CHROMABOND® ALOX N Trennsäule geben und im Messkolben 50 ml auffangen. Messkolben durch Nachwaschen der Säule mit n-Pentan bis kurz unter die Ringmarke auffüllen. Pentanextrakt bis zur Ringmarke mit n-Pentan auffüllen. Messkolben verschließen und zum Vermischen umschwenken.



2. Blindwert

Ca. 20 ml n-Pentan über die zweite CHROMABOND® Säule geben und in einem Erlenmeyerkolben auffangen.

3. Abdampfen des Extraktionsmittels

Jeweils 2,0 ml der Pentanextrakte mittels der Pipette mit Auslaufstopp in eine leere Reaktionsküvette überführen. Reaktionsküvette in den Thermoblock einsetzen (Programm 70 °C / 30 min) und Pentan abdampfen.

4. CSB-Bestimmung der Kohlenwasserstoffe

Nach Abdampfen des Extraktionsmittels jede Reaktionsküvette über die Schraubkupplung mit der KW 300-Rundküvette, die die Reaktionssäure enthält, dicht verschrauben. Die verschraubten Küvetten auf den Kopf drehen und in den Thermoblock einsetzen. (Reaktionsküvette unten, KW 300-Rundküvette oben). Heizblock auf 148 °C und 2 h einstellen und starten. Nach 2 h Rundküvetten aus dem Heizblock entnehmen und 15 min abkühlen lassen. Obere Rundküvette abschrauben und in der unteren Küvette die Lösung langsam mit 4,0 ml CSB-freiem Wasser überschichten (*nicht mischen*). Obere Küvette wieder aufschrauben und die Lösung noch einmal vorsichtig schütteln (**Vorsicht: Küvetten werden heiß**). Vor der photometrischen Messung die Rundküvetten auf Raumtemperatur abkühlen lassen.

Messung:

Rundküvette einsetzen.

Fehlerursache	Auswirkung ¹⁾	Fehlerbeseitigung
Die Abdampfzeit für das Lösemittel wird nicht eingehalten → Pentanreste	+	Abdampfzeit von 30 min einhalten
Einsatz falscher Pipetten bei der Extraktodosierung → Pipette tropft a) Tropfen geht verloren b) Tropfen zuviel	- +	Einsatz von Pipetten mit Direktverdrängung oder Einsatz des Auslaufstopps
Unsaubere Arbeitsweise, Reagenzienverunreinigungen → höherer KW-Gehalt	+	Blindwert bestimmen
Verdampfungsverluste → Aufkonzentrierung der Probe	+	Zügiges Arbeiten, Gefäße gut verschließen
Falsches Auffüllen der Messkolben a) bis oberhalb der Ringmarke b) bis unterhalb der Ringmarke	- +	Genaueres Arbeiten
Verdünnungsfehler bei der Zugabe von 4,0 ml CSB-freiem Wasser a) Volumen zu gering b) Volumen zu hoch	+ -	Genaueres Arbeiten, exaktes Pipettieren
Hoher Anteil leichtflüchtiger Kohlenwasserstoffe	-	KW mit einer Siedetemperatur < 120 °C sind nicht bestimmbar

¹⁾ Fehler führt zu Über- (+) bzw. Unterbefund (-).