

MACHEREY-NAGEL

Wasseranalytik



Grundlagen der Wasseranalytik

MACHEREY-NAGEL

www.mn-net.com



Nach unserer Gründung 1911 als Hersteller von Filtrierpapier für Laboranwendungen haben wir uns in den letzten Jahrzehnten zu einem globalen Unternehmen mit Fokus auf die chemische und molekularbiologische Analytik entwickelt. In unzähligen Laboren dieser Welt kommen unsere Produkte zum Einsatz und helfen vielen Anwendern bei Ihrer täglichen analytischen Arbeit. Zu unseren Produktbereichen zählen neben Filtration auch Schnellteste, Wasseranalytik, Chromatographie und Bioanalytik.

Weltweit beschäftigen wir momentan ca. 700 Mitarbeiter, größtenteils am Standort in Dürren, aber auch in unseren Niederlassungen in der Schweiz, Frankreich und den USA. Wir sind in über 150 Ländern der Welt aktiv.

Durch wissenschaftliche Forschung und Entwicklung gehören unsere Produkte zu den anerkannt zuverlässigsten Analytik-Systemen weltweit. Zahlreiche Patente und internationale Zertifizierungen (u. A. ISO, CE, FDA, EPA) belegen diese Kompetenz und garantieren Ihnen verlässliche, reproduzierbare Ergebnisse.

Seit 50 Jahren entwickelt MACHEREY-NAGEL Lösungen für die Photometrie. Durch eine lineare Geräteentwicklung, kontinuierliche Weiterentwicklung, außergewöhnliche Kundennähe und Liebe zum Detail erreichen wir mit unserem *NANOCOLOR*[®] Analysensystem höchste Beständigkeit und Qualität für die Wasseranalytik.

Bei uns wird nicht nur Qualität großgeschrieben. Wir tun alles dafür, Ihnen als Kunden eine bestmögliche Betreuung zu bieten. Unser kompetentes Serviceteam und unsere unermüdbaren Außendienstmitarbeiter stehen Ihnen jederzeit mit Rat und Tat zur Seite. Qualität und Kundennähe machen MACHEREY-NAGEL und das *NANOCOLOR*[®] System für Sie zum idealen Partner.

Seit fast 40 Jahren gehören unsere Wasseranalytik-Seminare zum festen Bestandteil des *NANOCOLOR*[®] Analysensystems. Damit unterstreichen wir unsere Kundennähe und unterstützen Sie beim Erfahrungsaufbau mit unserem Analysensystem. Der positive Zuspruch und die wachsende Teilnehmerzahl zeigen, dass die Seminare ein wichtiger Bestandteil sind und wir mit unserer Themenauswahl den Puls der Zeit treffen.

Mit dem vorliegenden Buch über die Grundlagen der Wasseranalytik erhalten Sie ein wichtiges Nachschlagewerk für alle Fragen rund um die Wasseranalytik und das *NANOCOLOR*[®] Analysensystem.

Viel Spaß beim Lesen



(Seminarleiter)

Inhaltsverzeichnis

1. Grundlagen der Photometrie.....	7
1.1 Elektromagnetische Strahlung	7
1.2 Woher kommt Farbigkeit?.....	8
1.2.1 Warum wird UV/VIS-Strahlung verwendet?	10
1.3 Lambert-Beer'sches Gesetz	11
1.4 Aufbau eines Photometers.....	14
1.4.1 Der Strahlengang im Photometer	14
1.4.2 Filterphotometer	15
1.4.3 Spektralphotometer	16
1.4.4 Küvette	16
2. Probenahme, Konservierung und Probenvorbereitung	19
2.1 Probenahme.....	19
2.2 Konservierung	22
2.3 Probenvorbereitung	25
3. Aufschlussverfahren.....	27
3.1 Wann müssen Aufschlüsse durchgeführt werden?.....	27
3.2 Aufschlussreagenzien in der photometrischen Analytik	27
3.3 Die Bestimmung von gesamt-Stickstoff mit <i>NANOCOLOR® NanOx N</i>	28
3.3.1 Prinzip des Aufschlusses.....	28
3.3.2 Hinweise zur Probelösung.....	29
3.3.3 Durchführung.....	29
3.4 Die Bestimmung von gesamt-Metall und gesamt-Phosphor mit <i>NANOCOLOR® NanOx Metall</i>	31
3.4.1 Prinzip des Aufschlusses.....	31
3.4.2 Hinweise zur Probelösung.....	31
3.4.3 Durchführung.....	32
3.4.4 Parameter	33
3.5 Tipps und Tricks	33
4. Wichtige Parameter in der Wasser- und Abwasseranalytik	35
4.1 Kläranlagenparameter	35
4.1.1 Ammonium (NH_4^+).....	35
4.1.2 Biochemischer Sauerstoffbedarf (BSB).....	37
4.1.3 Chemischer Sauerstoffbedarf (CSB).....	39
4.1.4 Nitrat (NO_3^-)	41
4.1.5 Nitrifikation.....	44
4.1.6 Nitrit (NO_2^-)	47
4.1.7 Phosphat (PO_4^{3-}).....	49
4.1.8 Gesamt-Stickstoff (TN_p).....	52
4.1.9 TOC.....	54
4.2 Metallanalytik	56
4.2.1 Aluminium.....	56
4.2.2 Blei	57
4.2.3 Cadmium.....	59
4.2.4 Chrom	60
4.2.5 Eisen.....	61
4.2.6 Kupfer.....	63
4.2.7 Nickel.....	64
4.2.8 Silber	65
4.2.9 Zink	66
4.3 Weitere wichtige Parameter	70
4.3.1 Härte	70
4.3.2 pH-Wert.....	75
4.3.3 Adsorbierbare organisch gebundene Halogene (AOX)	79
4.3.4 Chlor.....	82
4.3.5 Sulfat	84
4.3.6 Kjeldahl-Stickstoff (TKN).....	85

5. Absicherung der Analysenergebnisse	87
5.1 Fehlerquellen in der Photometrie.....	87
5.1.1 Trübungen	88
5.1.2 Färbungen	93
5.1.3 Probenvorbereitung	93
5.1.4 Stör-Ionen.....	94
5.1.5 Homogenisierung.....	94
5.1.6 Einheit.....	94
5.1.7 Reaktionszeit und Temperatur	96
5.1.8 Kalibrierung.....	97
5.1.9 Teste.....	98
5.1.10 Sauberkeit	98
5.1.11 Testdurchführung.....	98
5.2 Vorgehen bei Störungen	99
5.2.1 Filtration.....	99
5.2.2 Korrekturwert.....	100
5.3 Interne Qualitätskontrolle nach Arbeitsblatt DWA-A 704.....	101
5.3.1 IQK-Karte 3: Mehrfachbestimmungen.....	103
5.3.2 IQK-Karte 4: Standardmessungen	103
5.3.3 IQK-Karte 5: Plausibilitätsprüfung durch Verdünnung und Aufstockung.....	104
5.3.4 IQK-Karte 6: Vergleichsmessungen: Ringversuche.....	108
5.3.5 IQK-Karte 7: Parallelmessungen.....	109
5.3.6 IQK-Karte 9: Prüfmittelüberwachung.....	110
5.3.7 IQK-Karte 10: Personalbogen	112
5.4 Hilfe! Mein Messwert stimmt nicht.....	112
6. Gesetzliche Grundlagen.....	115
6.1 Europäische Ebene.....	115
6.1.1 EG-Wasserrahmenrichtlinie 2000/60/EG.....	115
6.1.2 Weitere relevante europäische Richtlinien	116
6.1.2.3 Meeresstrategie-Rahmenrichtlinie, MSRL (2008/56/EG)	117
6.1.2.4 Richtlinie über die Qualität von Wasser für den menschlichen Gebrauch (98/83/EG)	117
6.1.2.5 Neuregelung zur Wasserwiederverwendung in der Landwirtschaft (2020/741/EU)	118
6.2 Nationale Ebene	118
6.2.1 Gesetz zur Ordnung des Wasserhaushalts (Wasserhaushaltsgesetz WHG)	118
6.2.2 Abwasserverordnung AbwV.....	118
6.2.3 Abwasserabgabengesetz AbwAG.....	119
6.2.4 Landeswassergesetze.....	119
6.3 Global Harmonisiertes System zur Einstufung und Kennzeichnung von Chemikalien (GHS).....	119
6.3.1 Entstehung und Entwicklung.....	119
6.3.2 Gefahrenklassen: Zuordnung gefährlicher Eigenschaften.....	120
6.3.3 Signalwörter.....	123
6.3.4 GHS Piktogramme.....	123
6.3.5 Gefahrenhinweise (H-Sätze) nach GHS	124
6.3.6 Sicherheitshinweise (P-Sätze) nach GHS.....	124
6.3.7 Kennzeichnungssystem	124
6.4 Registration, Evaluation, Authorisation of Chemicals (REACH).....	125
6.4.1 Warum REACH?	125
6.4.2 Umsetzung von REACH.....	125
7. Anhang.....	127
7.1 Umrechnungstabellen und Einheiten	127
7.2 Lexikon.....	128
7.3 Literaturverzeichnis	136
7.4 Wichtige Information auf dem NANOCOLOR® Etikett.....	138
7.5 Erläuterungen der verwendeten Icons.....	138

IMPRESSUM:

Redaktion: Dirk Borgend

Grafik / Layout: Abteilung Mediengestaltung

MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG · Valencienner Str. 11 · 52355 Düren · Deutschland

Tel.: +49 24 21 969-333

E-mail: support@mn-net.com · www.mn-net.com

USt.-IdNR.: DE 122277751

Amtsgericht Düren, HRA 1164

Persönlich haftende Gesellschafterin:

MACHEREY-NAGEL GmbH Düren eingetragen beim Amtsgericht Düren, HRB 526

Geschäftsführerin: Carolin Wagner

Urheber- / Verlagsrechte:

Die Broschüre sowie alle in ihr enthaltenen Beiträge und Abbildungen sind urheberrechtlich geschützt.

Nachdruck:

Alle Rechte vorbehalten. Kein Teil dieser Broschüre darf ohne schriftliche Genehmigung der Firma vervielfältigt oder verbreitet werden.

Unter dieses Verbot fällt insbesondere die gewerbliche Vervielfältigung per Kopie, die Aufnahme in elektronische Datenbanken oder die

Vervielfältigung auf elektronisch lesbaren Datenträgern. Für unverlangt eingesandte Texte, Manuskripte oder Bildmaterialien übernimmt die

Firma keine Haftung.

1. Grundlagen der Photometrie

Einfach ausgedrückt ist die Photometrie ein Messverfahren zur Konzentrationsbestimmung farbiger Lösungen mit Hilfe von elektromagnetischer Strahlung („Licht“).

Durch eine gezielte Farbreaktion der zu bestimmenden Verbindung wird die Zunahme oder auch die Abnahme der Konzentration durch eine Absorptionsmessung der Probelösung gemessen.

Für photometrische Bestimmungen müssen die zu untersuchenden Stoffe in gelöster Form vorliegen, Feststoffe müssen durch entsprechende Aufschlussverfahren zunächst in eine gelöste Form überführt werden.

Wichtig ist es eine Farbreaktion für den zu bestimmenden Parameter zu finden, die quantitativ und spezifisch abläuft. Nicht jede farbbildende Reaktion ist somit für eine photometrische Konzentrationsbestimmung geeignet.

1.1 Elektromagnetische Strahlung

Zur Analyse mit dem Photometer wird elektromagnetische Strahlung im Bereich von 190 bis 1100 nm genutzt. Als Licht definiert man den Anteil an elektromagnetischer Strahlung, der für den Menschen wahrnehmbar ist. Der sichtbare Lichtbereich liegt etwa zwischen 400 nm und 700 nm.

Die Abbildung 2 zeigt eine Übersicht der elektromagnetischen Strahlung mit den dazugehörigen Wellenlängen.

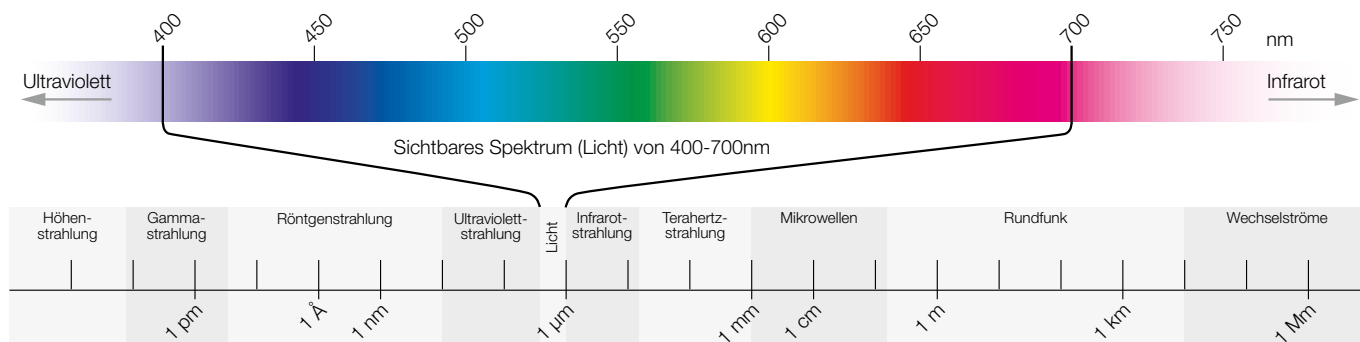


Abbildung 2: Schematische Darstellung elektromagnetischer Strahlung

Bei der photometrischen Analytik kommt neben dem sichtbaren Licht auch UV-Licht zum Einsatz (siehe Spektrum). Ultraviolettes (UV) Licht ist auch als Schwarzlicht bekannt und schließt sich dem visuellen Bereich, mit kürzeren Wellenlängen kleiner 380 nm, an. Die Bezeichnung UV-Licht ist allerdings irreführend, da nur ein kleiner Ausschnitt des UV-Lichtes zwischen 315 nm bis 380 nm vom Menschen wahrgenommen wird. Der UV-Bereich übersteigt jedoch die menschliche Wahrnehmung weit. Dennoch zählt die Ultraviolettstrahlung zur Gruppe der optischen Strahlung. Gemäß DIN 5031, Teil 7 umfasst das UV-Spektrum Wellenlängen von 100 nm bis 380 nm, was Frequenzen von 789 THz bis 3 PHz entspricht. Unter diesem nach DIN definierten Bereich schließt sich das extreme UV-Licht an. Die Einteilung der verschiedenen UV-Strahlungsarten ist in Tabelle 1 wiedergegeben.

Bezeichnung	Abkürzung	Wellenlängenbereich
Nahes UV („Schwarzlicht“)	UV-A	380–315 nm
Mittleres UV	UV-B	315–280 nm
Fernes UV	UV-C-FUV	280–200 nm
Vakuum-UV	UV-C-VUV	200–100 nm
Extremes UV	EUV	121–10 nm

Tabelle 1: Einteilung der UV-Strahlung nach Wellenlänge

Normales Glas (Natron-Kalk-Glas) ist für Ultraviolettstrahlung unterhalb 350 nm undurchlässig. Die üblichen Rund- und Rechteckküvetten sind also für die UV-Photometrie nicht einsetzbar. Borosilikatglas (Jenaer Glas) lässt dagegen UV-Licht bis etwa 290 nm durch. Quarzglas ist auch für kürzere Wellenlängen, je nach Reinheit, bis in den Bereich von 180 nm einsetzbar.

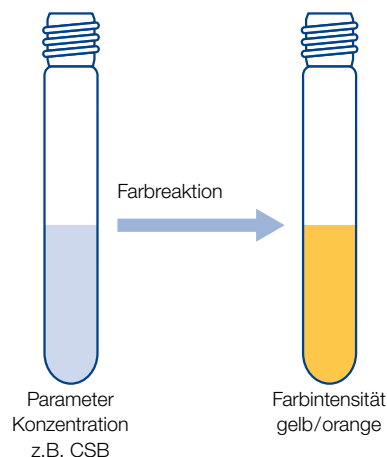


Abbildung 1: Systematische Darstellung einer Farbreaktion

Als Lichtquelle dient eine Wolfram-Halogenlampe im visuellen Bereich, im UV-Bereich kommt hingegen eine Deuteriumlampe zum Einsatz. Die Wolfram-Halogenlampe alleine ist nicht in der Lage den gesamten Wellenlängenbereich abzudecken. Gleiches gilt für die Deuteriumlampe, weshalb beide Lampen in einem UV / VIS-Photometer eingebaut sind. Bei beiden Lampen handelt es sich um kontinuierliche Strahlungsquellen. Die Abbildung 3 zeigt das Energiespektrum einer Wolfram-Halogen- und einer Deuteriumlampe.

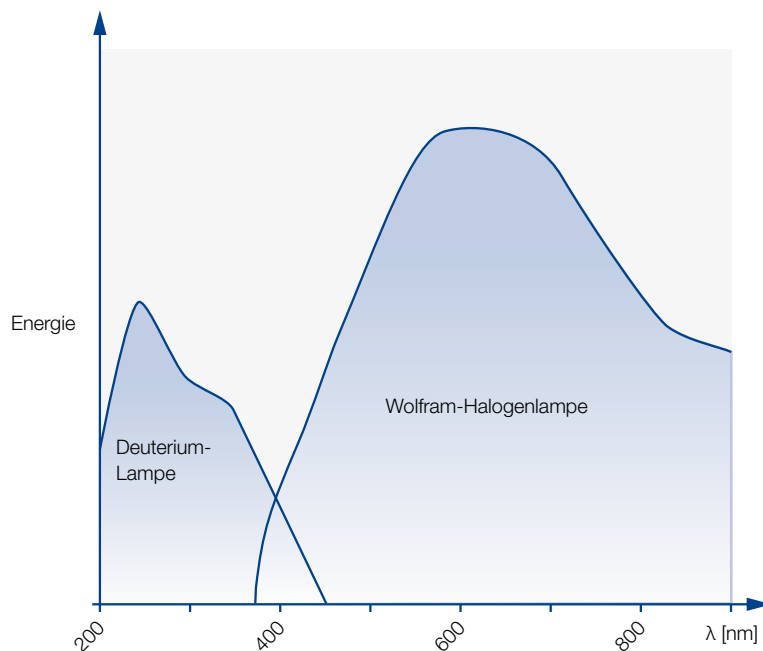


Abbildung 3: Strahlungsenergien einer Wolfram-Halogen- und Deuteriumlampe

Die Energie der Wolfram-Halogen-Lampe erreicht bei etwa 650 nm den höchsten Wert, bei der Deuteriumlampe liegt das Maximum bei etwa 250 nm.

λ = Wellenlänge [nm]



1.2 Woher kommt Farbigkeit?

Licht, welches von einer Strahlungsquelle wie zum Beispiel einer Lampe oder der Sonne ausgestrahlt wird, bezeichnet man allgemein als weißes Licht. Es setzt sich aus identischen Anteilen aller Wellenlängen im spektralen Bereich zusammen (polychromatisch). Durch Brechung (Dispersion) an einem Prisma wird weißes Licht in die einzelnen Spektralfarben zerlegt.

Bei der Farbwahrnehmung spielen mehrere physikalische Prozesse eine wichtige Rolle. Eine intensiv gelbe Lösung zeigt in seinem Spektrum eine hohe Durchlässigkeit von Wellenlängen im grünen, gelben, orangenen und roten Bereich, der violette und blaue Bereich ist hingegen kaum beziehungsweise gar nicht in dem resultierenden Spektrum vertreten.

Farbige Lösungen absorbieren ihre Komplementärfarbe. Das bedeutet, die gelbe Lösung absorbiert aus dem polychromen weißen Licht sämtliche violette und blaue Anteile, die anderen Farbbereiche werden hingegen transmittiert und passieren die Probelösung ungehindert. Die gelbe Farbe ist demnach auf das „Herausfiltern“ der Komplementärfarbe blau zu begründen.

Im Umkehrschluss bedeutet dies, dass eine violette Färbung durch eine starke Absorption im gelb-grünen Bereich erzeugt wird. Die Tabelle 2 gibt eine grobe Übersicht über die Komplementärfarben und dazugehörige Wellenlängen.

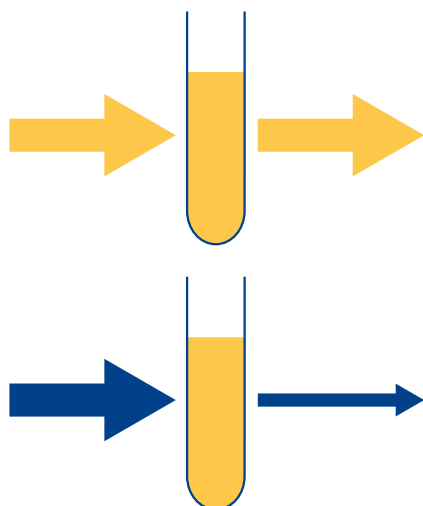


Abbildung 4: Darstellung des Lichtdurchganges bei gleicher und der komplementären Lichtfarbe

Wellenlänge	Farbe	Komplementärfarbe
< 400 nm	ultraviolett (UV)	nicht sichtbar
400 – 435 nm	violett	gelbgrün
435 – 495 nm	blau	gelb
495 – 520 nm	blaugrün	rot
520 – 570 nm	grün	purpur
570 – 590 nm	gelb	blau
590 – 650 nm	orange	blaugrün
650 – 700 nm	rot	blaugrün
700 – 750 nm	tiefrot	blaugrün
> 800 nm	infrarot	schwarz

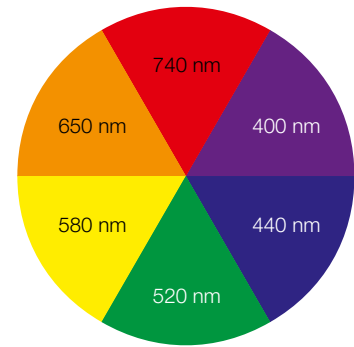


Tabelle 2: Übersicht der einzelnen Lichtfarben mit dazugehörigen Wellenlängen und Komplementärfarben

Die Farbwahrnehmung des Menschen ist mit Hilfe von visuellen Rezeptoren auf der Netzhaut möglich. Der wahrnehmbare Wellenbereich liegt dabei bei 380 bis 780 nm. Farblich sehen ist letztendlich nur die Reizauslösung durch Licht unterschiedlicher Wellenlänge.

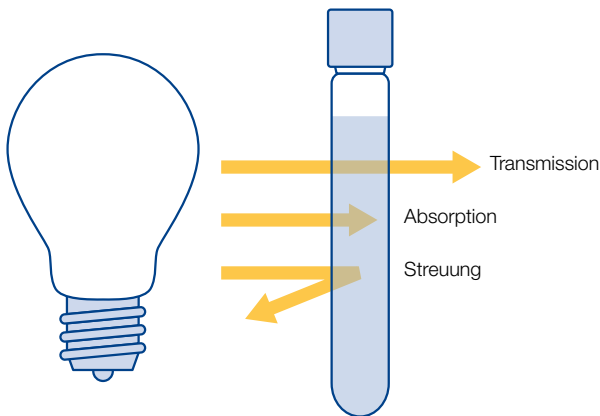


Abbildung 5: Schematische Darstellung von Transmission, Absorption und Streuung

Als Absorption (A) bezeichnet man die Aufnahme bestimmter Wellenlängen der Probelösung, abhängig von der Eigenfarbe der Prüflösung. Der absorbierte Anteil der Strahlung ist derjenige, der „zurückgehalten“ wird.

Die Transmission (T) gibt die „Durchlässigkeit“ der Probe für bestimmte Wellenlängen an, also der Anteil, der nicht absorbiert wird. Hin und wieder findet man auch den Begriff „Transparenz“ anstatt Transmission.

Die Extinktion (optische Dichte) ist ein Maß für die „Auslöschung“ oder Abschwächung einer Strahlung durch die Probe. Der Name Extinktion leitet sich von dem lateinischen Wort *extincto* für Auslöschung ab.

Die Transmission gibt an, wie viel Licht tatsächlich ungehindert die Probelösung passiert. Der andere Extremfall (weißer Körper) zeigt eine 100 prozentige Reflexion, während Wasser ungefähr eine 100 prozentige Transmission aufweist. Bei vollständiger Absorption (schwarzer Körper) ist hingegen keine Transmission vorhanden. Das komplette eingestrahlte Licht (I_0) wird in der Substanz aufgenommen. Da es sich bei Licht auch um eine Form von Energie handelt, lässt es sich so erklären, warum im Sommer schwarze Kleidung die Hitze regelrecht aufnimmt und heiß wird.

Allgemein ist der austretende Lichtstrahl immer geringer in der Intensität als der eingestrahlte Strahl, bedingt durch die Wechselwirkung mit der Küvette und der Probe. Je höher die Absorption, desto geringer die Transmission und die Intensität der ausgehenden Strahlung.

Absorption (A) = Aufnahme
 Transmission (T) = Durchlässigkeit
 Extinktion (E) = Abschwächung

$$I_0 = A + T$$

Ein weiterer häufig in dem Zusammenhang genannter Begriff ist die Reflexion. Reflexion ist der Lichtanteil, welcher an der Grenzfläche zwischen Glas und Probe reflektiert wird. Zudem spielt die Streuung an suspendierten Teilchen eine nicht zu vernachlässigende Rolle. Trübungen führen allgemein zu erhöhten Messbefunden (Ausnahme sind Tests mit negativer Messrichtung), siehe Kapitel 5.1.1 Trübungen, Seite 88.

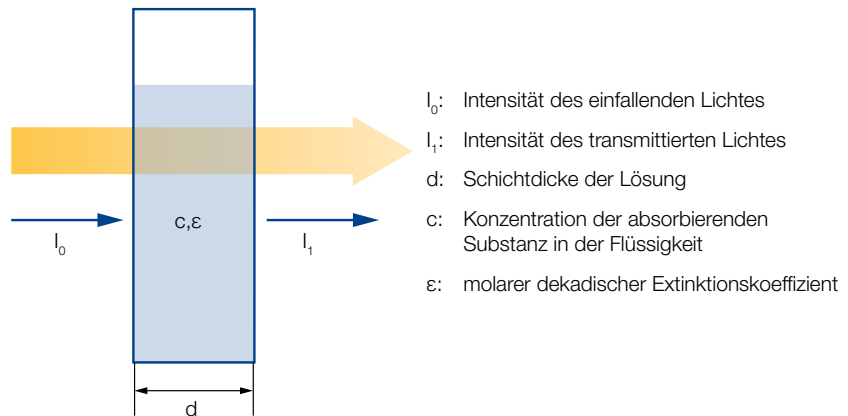


Abbildung 6: Vorgänge in der Küvette

1.2.1 Warum wird UV/VIS-Strahlung verwendet?

Gerade im ultravioletten und visuellen Bereich absorbieren zahlreiche anorganische sowie organische Verbindungen. Manche chemische Verbindungen lassen sich direkt photometrisch untersuchen, andere müssen erst in geeignete Verbindungen überführt werden, zum Beispiel in einen farbigen Komplex, dessen Konzentration anschließend untersucht werden kann.

Unter Lichtstrom bzw. Strahlungsleistung verstehen wir dabei die in einer Zeiteinheit durch die Küvette durchstrahlende Lichtmenge. Ihre Maßeinheit ist das Lumen bzw. Watt.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass jede Substanz ein spezifisches Absorptionsspektrum, die graphische Auftragung der Extinktion gegen die Wellenlänge, aufweist, welches in der Photometrie zur Konzentrationsbestimmung genutzt wird, da die Extinktion von der Konzentration abhängig ist.

E = Extinktion
 λ = Wellenlänge [nm]

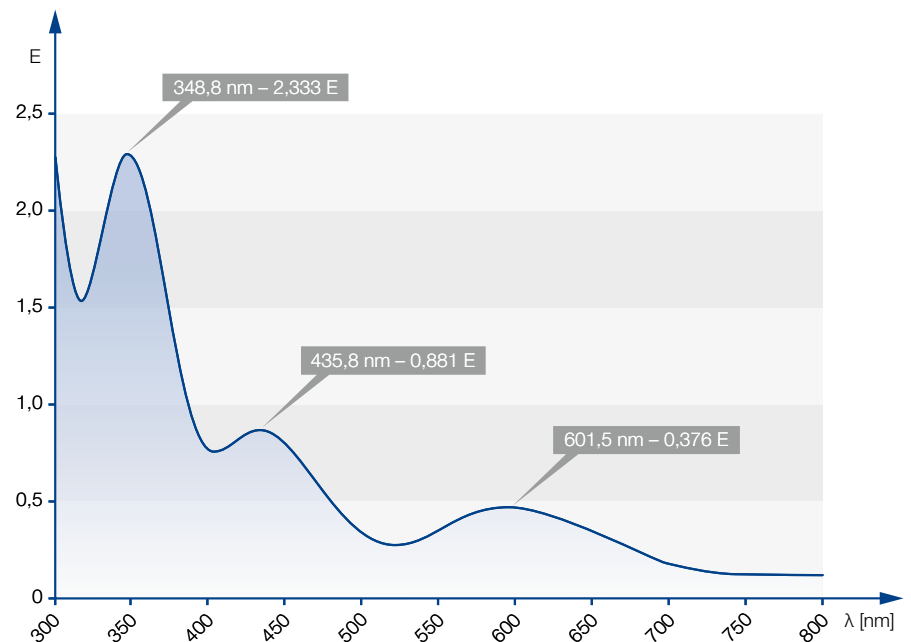


Abbildung 7: Spektrum eines CSB Testes

Der Verlauf eines solchen Absorptionsspektrums kann verschiedene Formen annehmen, was unterschiedliche Auswirkungen auf die Messung haben kann:

Bei einem spitzen, steilkantigen Verlauf führen bereits geringe Änderungen in der Wellenlänge zu großen Messwertverfälschungen, im Unterschied zu einem sehr breitem Verlauf (z. B. bei Molybdänblaulösungen zwischen 560–800 nm). Es können auch mehrere Maxima in einem Spektrum auftreten (z. B. bei Kieselsäure: Maxima bei 360, 470, 570 nm) oder auch Maxima mit einem hohem oder niedrigem Intensitätsmaximum.

Die genauen Zusammenhänge werden im nachfolgenden Abschnitt 1.3 Lambert-Beer'sches Gesetz erläutert.

1.3 Lambert-Beer'sches Gesetz

Das Lambert-Beer'sche Gesetz beschreibt die Zusammenhänge zwischen der Konzentration c , der Schichtdicke d der absorbierenden Substanz sowie der Extinktion E .

Die relative Intensitätsabnahme I ist proportional zur Schichtdicke d . Gleichzeitig ist die relative Intensitätsabnahme auch proportional der Konzentration c der gelösten, absorbierenden Substanz.

Die Transmission wird als Transmissionsgrad (T) beschrieben und ist der Anteil an durchgelassener Intensität des eingestrahnten Lichtes. Der Transmissionsgrad kann Werte zwischen 0 und 1 annehmen.

$$T = \frac{I_1}{I_0}$$

Der nicht transmittierte Teil der eingestrahnten Intensität wird absorbiert. Der absorbierte Anteil (A) der Strahlung, also der zurückgehaltene Anteil, wird wie folgt definiert.

$$A = 1 - T$$

Die Extinktion (extinctio (lat.) = auslöschen) ist durch den negativen Logarithmus des Transmissionsgrades beschrieben.

$$E = -\log T = -\log \frac{I_1}{I_0}$$

Wie zuvor erwähnt entdeckten die Herren Lambert und Beer die Gesetzmäßigkeit zwischen Extinktion, Konzentration und Schichtdicke der Substanz. Die Konzentration ist proportional zur Extinktion. Der Proportionalitätsfaktor ist der molare (spektrale) Absorptionskoeffizient, der in der Einheit $L \cdot \text{mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ angegeben wird. Oft wird dieser auch als molarer, dekadischer Extinktionskoeffizient bezeichnet. Streng genommen ist diese Bezeichnung nur identisch, wenn keine Streuung vorliegt.

Der Koeffizient ist temperatur- und wellenlängenabhängig. Die Einheit der Konzentration beträgt $\text{mol} \cdot L^{-1}$, die Einheit der Schichtdicke ist cm. Folglich handelt es sich bei der Extinktion um eine dimensionslose Größe.

$$E = \epsilon \cdot c \cdot d$$

$$c = \frac{E}{\epsilon d} = F \cdot E$$

Um die Konzentration der gelösten Stoffe der Probe zu bestimmen, muss diese Gleichung nach der Konzentration umgestellt werden. Der resultierende Faktor $1/\epsilon d$ wird vereinfacht als F abgekürzt.

Da sich die Intensität des Lichtstrahls bei Durchtritt durch das Probemedium exponentiell mit der Konzentration und der Schichtdicke ändert, ergibt sich eine Linearisierung durch graphische Auftragung der Konzentration gegen die Extinktion. Es ist jedoch deutlich zu erkennen, dass diese im oberen und unteren Grenzbereich leichte Rundungen zeigt. Hier ist kein linearer Zusammenhang mehr gegeben, es kommt zu



Das Lambert-Beer'sche Gesetz beschreibt die Zusammenhänge zwischen Konzentration und Schichtdicke der absorbierenden Substanz sowie der Extinktion.



T = Transmissionsgrad
 I_0 = Intensität des einfallenden Lichtes
 I_1 = Intensität des transmittierten Lichtes
 A = Absorption
 E = Extinktion
 ϵ = molarer dekadischer Extinktionskoeffizient
 c = Konzentration
 d = Schichtdicke der Lösung
 F = Faktor

verfälschten Messergebnissen. Deswegen ist es wichtig, immer im geeigneten Extinktionsbereich zu arbeiten. Der optimale Extinktionsbereich liegt bei 0,1 bis 1,0, hier liegt der Fehler unter einem Prozent.

E = Extinktion
c = Konzentration [mg/L]

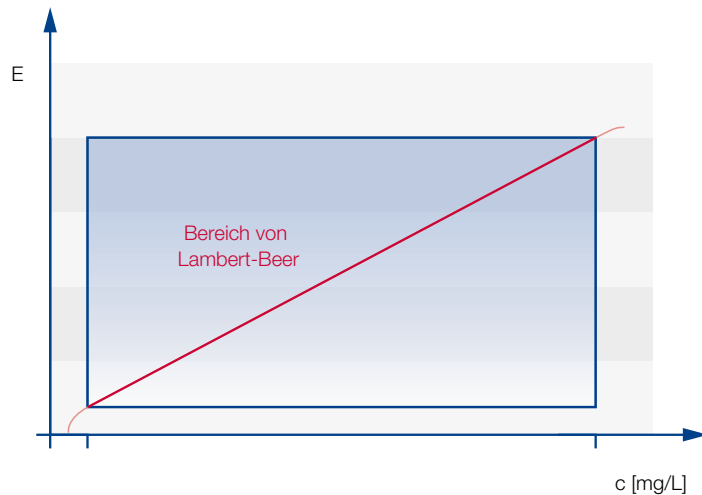


Abbildung 8: Diagramm zum Lambert-Beer'schen Gesetz

Die Auftragung der Transmission gegen die Konzentration würde hingegen eine abfallende Kurve beschreiben.

Die meisten Methoden folgen dem Lambert-Beer'schen Gesetz mit einem linearem Messbereich. Die Farbstärke der Probelösung steigt proportional zur Extinktion.

E = Extinktion
c = Konzentration [mg/L]
N = Nullwert
 $m = \text{Steigung} = \frac{\Delta E}{\Delta c} = \epsilon d$
Faktor $F = \frac{1}{m} = \frac{1}{\epsilon d}$

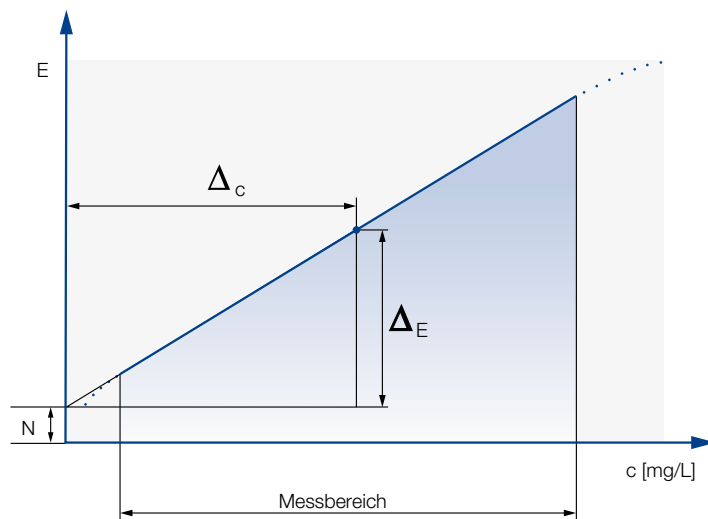


Abbildung 9: Methoden mit linearem Verlauf

Bei wenigen Testen (z. B. den CSB Testen mit kleinem Messbereich wie dem NANOCOLOR® CSB 60) wird die Abnahme der Farbstärke gemessen.

Es gibt jedoch auch Messmethoden, bei denen keine Linearität erreicht wird. Der Faktor ändert sich mit der Konzentration. Diese Abhängigkeit ist reproduzierbar.



E = Extinktion
c = Konzentration [mg/L]
N = Nullwert



Abbildung 10: Methoden mit nicht linearem Verlauf

Dieser nicht lineare Verlauf kann sowohl durch optische als auch durch chemische Ursachen begründet werden.

Weitere Fehlerquellen liegen in dem Lambert-Beer'schen Gesetz selbst begründet. Das Gesetz setzt eine homogene, niedrig konzentrierte absorbierende Substanz sowie vernachlässigbare Mehrfachstreuung, keine Variation des Absorptionskoeffizienten innerhalb des gemessenen Strahlungsbereiches und keine Eigenemission voraus. Zu hohe Konzentrationen führen beispielsweise zu Wechselwirkungen, die sich verfälschend auf das Messergebnis auswirken.

Idealerweise wird ein Lösungsmittel verwendet, welches selbst keinerlei Absorption aufweist und somit zu keiner Beeinträchtigung des Messergebnisses beiträgt. Des Weiteren wird Licht einer festgelegten Wellenlänge vorausgesetzt, sogenanntes monochromatisches Licht. Das Küvettenmaterial hat vor allem im UV-Bereich Einfluss auf das Messergebnis. Andere Zusammensetzungen können eventuell zu einem anderen Messergebnis führen.

Allgemein ist eine höhere Wellenlänge in der Photometrie günstiger, da hier eventuelle Verunreinigungen, geringe Eigenfarben und Reflexion der Küvette weniger entscheidend sind.

Mit Hilfe der Wahl der richtigen Küvettengröße, Verdünnung oder Aufkonzentration kann der Extinktionsbereich beeinflusst und für die jeweilige Messung optimal eingestellt werden.

1.4 Aufbau eines Photometers

1.4.1 Der Strahlengang im Photometer

Jedes Photometer besteht aus folgenden Bestandteilen: Einer Strahlungsquelle, eine Vorrichtung um gebündeltes, monochromatisches Licht zu erzeugen (z. B. Filter), einem Proberaum mit Küvette und Probelösung, einem Strahlungsempfänger sowie einer Verstärker- bzw. Anzeigeeinheit.

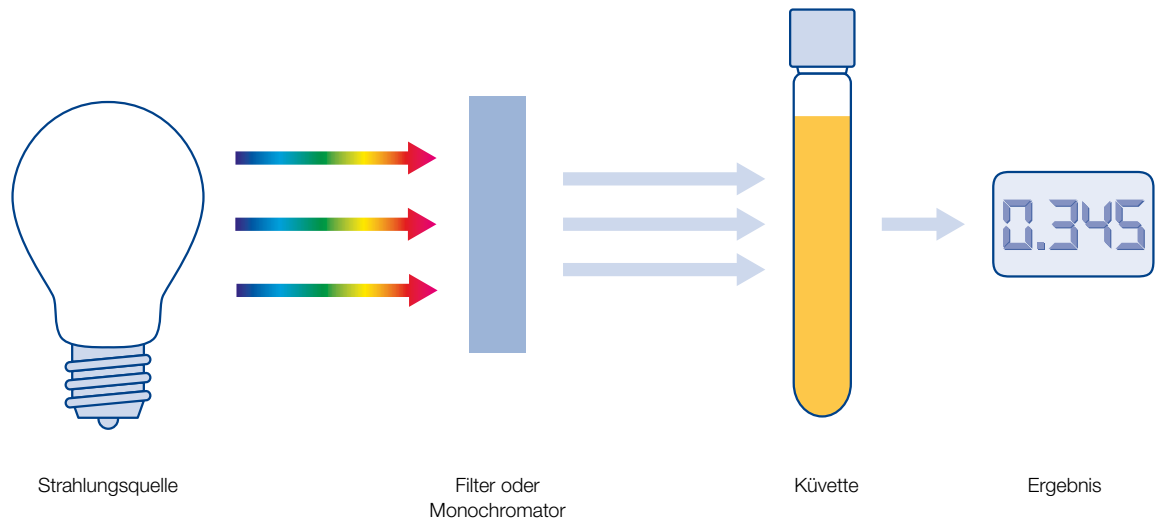


Abbildung 11: Schematischer Geräteaufbau eines Einstrahlphotometers

Ausgehend von der Strahlungsquelle (Wolfram-Halogenlampe oder Deuteriumlampe in den *NANOCOLOR*[®] Photometern) wird das ausgesandte polychromatische Licht durch ein optisches Element (Linsen) in Richtung Küvettschacht geleitet. Jede farbige Substanz kann nur Licht einer bestimmten Wellenlänge absorbieren, die sich aus dem Lambert-Beer'sche Gesetz ergibt. Auf Grund dessen wird für die Bestimmungen der Konzentrationen von farbigen Lösung monochromatisches Licht (Licht einer bestimmten Wellenlänge) benötigt. Zu unterscheiden sind dabei zwei Arten von Photometern:

Filter- und Spektralphotometer

Bei Filterphotometern wird durch Einsatz von speziellen Interferenzfiltern, durch „Herausfiltern“ nicht benötigter Wellenlängen monochromatisches Licht erzeugt. Bei einem Spektralphotometer hingegen wird mittels eines Monochromators, eine optische Einheit im Photometer, durch Reflexion des Strahlenganges an einem Gitter die benötigte Wellenlänge erzeugt. Lediglich dieser begrenzte Lichtstrahl wird für die photometrische Auswertung genutzt.

Der Durchtritt durch die Küvette und der darin enthaltenen Probelösung führt zur Abschwächung des eingestrahnten Lichtes. Der abgeschwächte, durchgehende Lichtstrahl (Transmissionsstrahl) trifft nach der Küvette auf den Strahlungsempfänger. Durch ein geeignetes Photoelement erfolgt die Umwandlung in ein digitales Messergebnis, welches letztendlich auf dem Display angezeigt wird.

1.4.2 Filterphotometer

In Filterphotometern werden Interferenzfilter genutzt, um die optimale Wellenlänge für die jeweilige Messung einzustellen. Die Wahl des richtigen Filters hängt von der Farbigkeit der Probelösung und der damit verbundenen Absorption der Komplementärfarbe ab. Bei einer blau gefärbten Lösung wird ein gelber Filter eingesetzt, bei einer gelben Lösung hingegen ein blauer Filter, da immer die Komplementärfarbe absorbiert wird.

NANOCOLOR[®] Advance Spektralphotometer für hochpräzise Analysen



Smart in die Zukunft

- Universell – Großes Spektrum auswertbarer Testkits
- Intuitiv – Icon-basierte Menüführung
- Sicher – Automatische Erkennung störender Trübungen
- Robust – Geprüft nach Militärstandard



Interferenzfilter sind Glasscheiben, die meist mit mehreren semitransparenten, dielektrischen Schichten beschichtet sind. Ein solcher spezieller Filter lässt optische, elektromagnetische Wellen (Licht) bestimmter Wellenlängen ungehindert passieren, während andere benachbarte Wellenlängen reflektiert werden. Diese Selektivität beruht auf Interferenz zwischen dem direkt einstrahlenden und dem mehrfach reflektierten Licht. Als Interferenz bezeichnet man die Überlagerung einer oder auch mehrerer Wellen, wobei es zur Verstärkung der Wellen oder auch zu deren Auslöschung kommen kann.

Wichtig ist, dass die eingesetzten Filter im richtigen Bereich (Absorptionsmaximum) liegen. Je exakter das Absorptionsmaximum getroffen wird, umso höher ist die Leistungsfähigkeit des Filterphotometers.

Ein weiterer wichtiger Faktor ist die Bandbreite. Allgemein bezeichnet man als Bandbreite den Abstand zwischen einer oberen und unteren Grenzfrequenz. In der Photometrie ist die Bandbreite der Bereich zwischen einer unteren und einer oberen Wellenlänge. Je kleiner die spektrale Bandbreite, desto höher ist die Auflösung. Nach Lambert-Beer wird monochromatisches Licht benötigt, was Licht mit exakt einer Wellenlänge ohne Bandbreite entspricht, was in der Praxis jedoch nicht realisierbar ist. Ziel ist es Filter mit möglichst geringer Bandbreite zu haben.

Nachteil der Filterphotometer ist die begrenzte Auswahl an möglichen Wellenlängen. Je mehr Filter, desto mehr mögliche Wellenlängen des eingestrahnten polychromatischen Lichtes können eingestellt werden. Allerdings sind nur die Wellenlängen nutzbar, die sich durch den Filter ergeben. Liegt das Absorptionsmaximum des Parameters knapp neben der Wellenlänge des Filters, so kann dieses nicht erreicht werden, die Messung wird weniger sensitiv.

NANOCOLOR® PF-12^{Plus}

Kompaktphotometer für die mobile Wasseranalytik



Das Plus an Flexibilität

- Einfache Handhabung für präzise Ergebnisse
- NTU-Check zur Erkennung störender Trübungen
- Robust und wasserdicht nach IP 68
- Einsetzbar in allen Bereichen der Wasser- und Abwasseranalytik



1.4.3 Spektralphotometer

Im Unterschied zu einem Filterphotometer wird die exakte Wellenlänge in einem Spektralphotometer durch einen Monochromator aus dem einstrahlenden, polychromatischen Licht isoliert. Bei dem Monochromator handelt es sich um ein optisches Bauelement. Mit Hilfe eines reflektierenden Gitters wird das polychromatische Licht aufgefächert. Durch eine möglichst schmale Blende wird so nur noch ein möglichst kleiner Wellenlängenbereich des Lichtes in Richtung Küvette durchgelassen. Der nicht gewünschte Wellenlängenanteil wird an dieser Blende absorbiert.

Mit einem Spektralphotometer ist es möglich einen Scan über den gesamten Wellenlängenbereich durchzuführen und so ein Absorptionsspektrum der Substanz aufzunehmen. Absorptionsmaxima werden direkt erkannt. Zudem kann jede beliebige Wellenlänge des eingestrahnten Lichtes bei der Messung angefahren werden. Im Unterschied zu Filterphotometern ist keine Abweichung zwischen dem Maximum des Absorptionsspektrums und der eingestellten Wellenlänge vorhanden. Die Messungen sind sensitiver.

1.4.4 Küvette

Die Wahl der passenden Küvette für die jeweilige Messung ist von entscheidender Bedeutung. Das Material der Küvette (abhängig von der genutzten Wellenlänge) und auch die Größe der Küvette sind die beiden ausschlaggebenden Faktoren.

Standardmäßig werden Küvetten aus Glas eingesetzt, wie bei den *NANOCOLOR*[®] Rundküvettentesten. Bei den Rundküvetten handelt es sich um sogenannte Einmalküvetten, die nach einmaligem Gebrauch entsorgt werden. Hochwertige Materialien wie zum Beispiel Quarz finden in Rechküvetten Einsatz, wenn im UV Bereich gemessen wird. Neben Rund- und Rechküvetten gibt es auch besondere Küvetten, wie zum Beispiel Durchflussküvetten, wo Probelösung in- und auch aus der Küvette mit Hilfe einer Pumpe geleitet wird.

Im direkten Zusammenhang mit der Größe der Küvette steht die Schichtdicke, die im Lambert-Beer'schen Gesetz Einfluss nimmt. Allgemein lässt sich sagen, je größer die Küvette und das Probevolumen sind, desto größer ist die Schichtdicke und desto empfindlicher kann die Messung erfolgen. Alle *NANOCOLOR*[®] Rundküvetten haben einen Außendurchmesser von 16 mm (Innendurchmesser und Schichtdicke = 14 mm), Rechteckküvetten sind in 10, 20 und 50 mm erhältlich.

Küvettentest	Messbereich
<i>NANOCOLOR</i> [®] Cyanid 08 Rundküvettentest	0,02 – 0,80 mg/L CN ⁻
<i>NANOCOLOR</i> [®] Cyanid Rechteckküvettentest (50 mm)	0,001 – 0,50 mg/L CN ⁻

Tabelle 3: Der angegebene Messbereich zeigt die Empfindlichkeit des jeweiligen photometrischen Testes bei unterschiedlichen Küvettengrößen an.

Mit 50 mm Rechteckküvetten lassen sich somit eine höhere Empfindlichkeit, niedrigste Messbereiche und eine höchste Messgenauigkeit erzielen. Ein weiterer Vorteil von Rechteckküvettentesten ist der variable Messbereich durch Einsatz verschiedener Küvettengrößen.



Abbildung 12: Verschiedene Rechteckküvetten

NANOCOLOR[®] VIS II und NANOCOLOR[®] UV/VIS II

Smart photometry



Smart photometry 
connected



Revolutionäres Nutzererlebnis

- Herausragende Benutzerfreundlichkeit dank Touchscreen und vollständig iconbasierter Menüführung
- Sichere Ergebnisse durch Trübungskontrollfunktion (NTU-Check)
- Absicherung der Ergebnisse durch integriertes IQK-Menü
- Einsetzbar in allen Bereichen der Wasser- und Abwasseranalytik



2. Probenahme, Konservierung und Probenvorbereitung

Die richtige Probenahme und Probenvorbereitung ist für die nachfolgende Analytik enorm wichtig. Der erste Schritt zu einem richtigen Ergebnis ist die Entnahme einer homogenen, repräsentativen Probe unter Beachtung der eventuellen gesetzlichen Vorschriften und parameterspezifischen Besonderheiten.

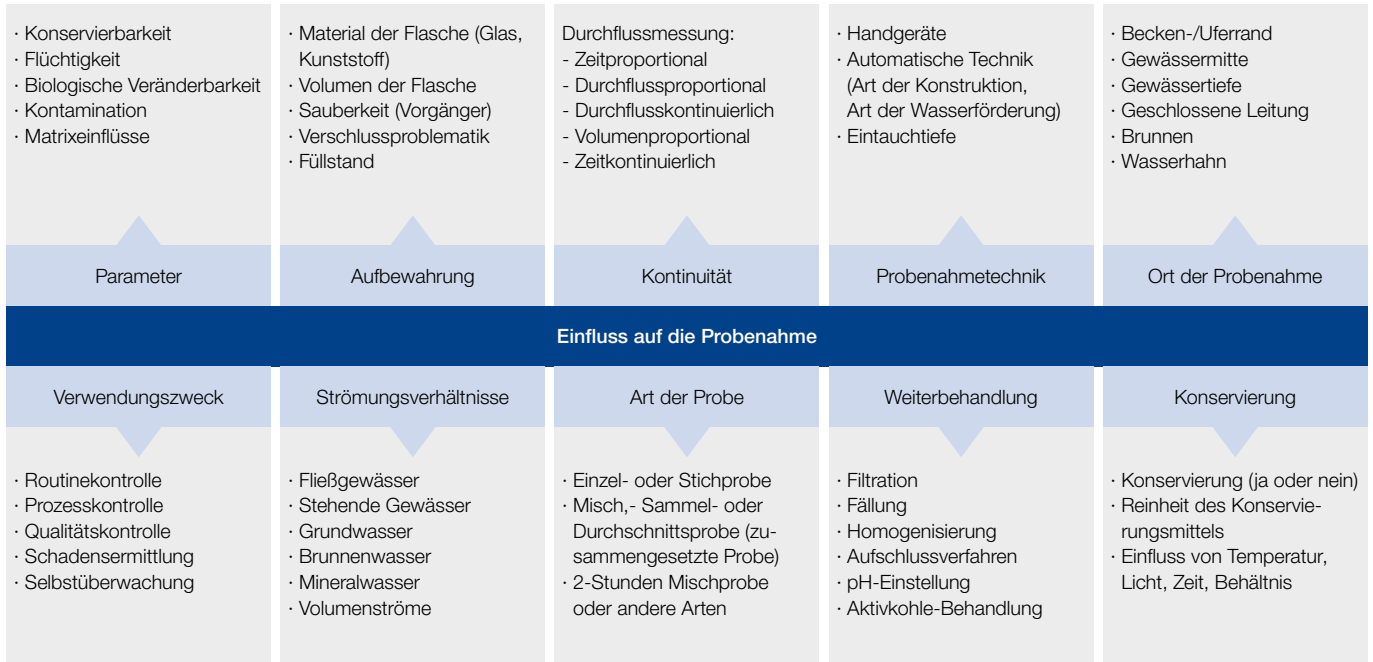
2.1 Probenahme

Nach DIN 38402-11 gibt es verschiedene Möglichkeiten der Probenahme des Abwassers, abhängig von dem zu untersuchenden Parameter. Ziel ist es eine repräsentative Probe zu entnehmen.

Die Probeentnahme ist dabei die Grundvoraussetzung zu einer ordnungsgemäßen Analytik. Fehler, die bereits während der Probenahme gemacht wurden, können nicht mehr in der nachfolgenden Analytik ausgeglichen werden. Der Fehler kann oftmals eine ganze Zehnerpotenz ausmachen. Gerade bei der Analytik von geringsten Konzentrationen ist die Probenahme ein entscheidendes Kriterium.

Bei allen Probenahmen sollte das Gefäß zuvor mehrmals mit der Probelösung gespült (konditioniert) werden.


Welche Faktoren Einfluss nehmen können, ist in Abbildung 13 aufgeführt.



Fehler in der Probenahme können nicht mehr ausgeglichen werden.

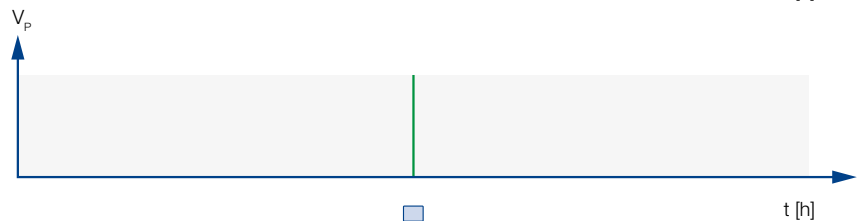
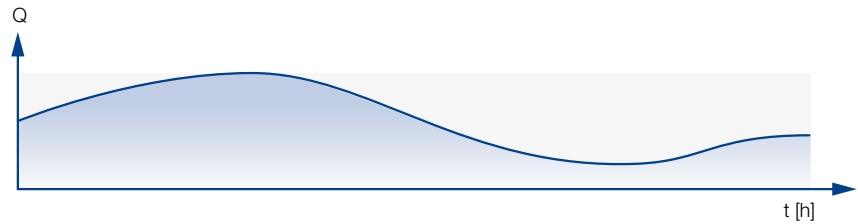
Abbildung 13: Einfluss der einzelnen Analyseschritte auf das Messergebnis

Die verschiedenen Arten der Probenahme sind in DIN 38402-11:2009-0 definiert. Es können Stichproben, Mischproben, ereignisgesteuerte oder verschiedene proportionale Probenahmen gemacht werden. Bei Kläranlagen spielt dabei der Einwohnerwert eine entscheidende Rolle, welche Art der Probenahme durchgeführt wird. Was die einzelnen Probenahmen bedeuten, zeigen die nachfolgenden Abbildungen.

Q = Menge
 t = Zeit [h]
 = Probemenge je Flasche
 V_P = Dosiervolumen je Probe

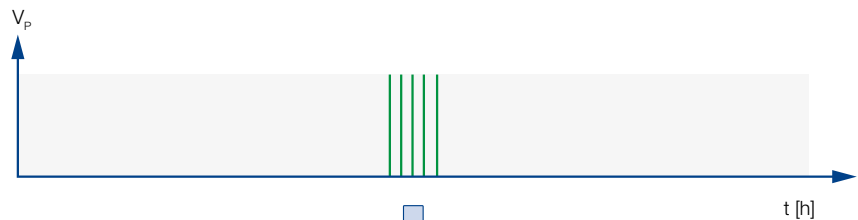


- Einmalige Entnahme



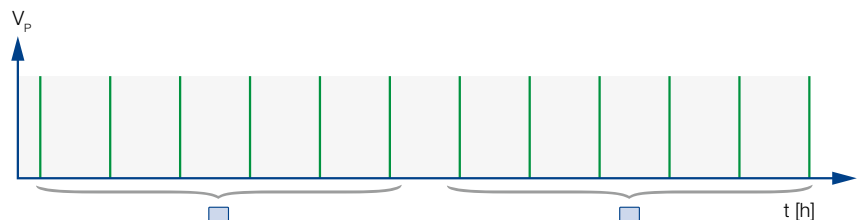
Stichprobe

- Mindestens 5 Stichproben > 2 min über max. 2 h



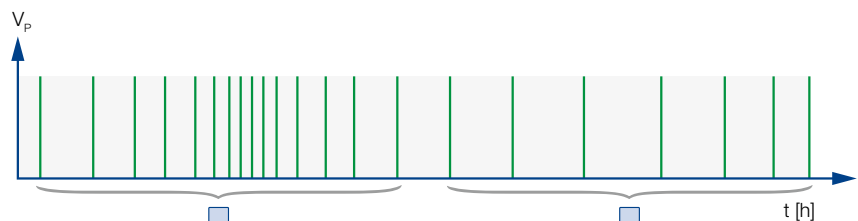
Qualifizierte Stichprobe

- Regelmäßige Zeitabstände
 - Konstante Probenmenge



Zeitproportionale Probenahme

- Probenahme nach definierter Durchflussmenge
 - Konstante Probenmenge



Volumenproportionale Probenahme

Abbildung 14: Verschiedene Arten der Probenahme

Als einfache Stichprobe versteht man die einmalige Entnahme einer Probe oder auch eine bzw. mehrere unmittelbar nacheinander entnommene und vereinigte Einzelproben zur Beurteilung eines momentanen Zustandes. Eine qualifizierte Stichprobe setzt sich aus mindestens 5 Stichproben im Abstand von nicht weniger als 2 min in einem maximalen Zeitraum von 2 Stunden zusammen.

Als Mischproben bezeichnet man zwei oder mehrere einzeln oder kontinuierlich entnommene Proben, die in geeignetem, bekanntem Verhältnis vermischt wurden, um aus der Mischung den Durchschnittswert eines gewünschten Merkmales zu bestimmen, wie zum Beispiel eine 24-Stunden Mischprobe (Tagesmischprobe).

Bei einer zeitproportionalen Probenahme wird in regelmäßigen Zeitabständen eine konstante Probemenge entnommen. Bei einer volumenproportionalen Probenahme richtet sich die Probenahme nach der definierten Durchflussmenge, wobei auch hier immer eine konstante Menge entnommen wird.

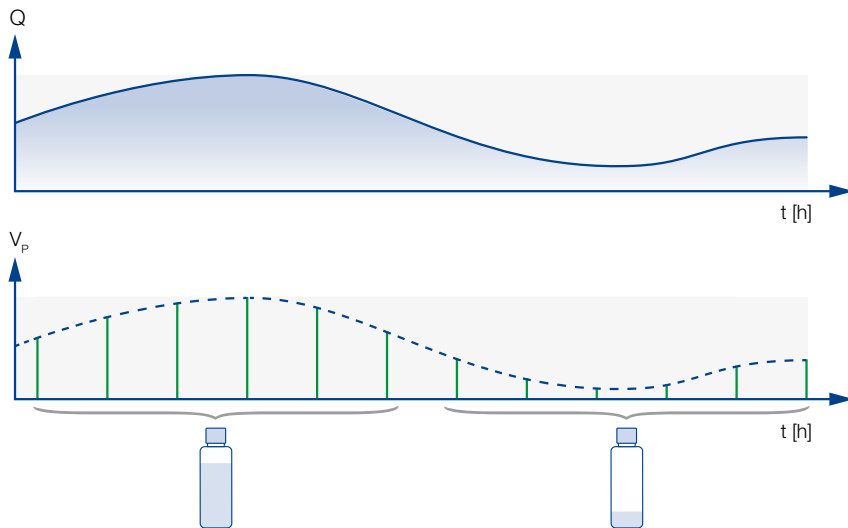


Abbildung 15: Durchflussproportionale Probenahme

Ist die Probenahme durchflussproportional, so wird in regelmäßigen Zeitabständen eine variable Probemenge (entsprechend dem Durchfluss entnommen).

Es kann auch nach einem bestimmten Ereignis, zum Beispiel bei Über- oder Unterschreitung eines Grenzwertes, zu einer ereignisorientierten Probenahme kommen.

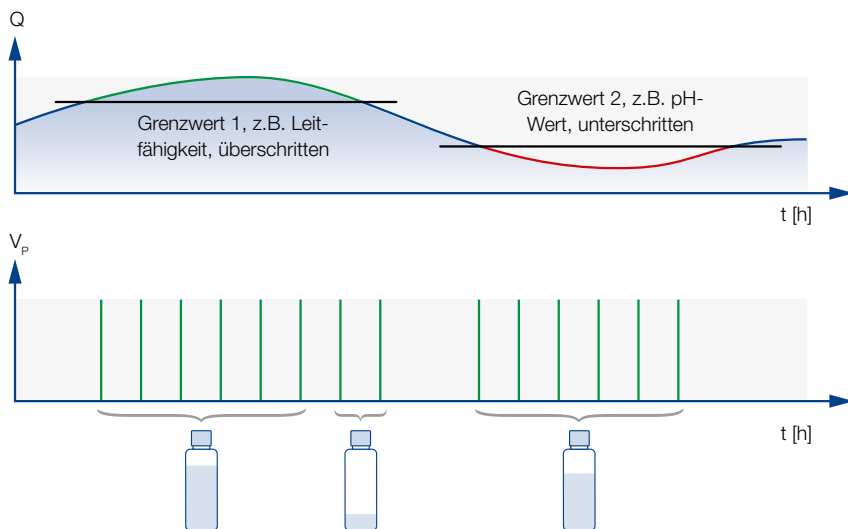


Abbildung 16: Ereignisgesteuerte Probenahme

Der Transport der entnommenen Probe sollte in Glasflaschen oder in PVC-Behältern erfolgen. Gerade bei stark verunreinigtem Wasser mit Ölen oder Pestiziden empfiehlt sich die Verwendung einer Glasflasche.

Vor jedem Umfüllen in kleinere Gefäße oder auch direkt vor der Analytik ist die Probe wieder zu homogenisieren, damit diese repräsentativ bleibt. Die Homogenisierung kann durch einfaches Aufschütteln und Durchrühren bewerkstelligt werden. Eine weitere Homogenisierung kann mit Hilfe eines Mixers oder Ultra-Turrax direkt vor der Analyse erreicht werden.



Q = Menge
t = Zeit [h]

 = Probemenge je Flasche
V_p = Dosiervolumen je Probe

- Regelmäßige Zeitabstände
- Variable Probemenge



Q = Menge
t = Zeit [h]

 = Probemenge je Flasche
V_p = Dosiervolumen je Probe

- Probenahme in Abhängigkeit eines Ereignisses
- Konstante Probemenge
- Konstante Frequenz

Mögliche Fehlerquellen sollten bei der Probenahme berücksichtigt und ausgeschlossen werden:

Fehlerquellen					
Probenahme	Konservierung	Lagerung	Handling	Probenspezifisch	Probenvorbereitung
<ul style="list-style-type: none"> · Falsche Probenahme-stelle · Kontamination der Probe durch Verwendung ungeeigneter Probenahme-Flaschen · Verluste von Inhaltsstoffen durch falsche Probenahmetechnik, unsachgemäßem Transport, Luft in den gefüllten Flaschen · Anreicherung von Feststoffen durch Spülen mit nicht geeignetem Spülwasser (z. B. Zulaufwasser) 	<ul style="list-style-type: none"> · Keine oder falsche Konservierung der Probe (falsches Konservierungsmittel, falsche Dosierung oder Konzentration des Konservierungsmittels) · Verunreinigung der Konservierungsmittel 	<ul style="list-style-type: none"> · Falsche Lagerung der Probe (Temperatur und Lichteinfluss) · Falsches Probegefäß (z. B. Aufnahme von Inhaltsstoffen in die / aus den Gefäßwänden, nicht ausreichende Dichtungen) · Zu lange Lagerzeit bis zur Analytik 	<ul style="list-style-type: none"> · Verwechslung der Probe durch unleserliche, fehlende oder falsche Beschriftung · Vertauschen von Flaschenverschlüssen · Verschleppung von Substanzen und Inhaltsstoffen durch unzureichendes Spülen und starke Konzentrationsunterschiede (Abwasser, Trinkwasser) 	<ul style="list-style-type: none"> · Veränderungen der Probe durch weitere chemische Prozesse (z. B. Oxidationen oder Reduktionen) · Veränderungen der Probe durch die Aktivität von Bakterien · Bildung von Niederschlägen durch Ausfällungen · Ausgaben von leicht flüchtigen Stoffen durch Transport oder Bewegung 	<ul style="list-style-type: none"> · Falsche oder keine Homogenisierung · Keine Filtration bei löslichen Verbindungen oder Filtration bei Summenparametern

Abbildung 17: Mögliche Fehlerquellen vor der photometrischen Analytik

2.2 Konservierung

Nicht immer kann die Analytik unmittelbar nach der Probenahme erfolgen. Je nach Parameter gibt es verschiedene Möglichkeiten der Probenstabilisierung (z. B. durch Zugabe von Säuren oder Basen) beziehungsweise Probenkonservierung. Eine richtige Konservierung garantiert, dass die entnommene Probe bei der Analytik immer noch repräsentativ ist.

Die Bestimmung des klassischen Kläranlagen-Parameters CSB sollte immer möglichst zeitnah nach den Probenahmen erfolgen. Ist dies nicht möglich, so werden 1 Liter Probe mit konzentrierter Schwefelsäure auf einen pH-Wert von 2 oder geringer eingestellt. Diese angesäuerte Probe kann bei Raumtemperatur bis zu sieben Tage aufbewahrt werden. Wird die Probe bei 4 °C gelagert, so kann die Analytik auch noch 28 Tage nach der Probenahme erfolgen. Durch die Kühlung werden biologische Abbauvorgänge verlangsamt. Bei Metall-Parametern wie Chrom erfolgt die Stabilisierung durch Zugabe von Salpetersäure (HNO₃) auf einen pH-Wert von 1 – 2.

Einige wenige Parameter, wie zum Beispiel Chlor oder Sauerstoff, müssen jedoch direkt nach der Probenahme analysiert werden, eine Konservierung ist in diesen Fällen nicht möglich. Jede Verzögerung führt zu verfälschten Messergebnissen.

Im Unterschied dazu gibt es auch Parameter, wie zum Beispiel Komplexbildner oder Chlorid, die sich im Laufe der Zeit nicht zersetzen, sondern stabil bleiben. Hier kann auch ohne spezielle Konservierung die Probe gelagert und erst später analysiert werden.

Hochwertige Filtrierpapiere

MN Filtrierpapiere seit 1911



Deutsche Markenqualität

- Über 7000 unterschiedliche Filtrationsprodukte
- Verlässliche Ergebnisse
- Flexible und kundenspezifische Anfertigungen
- Spezielle Filtrierpapiere für Kläranlagen für DIN-konforme Filtration nach DIN EN 872



Die Tabelle 4 gibt eine Übersicht über die einzelnen parameterabhängigen Konservierungsschritte.

Parameter	Konservierung
Acidität	Kühlung auf 1–5 °C, 1 Tag
Alkalinität	Kühlung auf 1–5 °C, 1 Tag
Aluminium	pH 1–2, HNO ₃ , max. 1 Monat
Ammonium	pH 1–2, H ₂ SO ₄ , max. 7 Tage
Anion. Tenside	Zugabe von 1 % (v/v) einer 40 %igen (v/v) Formaldehyd-Lösung, max. 4 Tage
AOX	pH 1–2, HNO ₃ , max. 1 Monat
Blei	pH 1–2, HNO ₃ , max. 1 Monat
Bromid	Nicht erforderlich
BSB ₅	Kühlung auf 1–5 °C, 1 Tag
Cadmium	pH 1–2, HNO ₃ , max. 1 Monat
Calcium	pH 1–2, HNO ₃ , max. 1 Monat
Carbonathärte	Zügig messen, max. 1 Tag
Chlor	Sofort messen!
Chlorat	pH 10 ± 0,5 NaOH
Chlordioxid	Sofort messen!
Chlorid	Nicht erforderlich
Chlorit	pH 10 ± 0,5 NaOH
Chrom	pH 1–2, HNO ₃ , max. 1 Monat
Chromat	Kühlung auf 1–5 °C, 1 Tag
CSB / TOC	pH 1–2, H ₂ SO ₄ , max. 7 Tage
Cyanid gesamt	pH > 12, NaOH, max. 7 Tage
Cyanid leicht freisetzbar	pH > 12, NaOH, max. 7 Tage
DEHA	Sofort messen!
Eisen	pH 1–2, HNO ₃ , max. 1 Monat
Eisen(II)	pH 1–2, HCl, max. 7 Tage
Ethanol	Kühlung auf 1–5 °C, 1 Tag
Färbung	Zügig messen, max. 1 Tag
Fluorid	Nicht erforderlich
Formaldehyd	Zügig messen, max. 1 Tag
Ges.-Phosphor	pH 1–2, H ₂ SO ₄ , max. 7 Tage
Ges.-Stickstoff	pH 1–2, H ₂ SO ₄ , max. 7 Tage
Härte	pH 1–2, HNO ₃ , max. 1 Monat
Hydrazin	Ansäuern mit HCl auf pH = 1, dunkel, Luftabschluss, max. 1 Tag
Kalium	pH 1–2, HNO ₃ , max. 1 Monat
Kat. Tenside	Zügig messen, max. 1 Tag
Kieselsäure	Kühlung auf 1–5 °C, 1 Tag
Kobalt	pH 1–2, HNO ₃ , max. 1 Monat
Kohlenwasserstoffe	pH 1–2, H ₂ SO ₄ , max. 7 Tage
Komplexbildner	Nicht erforderlich
Kupfer	pH 1–2, HNO ₃ , max. 1 Monat
Magnesium	pH 1–2, HNO ₃ , max. 1 Monat
Mangan	pH 1–2, HNO ₃ , max. 1 Monat
Methanol	Kühlung auf 1–5 °C, 1 Tag
Nichtion. Tenside	Zugabe von 1 % (v/v) einer 40 %igen (v/v) Formaldehyd-Lösung, max. 4 Tage

Parameter	Konservierung
Nickel	pH 1–2, HNO ₃ , max. 1 Monat
Nitrat	pH 1–2, H ₂ SO ₄ , max. 7 Tage
Nitrit	Zügig messen, max. 1 Tag
Org. Säuren	Zügig messen, max. 1 Tag
Ortho-Phosphat	pH 1–2, H ₂ SO ₄ , max. 7 Tage
Ozon	Sofort messen!
Peroxid	Sofort messen!
pH-Wert	Zügig messen, max. 1 Tag
Phenole	pH < 4, H ₃ PO ₄ , dunkel, max. 21 Tage
Phenolindex	pH < 4, H ₃ PO ₄ , dunkel, max. 21 Tage
POC	Nicht erforderlich
Sauerstoff	Sofort messen!
Schwefelwasserstoff	Sofort messen!
Silber	pH 1–2, HNO ₃ , max. 1 Monat
Silicat gelöst	Sofort messen!
Stärke	Zügig messen, max. 1 Tag
Sulfat	Kühlung auf 1–5 °C, 7 Tage
Sulfid	Fixierung von Sulfid durch Zugabe von 2 mL Zinkacetat-Lösung (2 N) auf 1 L Probevolumen, Zugabe von NaOH wenn pH nicht zwischen 8,5–9,0 liegt, max. 7 Tage
Sulfit	Zügig messen, max. 1 Tag
Thiocyanat	Zügig messen, max. 1 Tag
TTC	Sofort messen!
Zink	pH 1–2, HNO ₃ , max. 1 Monat
Zinn	pH 1–2, HCl, max. 7 Tage

Tabelle 4: Parameterspezifische Probenkonservierung

2.3 Probenvorbereitung

Um eine fehlerfreie Analytik zu garantieren, sollte die Probelösung idealerweise klar und farblos, frei von störenden Ionen sowie Trübungen sein. Des Weiteren benötigt jeder Test einen bestimmten pH-Bereich, in dem dieser zuverlässig arbeitet. Oftmals können Proben deshalb nicht direkt eingesetzt werden, sondern benötigen eine gewisse Vorbereitung.

Bei Summenparametern wie zum Beispiel gesamt-Phosphat wird die homogenisierte Probe direkt eingesetzt und oxidativ aufgeschlossen. Die Probe wird nicht filtriert, da eventuell komplex gebundene oder schwerlösliche Phosphatverbindungen durch die Filtration entfernt werden würden, was zu einem Minderbefund führt. Weitere Einzelheiten zu den Aufschlussverfahren finden Sie im Kapitel 3. Aufschlussverfahren, Seite 27.

Soll nur ortho-Phosphat, oder auch andere lösliche Verbindungen, analysiert werden, wird die Probe hingegen filtriert, um eventuelle vorhandene störende Schwebstoffe und Trübungen zu entfernen. Bei Trübungen handelt es sich um kleine suspendierte (unge-löste) Partikel, die eine vom Medium abweichende Brechzahl aufweisen. Hieraus resultieren Absorption, Streuung und Reflexion des eingestrahlteten Lichtes. Es kommt zu fehlerhaften Messergebnissen.

Zur Entfernung feindisperser Trübungen werden Membranfilter mit einer feinen Poren-größe (0,45 µm) eingesetzt, für die Filtration von grobdispersen Trübungen kommen qualitative Papierfilter zum Einsatz (z. B. MN 615). Oftmals wird im Anschluss an die Grobfiltration noch eine Feinfiltration mit Membranfiltern durchgeführt.



Bei Summenparametern wie zum Beispiel gesamt-Phosphat wird die homogenisierte Probe direkt eingesetzt und oxidativ aufgeschlossen. Die Probe wird nicht filtriert. Trübungen führen zu erhöhter Absorption, daher ist eine Filtration bei löslichen Verbindungen vor der Analytik wichtig.

Reaktionstemperatur und pH-Wert sind wichtige Faktoren bei der Analytik.



Kalte oder gefrorene Proben müssen auf Raumtemperatur (20–25 °C) gebracht werden. Alle Testkits sind für die Durchführung bei Raumtemperatur ausgelegt. Ist die Probe zu kalt kann es passieren, dass der Reaktionsablauf beeinträchtigt wird und es zu fehlerhaften Messungen kommt.

Für alle chemischen Reaktionen ist der pH-Wert entscheidend. Manche Reaktionen laufen nur im sauren Bereich ab, andere im basischen oder im neutralen pH-Bereich. Ist der pH-Wert zu hoch oder zu niedrig, so kann er mit Säuren oder Basen eingestellt werden. Es ist darauf zu achten, dass die Säuren beziehungsweise Basen für den Test geeignet sind. Jede Verwendung von Säuren und Basen ist zugleich auch eine Verdünnung des zu bestimmenden Parameters, was bei der Auswertung beachtet werden muss.

Beispiel: Bei vielen Testen stören Chlorid-Ionen. Die Einstellung des pH-Wertes mit Salzsäure ist demzufolge nicht geeignet.

Die erforderliche Reaktionstemperatur sowie der ideale pH-Wert der Probelösung sind in der jeweiligen Testanleitung angegeben.

3. Aufschlussverfahren

In der Praxis erfasst die Analyse oft nur den gelösten Teil der zu untersuchenden Substanzen. Schwerlösliche, polymere oder komplex gebundene Substanzen, aber auch Ionen in anderen Oxidationsstufen als dem Test zugänglich, werden hingegen nicht erfasst. Gerade in stark belasteten Proben liegen die Verbindungen oft in komplexer Form oder anderweitig gebunden vor.

Soll der Gesamtgehalt einer Verbindung bestimmt werden, muss daher ein Aufschluss durchgeführt werden.

Der Aufschluss charakterisiert einen vorbereitenden Arbeitsgang, der zum Prozess der Probenvorbereitung gehört. Durch den Aufschluss werden diese Stoffe mit Hilfe eines Aufschlussreagenzes in leichtlösliche (wasser- oder säurelösliche) und damit der Analytik zugängliche Verbindungen überführt. Störende organische Bestandteile werden durch den Aufschluss zerstört, ungelöste Oxide (Metalloxide) werden aufgelöst, Metallionen aus Komplexen gelöst und adsorptive Verbindungen werden eliminiert.

Idealerweise ist die Lösung nach dem Aufschluss klar und frei von Trübungen. Ist dies nicht der Fall, so muss ein zweiter Aufschluss unter erneuter Zugabe des Aufschlussreagenzes erfolgen. Handelt es sich um einen unlöslichen Bodensatz, lässt man diesen absetzen und nur der Überstand wird für die weitere Analytik genutzt.

Je nach Parameter und zu analysierender Substanz gibt es verschiedene Aufschlussmethoden. Wichtig ist dabei, die vorgegebene Aufschlusstemperatur und Aufschlusszeit einzuhalten. Bei Nichteinhalten kann es passieren, dass ein gewisser Anteil der schwerlöslichen Verbindungen noch nicht in lösliche Verbindungen überführt wurde und es bei der Analytik zu Minderbefunden kommt.

3.1 Wann müssen Aufschlüsse durchgeführt werden?

Generell müssen Aufschlüsse durchgeführt werden, wenn es die Arbeitsanleitung vorschreibt, zum Beispiel bei den Testen CSB, gesamt-Stickstoff oder TOC. Bei allen sogenannten Summenparametern ist ein Aufschluss der Analytik vorangestellt.

Zudem sollte ein Aufschluss durchgeführt werden, wenn der Verdacht nahe liegt, dass Komplexbildner oder andere schwerlösliche Verbindungen in der Probe vorliegen, die sich der Analytik entziehen könnten. Bei Verdacht empfiehlt sich, vor der Analytik die Probe auf vorliegende Komplexbildner zu untersuchen. Dies kann zum Beispiel mit dem Rundküvettestest für organische Komplexbildner erfolgen.

Bei vielen Rundküvettestesten ist das benötigte Aufschlussreagenz schon im Test enthalten (z. B. bei CSB, gesamt-Stickstoff, gesamt-Phosphat, gesamt-Chrom). Bei anderen Testen (wie z. B. bei den meisten Metallparametern) wird das Aufschlussreagenz zusätzlich und vor dem eigentlichen Test eingesetzt.

3.2 Aufschlussreagenzien in der photometrischen Analytik

Welcher Aufschluss durchgeführt wird, hängt im Wesentlichen von dem zu bestimmenden Parameter, der vorliegenden chemischen Verbindung, und in welcher Konzentration diese vorhanden sind, ab. Des Weiteren spielen Faktoren wie die Probenmenge, die Anschlussanalytik und eventuelle Matrixstörungen eine Rolle.

Bei den meisten Aufschlüssen wird Peroxodisulfat als Aufschlussreagenz eingesetzt. Die Vorteile von Peroxodisulfat liegen in seiner starken Oxidationskraft und zugleich an dem vergleichsweise einfachen Handling als Feststoff. Peroxodisulfat wird während des Aufschlussvorganges zu Sulfat reduziert, während die aufzuschließenden Verbindungen oxidiert werden.



Ein Aufschluss überführt schwerlösliche Verbindungen in leichtlösliche, der Analytik zugängliche Verbindungen.



Bei Summenparametern ist immer ein Aufschluss durchzuführen.



Peroxodisulfate zählen zu den stärksten Oxidationsmitteln.

Die Abbildung 18 gibt eine Übersicht über die einzelnen verschiedenen Aufschlüsse, die in der photometrischen Wasseranalytik von Bedeutung sind.

Aufschlüsse für photometrische Analysen					
Aufschluss mit Peroxodisulfat				Aufschluss mit Kaliumdichromat und Schwefelsäure	Königswasseraufschluss mit Salzsäure und Salpetersäure
Bereits in Testdurchführung integriert:	NANOCOLOR® NanOx N:	NANOCOLOR® NanOx Metall:	NANOCOLOR® Aufschluss-Set:	Bereits in Testdurchführung integriert:	NANOCOLOR® Klärschlamm:
<ul style="list-style-type: none"> · AOX · Gesamt-Chrom · Gesamt-Phosphat · Gesamt-Stickstoff · TOC 	<ul style="list-style-type: none"> · Nitrat 	<ul style="list-style-type: none"> · Aluminium · Cadmium · Chromat · Eisen · Kobalt · Kupfer · Nickel · Phosphat · Zink 	<ul style="list-style-type: none"> · Blei · Cadmium · Eisen · Kupfer · Kobalt · Nickel · Zink 	<ul style="list-style-type: none"> · CSB · Kohlenwasserstoffe 	<ul style="list-style-type: none"> · Cadmium · Chrom · Kupfer · Nickel · Zink

Abbildung 18: Übersicht Aufschlüsse für photometrische Analysen

3.3 Die Bestimmung von gesamt-Stickstoff mit **NANOCOLOR® NanOx N**

Um gesamt-Stickstoff bestimmen zu können, ist im ersten Schritt ein Aufschluss nötig. Nur durch einen Aufschluss kann sichergestellt werden, dass alle in der Probelösung enthaltenen Stickstoffverbindungen bei der anschließenden Analytik erfasst werden.



Abbildung 19: Aufschlussreagenz **NANOCOLOR®
NanOx N** (REF 918979)

Peroxodisulfat oxidiert alle Stickstoffverbindungen zu Nitrat.



3.3.1 Prinzip des Aufschlusses

Das Prinzip dieses Aufschlusses ist die thermisch induzierte Oxidation aller anorganischen und organischen stickstoffhaltigen Substanzen zu Nitrat (NO_3^-) mit Hilfe von Kaliumperoxodisulfat. Der Aufschluss erfolgt im Thermoblock (1 Stunde bei 100 °C oder 30 Minuten bei 120 °C). Alternativ kann die Mikrowelle zum Aufschluss genutzt werden. Nach der Oxidation verbleibende Reste an Peroxid und ggf. enthaltenes Chrom(VI), welche die Nitratbestimmung stören, werden durch das Kompensationsmittel eliminiert.

Im Anschluss an den Aufschluss erfolgt die Bestimmung als Nitrat-Stickstoff mit *NANOCOLOR*[®] Nitrat 50 (Test 0-64). Die Teste *NANOCOLOR*[®] gesamt-Stickstoff TN_b beinhalten das Aufschlussreagenz *NANOCOLOR*[®] NanOx N und einen entsprechenden Test *NANOCOLOR*[®] Nitrat für die Anschlussanalytik in einer Packung.

3.3.2 Hinweise zur Probelösung

Vor dem Aufschluss sollte die Lösung homogenisiert werden, um eine repräsentative Probe zu erhalten.

Der pH-Wert der jeweils aufzuschließenden Probe muss zwischen 5 und 9 liegen. Abweichende Werte müssen mit Natronlauge oder Schwefelsäure eingestellt werden. Stickstoffkonzentrationen außerhalb des doppelten Messbereiches können Messwerte simulieren, die innerhalb des einfachen Messbereiches liegen und somit falsch interpretiert werden.

Den von der Probe zu erwartenden Messwert vorher in den vom Test angegebenen Messbereich verdünnen. Bei Wasser unbekannter Konzentration sollten zur Sicherheit Untersuchungen mit stark unterschiedlichen Verdünnungen (1 + 9; 1 + 99) durchgeführt werden, bis sich aus der letzten Verdünnung der vorher gefundene Wert bestätigt.

Der Aufschluss im Thermoblock bei 100 / 120 °C beinhaltet ein geringeres Oxidationspotential als der Mikrowellenaufschluss. Bei überwiegend kommunalen Abwässern lässt sich diese Methode anwenden, wenn die Matrix über längere Zeiträume unverändert bleibt. Von Zeit zu Zeit sollten allerdings die Messwerte mit Vergleichsmethoden (z. B. dem Mikrowellenaufschluss) überprüft werden.

Es besteht die Möglichkeit, dass schwer oxidierbare Verbindungen mit dem Aufschlussmittel Peroxodisulfat möglicherweise nur teilweise oder nicht erfasst werden. Ein unvollständiger Aufschluss ist auch bei Proben zu erwarten, die große Mengen an Oxidationsmittel (z. B. Proben mit CSB über 1000 mg/L O₂) verbrauchen.

Die anorganischen Komponenten Ammonium, Nitrit und Nitrat werden im Messwert zusammen mit den organischen Stickstoffverbindungen wie Aminosäuren, Harnstoff, Komplexbildner etc. erfasst.

3.3.3 Durchführung

5,0 mL Probelösung in ein sauberes leeres Reaktionsglas 16 mm AD (REF 91680) pipettieren, einen orangefarbenen Messlöffel *NANOCOLOR*[®] NanOx N Aufschlussreagenz zugeben, verschließen und gründlich schütteln. Das Reaktionsglas in einen *NANOCOLOR*[®] Thermoblock einsetzen und 1 Stunde bei 100 °C bzw. 30 min bei 120 °C erhitzen. Reaktionsglas entnehmen, kurz umschwenken und abkühlen lassen.

Das Reaktionsglas öffnen, einen Messlöffel *NANOCOLOR*[®] NanOx Kompensationsreagenz zusetzen, Reaktionsglas verschließen und noch einmal kräftig schütteln.

Der Inhalt kann nun als Probelösung zur Bestimmung von gesamt-Stickstoff TN_b mit Test 0-64 *NANOCOLOR*[®] Nitrat 50 eingesetzt werden.



Der pH-Wert der Probe muss zwischen 5 und 9 liegen.



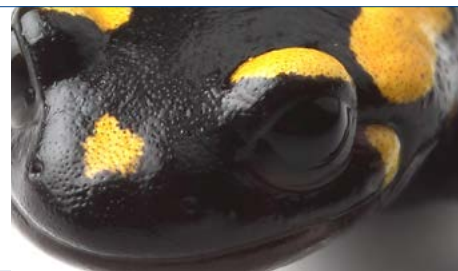
Stickstoffkonzentrationen außerhalb des doppelten Messbereichs können falsche Messwerte simulieren.



Auf www.mn-net.com kann die Anleitung von *NANOCOLOR*[®] NanOx N kostenlos heruntergeladen werden.

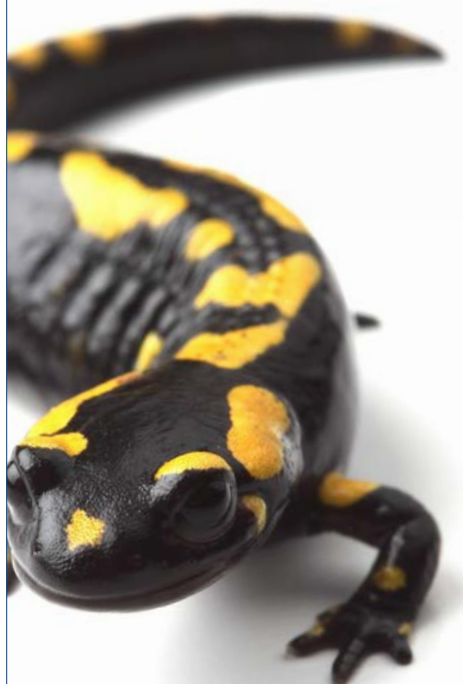
NANOCOLOR® VARIO 4

Thermoblock für zuverlässige
Probenaufschlüsse



Vielseitigkeit erleben

- Touchscreen mit intuitiver Menüführung
- Kurze Aufheizzeiten und hohe Temperaturstabilität
- IQK mittels NANOCOLOR® T-Set gemäß DWA-A 704
- CSB, gesamt-N und gesamt-P in nur 30 Minuten



3.4 Die Bestimmung von gesamt-Metall und gesamt-Phosphor mit NANOCOLOR® NanOx Metall

Um gesamt-Metall oder gesamt-Phosphor bestimmen zu können, ist im ersten Schritt ein Aufschluss nötig. Nur durch einen Aufschluss kann sichergestellt werden, dass alle in der Probelösung enthaltenen Metall- oder Phosphorverbindungen bei der anschließenden Analytik erfasst werden.



Abbildung 20: Aufschlussreagenz NANOCOLOR® NanOx Metall (REF 918978)

3.4.1 Prinzip des Aufschlusses

Das Prinzip des oxidativen Aufschlusses ist die Erfassung von gesamt-Phosphor und von komplex gebundenen Metallen oder Metall-Ionen, die in einer Oxidationsstufe vorliegen, in der sie ohne Aufschluss ihrem Nachweis entziehen würden. Der Aufschluss erfolgt unter Hitzeeinwirkung mit Natriumperoxodisulfat im Thermoblock oder alternativ in der Mikrowelle.

Nach dem Aufschluss erfolgt die Zugabe des Neutralisationsreagenzes (Natriumhydrogencarbonat) zur Einstellung des pH-Wertes.


3.4.2 Hinweise zur Probelösung

Vor dem Aufschluss sollte die Probe homogenisiert werden, um eine repräsentative Probe zu erhalten.

Den von der Probe zu erwartenden Messwert vorher in den vom Test angegebenen Messbereich verdünnen. Bei Wasser unbekannter Konzentration sollten zur Sicherheit Untersuchungen mit stark unterschiedlichen Verdünnungen (1 + 9; 1 + 99) durchgeführt werden, bis sich aus der letzten Verdünnung der vorher gefundene Wert bestätigt.

NANOCOLOR® NanOx Metall ist für Aufschlüsse im Thermoblock bei 100/120 °C und in der Mikrowelle geeignet. Der Aufschluss im Thermoblock weist ein geringeres Oxidationspotential auf und sollte durch Verdünnungen und Vergleiche mit dem Mikrowellenaufschluss überprüft werden. Es besteht die Möglichkeit, dass schwer oxidierbare Verbindungen mit dem Aufschlussmittel Peroxodisulfat möglicherweise nur teilweise oder nicht erfasst werden. Ein unvollständiger Aufschluss ist auch bei Proben zu erwarten, die große Mengen an Oxidationsmittel (z. B. Proben mit CSB über 1000 mg/L O₂) verbrauchen.

Bei Probelösungen mit einer noch unbekanntem Konzentration an Metall- beziehungsweise Phosphorverbindungen oder bei Proben, die vermutlich einen hohen Verbrauch an Oxidationsmittel aufweisen, empfiehlt es sich mehrere Proben mit unterschiedlichen Verdünnungen anzusetzen (z. B. 1 + 1, 1 + 9), um den später erhaltenen Analysenwert abzusichern. Die Verdünnung muss in den Messwert mit einberechnet werden.



Peroxodisulfat oxidiert alle Phosphorverbindungen zu Phosphat und sämtliche Metallverbindungen in höhere analysierbare Oxidationsstufen.

Auf www.mn-net.com kann die Anleitung von **NANOCOLOR® NanOx Metall** kostenlos heruntergeladen werden.



3.4.3 Durchführung

6,0 mL Probelösung in ein leeres Reaktionsglas 16 mm AD (REF 91680) pipettieren, 1 orangefarbenen Messlöffel **NANOCOLOR® NanOx Metall** Aufschlussreagenz zugeben, verschließen und gründlich schütteln. Das Reaktionsglas in den Thermoblock einsetzen und 30 min auf 120 °C oder 1 h auf 100 °C erhitzen. Aus dem Thermoblock entnehmen, abkühlen lassen und kurz umschwenken.

Die Aufschlusslösung muss klar und farblos sein. Ansonsten ein weiteres Mal aufschließen. Im Falle eines unlöslichen Bodensatzes, diesen absetzen lassen und nur den Überstand für die weitere Analytik nutzen.

Das Reaktionsglas einmal auf den Kopf schwenken und anschließend öffnen, mit **QUANTOFIX® Peroxid 25** (REF 91319) auf Peroxidfreiheit prüfen. Falls noch Peroxide vorliegen, Aufschlusslösung nochmals ohne weitere Zugabe von **NANOCOLOR® NanOx Metall** Aufschlussreagenz erhitzen.

Ist die Aufschlusslösung peroxidfrei, vorsichtig (Gasentwicklung) mit 3 Mikrolöffeln **NANOCOLOR® NanOx Metall** Neutralisationsreagenz versetzen, verschließen und noch einmal kräftig schütteln. Der pH-Wert muss bei pH 3–7 liegen, ansonsten mehr Neutralisationsreagenz verwenden.

Der Inhalt kann nun als Probelösung für die genannten Phosphor- und Metallbestimmungen eingesetzt werden, wobei darauf zu achten ist, dass das Messergebnis der Rechteckküvettenteste bei geändertem Probevolumen mit dem entsprechenden Verdünnungsfaktor zu multiplizieren ist

Aufschluss XL:

Neben dem normalen Aufschluss besteht auch die Möglichkeit einen XL-Aufschluss durchzuführen. Anstatt 6 mL Probelösung werden 17 mL Probelösung pro Küvette aufgeschlossen. Bitte beachten Sie, dass für diesen Aufschluss größere Küvetten (REF 91622) und auch ein anderer Thermoblock benötigt werden (REF 919350.1).

Dieser Aufschluss ist ideal, wenn mehrere Metallparameter bestimmt werden sollen.

Benötigtes Zubehör:

Thermoblock **NANOCOLOR® VARIO C2 M** (REF 919350.1)

NANOCOLOR® Aufschlussküvette 22 mm AD (REF 91622)

17 mL Probelösung in ein leeres Aufschlussgefäß (REF 91622) pipettieren, 3 orangene Messlöffel **NANOCOLOR® NanOx Metall** Aufschlussreagenz zugeben, verschließen und gründlich schütteln. Das Reaktionsglas in den Thermoblock **NANOCOLOR® VARIO C2 M** (REF 919350.1) einsetzen und 30 min auf 120 °C oder 1 h auf 100 °C erhitzen. Aus dem Thermoblock entnehmen, abkühlen lassen und kurz umschwenken.

Die Aufschlusslösung muss klar und farblos sein. Ansonsten ein weiteres Mal aufschließen. Im Falle eines unlöslichen Bodensatzes, diesen absetzen lassen und nur den Überstand für die weitere Analytik nutzen.

Das Reaktionsglas einmal auf den Kopf schwenken und anschließend öffnen, mit **QUANTOFIX® Peroxid 25** (REF 91319) auf Peroxidfreiheit prüfen. Falls noch Peroxide vorliegen, Aufschlusslösung nochmals ohne weitere Zugabe von **NANOCOLOR® NanOx Metall** Aufschlussreagenz erhitzen.

Ist die Aufschlusslösung peroxidfrei, vorsichtig (Gasentwicklung) mit 3 schwarzen Messlöffeln **NANOCOLOR® NanOx Metall** Neutralisationsreagenz versetzen (bitte allgemeine Hinweise zur Durchführung beachten), verschließen und noch einmal kräftig schütteln. Der pH-Wert muss bei pH 3–7 liegen, ansonsten mehr Neutralisationsreagenz verwenden.

Mit dem XL-Aufschluss ist die Bestimmung von 4 Metalltesten pro XL-Küvette möglich.



Der Inhalt kann nun als Probelösung für die genannten Phosphor- und Metallbestimmungen eingesetzt werden, wobei darauf zu achten ist, dass das Messergebnis der Rechteckküvettenteste bei geändertem Probenvolumen mit dem entsprechenden Verdünnungsfaktor zu multiplizieren ist. Nach beendeter Analyse die Aufschlusslösung aus dem Aufschlussgefäß entfernen und dieses mit Hilfe einer Flaschenbürste reinigen und mit dest. Wasser ausspülen.

Hinweis zum Aufschluss XL:

Unter Verwendung von zwei großen Aufschlussgefäßen können maximal vier weitere Reaktionsgläser mit 16 mm AD in den Thermoblock eingesetzt werden!

3.4.4 Parameter

Nach dem Aufschluss mit *NANOCOLOR® NanOx* Metall können verschiedene Metallparameter bestimmt werden. Nicht bei jedem Parameter ist die Zugabe des Neutralisationsmittels nach dem Aufschluss nötig. Welche Parameter bestimmt werden können und welche Besonderheiten beachtet werden müssen, finden Sie in der Abbildung 21 gegenübergestellt.

Folgende Bestimmungen sind nach dem Aufschluss mit <i>NANOCOLOR® NanOx</i> Metall durchführbar:	
Normale Durchführung	Abgeänderte Durchführung
<ul style="list-style-type: none"> · Test 0-98 Aluminium 07^a · Test 1-02 Aluminium^a · Test 0-14 Cadmium 2 · Test 1-51 Kobalt · Test 0-61 Nickel 7 · Test 0-71 Nickel 4 · Test 1-62 Nickel · Test 0-76 Phosphat 1 (Phosphor) · Test 0-81 Phosphat 5 (Phosphor) · Test 0-80 Phosphat 15 (Phosphor) · Test 0-55 Phosphat 45 (Phosphor) · Test 1-95 Zink · Test 0-96 Zink 4 	<ul style="list-style-type: none"> · Test 0-24 Chromat 5 (Chrom)^b · Test 1-25 Chromat (Chrom)^b · Test 1-36 Eisen^b · Test 0-37 Eisen 3^b · Test 1-53 Kupfer^c · Test 0-54 Kupfer 7^d · Test 0-53 Kupfer 5 · Test 0-79 Phosphat 50 (Phosphor)^b

^a Nur in der Mikrowelle durchführbar.
^b Es kann auf Schritt 2 „Zugabe des *NANOCOLOR® NanOx* Neutralisationsreagenz“ verzichtet werden.
^c Anstatt Neutralisationsreagenz die doppelte Menge an Reagenz R1 verwenden.
^d Anstatt Neutralisationsreagenz die doppelte Menge an Reagenz R2 verwenden.

Abbildung 21: Mögliche Bestimmungen nach dem Aufschluss mit *NANOCOLOR® NanOx* Metall

3.5 Tipps und Tricks

Homogenisierung

- Eine Homogenisierung sollte in jedem Fall vor dem Aufschluss erfolgen. Nur so ist eine repräsentative Probe und ein aussagekräftiges Analyseergebnis zu erhalten.
- Nach dem Aufschluss muss die Aufschlusslösung klar und farblos sein. Ansonsten ein weiteres Mal aufschließen. Im Falle eines unlöslichen Bodensatzes, diesen absetzen lassen und nur den Überstand für die weitere Analytik nutzen.

Neutralisierung

- Nach dem Aufschluss muss die Probe testspezifisch neutralisiert werden. Nicht für alle nachfolgenden Teste ist eine Neutralisierung nötig. In der Anleitung ist der pH-Bereich jeweils angegeben. Bei Testen, die im sauren pH-Bereich ablaufen (wie zum Beispiel gesamt-Chrom), ist keine Neutralisation nötig. Weitere Angaben finden sich in der Anleitung von *NANOCOLOR® NanOx* Metall.

Unter Verwendung von zwei großen Aufschlussgefäßen können maximal vier weitere Reaktionsgläser mit 16 mm AD verwendet werden.

Notwendigkeit des Aufschlusses

- Es ist immer aufzuschließen, wenn die Bestimmung des Gesamtgehaltes einer Verbindung vorgeschrieben ist, zum Beispiel durch die Abwasserverordnung, Anhang 40 oder durch eine Arbeitsanleitung (wie zum Beispiel für CSB oder TOC). Des Weiteren sollte aufgeschlossen werden wenn der Verdacht nahe liegt, dass schwerlösliche oder komplex gebundene Verbindungen in der Probelösung enthalten sind.

Trübung

- Eine trübe Probe wird vor dem Aufschluss nicht filtriert. Bei einer Filtration kann es sein, dass schwerlösliche Verbindungen entfernt, somit nicht aufgeschlossen und bestimmt werden. Minderbefunde sind die Folge.

NANOCOLOR® Analysenkoffer CSB

Wartungskoffer für Kleinkläranlagen



Alles drin, alles dabei

- Kompakt & griffbereit
Dein mobiler CSB Messplatz
- Sicher & smart
Robustes Design für sicheren Transport
- Schnell & zuverlässig
Verlässliche CSB-Ergebnisse in nur 45 Minuten



4. Wichtige Parameter in der Wasser- und Abwasseranalytik

Die Qualität einer Wasserprobe hängt maßgeblich von der enthaltenen Menge gewisser chemischer oder biologischer Parameter ab. Je nach Konzentration der eingetragenen Parameter, fällt die Beeinträchtigung der Gewässer aus. Um die Analytik, die Bedeutung der einzelnen Parameter und die chemischen Zusammenhänge besser verstehen zu können, bedarf es ein wenig theoretischem Hintergrundwissen.

Auf die wichtigsten Parameter in der Wasser- und Abwasseranalytik soll in diesem Kapitel näher eingegangen werden.

4.1 Kläranlagenparameter

Der Verschmutzungsgrad des Abwassers wird in Kläranlagen durch wichtige Kenngrößen angegeben. Neben den wichtigen Summenparametern CSB oder gesamt-N, spielen auch einige Einzelparameter eine Rolle.

Nützliches Hintergrundwissen, Hinweise zur Probenvorbereitung und Konservierung sowie Reaktionsgrundlagen zu den wichtigsten Kläranlagenparametern werden nachfolgend erläutert.

4.1.1 Ammonium (NH_4^+)

Ammoniumverbindungen sind in vielen Oberflächen- und einigen Grundwässern enthalten. Weiterhin sind sie immer in kommunalen und oft in gewerblichen und industriellen Abwässern zu finden. Es gibt verschiedene Ursachen für das Vorkommen von Ammoniumverbindungen in den unterschiedlichen Gewässerarten. Zum Beispiel können sie das Produkt chemischer Abfälle oder bakterieller Abbauprozesse von stickstoffhaltigen organischen Verbindungen sein. Letztere deuten auf die Verschmutzung des Gewässers mit Fäkalien oder auf sonstige Verrottungs- bzw. Verwesungsprozesse hin. Auch durch Regenfälle gelangen Ammoniumverbindungen in unsere Gewässer, indem Kunstdüngerbestandteile in das Wasser gespült werden. Im Mineralreich enthalten fast alle magmatischen Gesteine geringe Mengen an Ammoniumsalzen.

In reinen Gewässern liegt der Ammoniumgehalt unter 0,1 mg/L, Sonderfälle mit Gehalten bis zu 1 mg/L bilden Moorwässer und auch spezielle Grundwässer mit hohen Eisen- und Mangangehalten (z. B. in der Norddeutschen Tiefebene). In verunreinigten Wässern lassen sich Konzentrationen bis zu 10 mg/L nachweisen.

Die Toxizität in Fischgewässern ist maßgeblich vom pH-Wert des Wassers abhängig. Ammoniumverbindungen sind bei niedrigen pH-Werten ungefährlich. Jedoch liegt mit steigendem pH-Wert ein immer höherer Teil an Fisch-giftigem Ammoniak vor, wie anhand des folgenden pH-abhängigen Gleichgewichtes zwischen Ammonium-Ionen und Ammoniak deutlich wird:



Bei einem pH-Wert von 6 liegt das Gleichgewicht fast vollständig auf der linken Seite, bei einem pH-Wert von 8 sind bereits 4 % an Ammoniak, bei pH 9 schon 25 % und bei pH 10 sogar 78 % an Ammoniak vorhanden (bei einer Wassertemperatur von 17 °C). Der Grad der Giftigkeit ist von der Einwirkungszeit, der Temperatur und von der Art der Fische abhängig. Als Mittelwert wird 1 mg/L NH_3 als für Fische tödlich angegeben.

Hohe Ammoniumgehalte belasten auch den Sauerstoffgehalt von Gewässern stark, da bei der bakteriellen Oxidation von Ammonium zu Nitrat („Nitrifikation“) Sauerstoff O_2 verbraucht wird:



Die Nitrifikation ist essentiell für den Selbstreinigungsprozess im Wasser, jedoch führt dieser bei zu hohem Ammonium- bzw. Ammoniakgehalt zu einer erhöhten Sauerstoffzehrung und somit zum Fischsterben (weitere Informationen unter 4.1.5 Nitrifikation, Seite 44).

Die Toxizität in Fischgewässern ist maßgeblich vom pH-Wert des Wassers abhängig.

NH_4^+ = Ammonium-Ion
 OH^- = Hydroxid-Ion
 NH_3 = Ammoniak
 H_2O = Wasser
 O_2 = Sauerstoff
 NO_3^- = Nitrat-Ion
 H_3O^+ = Hydronium-Ion

Ammoniumsalze sind im Unterschied zum freien Ammoniak ungiftig.



Der Nitrifikationsprozess wird in biologischen Kläranlagen zur Reinigung ausgenutzt. Daher spielt die Überwachung der daran beteiligten Parameter Ammonium, Nitrit und Nitrat eine immens wichtige Rolle. Die Ammoniumkonzentration bestimmt im Kläranlagenlauf den Bedarf an Sauerstoff. Im Kläranlagenablauf gibt der Restgehalt an Ammonium somit Auskunft über die Wirksamkeit der Anlage.

Ammoniak ist für höhere Organismen ein Zellgift. Es entsteht als Zwischenprodukt des Stoffwechsels im Gehirn, in den Muskeln, der Leber, dem Darm und der Niere. Im Körper wird Ammoniak sofort durch die Reaktion mit Kohlenstoffdioxid in Harnstoff und durch Umwandlung in Glutamin unschädlich gemacht. Ammoniumsalze sind im Unterschied zum freien Ammoniak ungiftig.

4.1.1.1 Reaktionsgrundlage

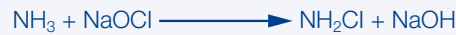
Die kolorimetrische sowie die photometrische Bestimmung erfolgt gemäß Berthelots Reaktion (Reaktionsgrundlage analog zu DIN 38406-E5, ISO 7150-1, APHA 4500-NH3-F und EPA 350.1).

In stark alkalischer Lösung (pH ~ 12,6) reagiert Ammonium beziehungsweise Ammoniak mit Hypochlorit und Salicylat in Gegenwart von Nitroprussidnatrium (Natrium(nitrosopentacyanoferrat(III)) als Katalysator zu einem blauen Indophenol.

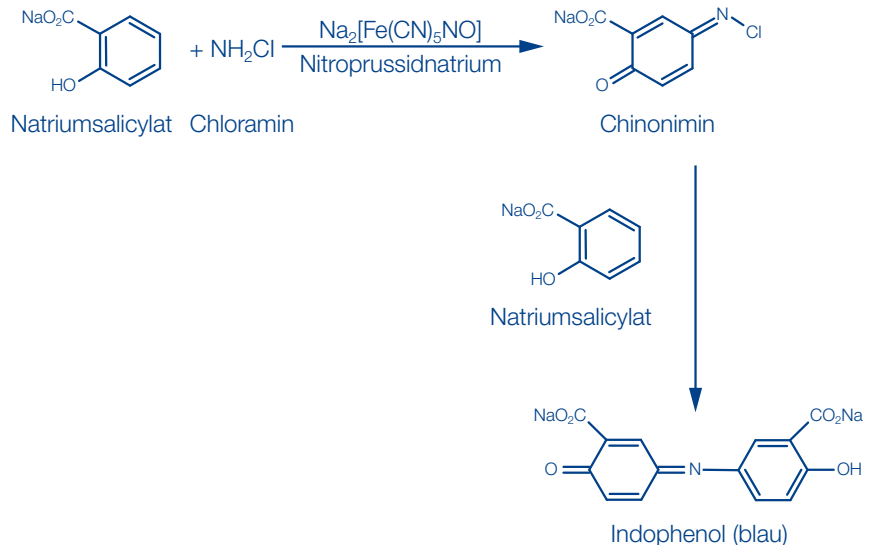
Im ersten Reaktionsschritt wird aus Dichlorisocyanursäure im alkalischen Medium in situ Hypochlorit erzeugt.



Dieses reagiert mit Ammoniak unter Bildung von Chloramin.



Chloramine bilden mit einer katalytischen Menge an Nitroprussidnatrium mit Phenolen (hier: Natriumsalicylat) ein Chinonimin. Dieses lagert ein weiteres Äquivalent Natriumsalicylat an, wobei ein blaues Indophenol entsteht.



4.1.1.2 Probenkonservierung

- Die Probe kann nach Stabilisierung des pH-Wertes mit H₂SO₄ auf pH 1 – 2 und Filtration vor Ort max. 7 Tage bis zu Analysebeginn gelagert werden (Aufbewahrungsgefäß: PE- oder Glas-Flasche).

4.1.1.3 Tipps und Tricks

Meerwassertauglichkeit

- Bei fast allen VISOCOLOR® und NANOCOLOR® Ammonium Testen ist Meerwasseranalytik möglich, bei einigen ist dafür eine Verdünnung (1 + 1 oder 1 + 9) nötig. Nähere Informationen entnehmen Sie bitte der jeweiligen Testanleitung.

R-Cl = Dichlorisocyanursäure
 R = allgemeiner Rest
 NaOH = Natriumhydroxid
 NaOCl = Natriumhypochlorit
 NH₃ = Ammoniak
 NH₂Cl = Chloramin



pH-Wert

- Die Reaktionslösung bzw. Probe darf nicht zu sauer sein. Stark saure und gepufferte Proben müssen vor der Bestimmung mit Natronlauge in den benötigten pH-Bereich eingestellt werden. Je nach Testkit und Messbereich werden unterschiedliche pH-Werte der Probelösung benötigt. Die genaue Angabe findet sich in den Testanleitungen.
- Je nach pH-Wert liegt der Ammonium-Stickstoff in Wässern im Gleichgewicht NH_4^+ / NH_3 (NH_4OH) vor; beide Formen werden bei der Analytik vollständig erfasst.
- Die in den Testanleitungen angegebenen pH-Werte der Probelösung müssen eingehalten werden.

Reaktionstemperatur

- Die Reaktionstemperatur muss unbedingt beachtet werden. Die Reaktionszeit von 15 min gilt nur für $T = 20\text{ °C}$. Bei abweichenden Temperaturen kann es zu Minderbefunden kommen.

Störungen

- Primäre Amine reagieren wie Ammonium-Ionen und führen zu Mehrbefunden.
- Chlorzehrende Stoffe können je nach Konzentration den Messwert verringern oder die Reaktion vollständig verhindern.
- Weitere störende Ionen sind in den Testanleitungen aufgeführt.
- Bei überkonzentrierten Proben (Mehrfachkonzentration) an oxidierbaren Stoffen, wie z. B. hoher CSB-Wert, wird die Farbauscheidung unterdrückt. In diesem Fall kann das Problem durch Verdünnungen behoben werden.

Testdurchführung

- Nach Zugabe von Reagenz R2 bei den *NANOCOLOR*[®] Rundküvettentesten die Küvette nicht zu lange offen stehen lassen, da sonst NH_3 -Gas entweicht und Gefahr von Minderbefunden besteht.
- Gute Reproduzierbarkeit erreicht man in schwach belasteten Wässern. Starke Belastungen führen zu Fehlern und setzen eine Destillation voraus.

Trübung

- Bei Trübung filtrieren, Trübungen führen zu falschen Messergebnissen: Bei grobdispersen Trübungen mit qualitativem Filtrierpapier (z. B. MN 615), bei mitteldispersen Trübungen mit Glasfaserpapieren (z. B. MN 85/70 BF) oder Membranfiltrationssatz GF/PET 0,45 μm , bei feindispersen Trübungen mit Membranfiltrationssatz 0,45 μm oder GF/PET 0,45 μm filtrieren.

4.1.2 Biochemischer Sauerstoffbedarf (BSB)

Der biochemische Sauerstoffbedarf nach 5 Tagen (BSB_5) ist neben dem chemischen Sauerstoffbedarf (CSB) der wichtigste summarische Wirkungsparameter zur Einschätzung des Verschmutzungsgrades eines Gewässers.

Der BSB ist definiert durch die volumenbezogene Menge an Sauerstoff, die von den Mikroorganismen verbraucht wird, um die im Wasser vorhandenen organischen Stoffe bei 20 °C oxidativ abzubauen. In der Regel erfolgt diese Bestimmung nach 5 Tagen, weshalb auch häufig vom BSB_5 -Wert die Rede ist.

Der BSB gibt demnach Auskunft über den biologisch verwertbaren Anteil organischer Inhaltsstoffe in der Probelösung. Die Bestimmung erfolgt über die Messung des Sauerstoffverbrauchs, der für den oxidativen Abbau benötigt wird. Die Angabe erfolgt in mg/L O_2 .

Alternativ zum Sauerstoffgehalt kann der Kohlenstoffdioxidgehalt, in sogenannten respirometrischen Methoden, gemessen werden. Die Messung erfolgt durch zugesetztes Natriumhydroxid, welches zusammen mit dem entstandenen CO_2 -Gas zu Natriumcarbonat abreagiert und einen Unterdruck erzeugt.

Je mehr organische Nährstoffe in der Probe enthalten sind, desto größer ist die Stoffwechselaktivität der Bakterien und damit der resultierende BSB-Wert. An Hand des BSB-Wertes kann eine Aussage über die Eigenschaft der Wasserprobe und über deren biologische Aktivität getroffen werden.

- Ein hoher BSB-Wert steht für einen hohen Gehalt an gut abbaubaren, organischen Substanzen.

- Ein niedriger BSB-Wert kann durch eine geringe Konzentration an biologisch verwertbaren Substanzen, durch schwer abbaubare Verbindungen oder durch eine gestörte Bestimmung des BSB-Wertes verursacht werden.

Oftmals wird der BSB im Zusammenhang mit dem CSB ausgewertet. Ist die Differenz beider Werte gering, so besteht die Probe größtenteils aus gut biologisch abbaubaren Substanzen. Ist die Differenz jedoch sehr groß, so lässt sich das auf eine schlechte Abbaubarkeit zurückführen.

Neben dem Kohlenstoffabbau findet der Stickstoffabbau in der Probelösung statt. Der Stickstoffabbau oder auch Nitrifikation ist die Umsetzung von Ammonium zu Nitrat, ebenfalls unter Sauerstoffverbrauch. In der Regel tritt die Nitrifikation später als der Kohlenstoffabbau auf. Um dennoch eine Störung auszuschließen, insbesondere bei schwach belasteten Proben, werden sogenannte Nitrifikationshemmer eingesetzt. Die am Häufigsten genutzte Verbindung ist dabei *N*-Allylthioharnstoff (ATH oder NATH).

Bei hohen BSB-Konzentrationen muss die Probe mit sogenanntem Verdünnungswasser versetzt werden. Bei dem Verdünnungswasser handelt es sich um ungechlortes Leitungswasser, welches für mindestens eine Stunde im Dunkel belüftet wurde. Die Konzentration an Sauerstoff sollte mindestens 8 mg/L betragen.

Wurde die Probe eingefroren oder enthält die Probe selbst nicht genügend Mikroorganismen, so muss Impfwasser, angeimpftes belüftetes Verdünnungswasser, zum Verdünnen eingesetzt werden. Impfwasser erhält man beispielsweise durch abgesetztes kommunales Abwasser aus dem Ablauf der Vorklärung oder dem mechanischen Zulauf. Weitere Informationen finden sich in der Anleitung des BSB-Zubehörsatzes (REF 916925).

4.1.2.1 Reaktionsgrundlage

Die Bestimmung des BSB-Gehaltes erfolgt über die Messung der Sauerstoffkonzentration. Mikroorganismen verbrauchen Sauerstoff und setzen organische Substanzen zu Kohlenstoffdioxid um.

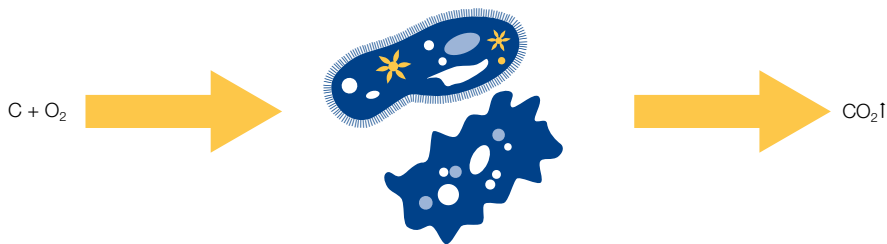


Abbildung 22: Prinzip der BSB-Bestimmung

Die vereinfachte Bestimmung des biochemischen Sauerstoffbedarfs erfolgt nach 5 Tagen (BSB_5) von unverdünnten Proben ohne Mitführung eines Kontrollansatzes in Anlehnung an DIN EN 1899-2-H52. Die Inkubation der sauerstoffangereicherten unverdünnten Probe geschieht in Rundküvetten für 5 Tage bei 20 ± 1 °C im Dunkeln. Die Bestimmung des gelösten Sauerstoffes nach 5 Tagen erfolgt in Anlehnung an das Winkler-Verfahren. Die Inkubation der Probe und die Sauerstoffmessung (nach 5 Tagen) finden in der gleichen Rundküvette statt (REF 985825).

Bei der Bestimmung nach der DIN-Methode (DIN EN 25813-G21) erfolgt die BSB_5 -Bestimmung nach dem sogenannten Verdünnungsprinzip. Die Sauerstoffkonzentration wird sofort nach dem Probenansatz und nach fünftägiger Inkubation in Winkler-Flaschen gemessen (REF 985822).

Beide Reaktionsgrundlagen sind analog zu DIN EN 1899-1-H51 und DIN EN 25813-G21.

4.1.2.2 Probenkonservierung

- Probe unmittelbar nach Entnahme in randvoll gefüllter (luftblasenfrei!), dicht verschlossener Flasche bei einer Temperatur von 1–5 °C bis zur Testdurchführung dunkel aufbewahren.
- Test so bald wie möglich und spätestens nach 24 Stunden beginnen. Für längere Konservierungen Probe einfrieren.

Die Sauerstoffbestimmung des Kohlenstoffabbaus wird durch den Stickstoffabbau gestört. Vorbeugend werden Nitrifikationshemmer eingesetzt.



4.1.2.3 Tipps und Tricks

Hintergrundinformation

- Der Test misst die Sauerstoffabnahme. Ist die Sauerstoffzehrung des Verdünnungswassers zu groß, so kommt es zu fehlerhaften Messergebnissen. Bei Verwendung von Verdünnungswasser den Sauerstoffgehalt der Kontrolle an Tag Null messen (muss mindestens 8 mg/L O₂ enthalten) und an Tag 5 vor Beginn der Messungen. Ist die Differenz größer als 2 mg/L O₂ ist der Sauerstoffabbau des Verdünnungswassers zu groß. Eventuell die Belüftungszeit erhöhen oder auf störende Ionen untersuchen.
- Bei Verwendung von Impfwasser anstatt Verdünnungswasser gilt Gleiches wie in dem zuvor beschriebenen Punkt. Das Impfwasser darf nicht stark sauerstoffzehrend sein. Auch hier empfiehlt sich eine Sauerstoffmessung an Tag Null und an Tag 5 vor Beginn der Analytik. Ist die Sauerstoffzehrung zu groß, sollte der CSB-Gehalt des Impfwassers überprüft werden. Der CSB-Gehalt sollte nicht größer als 300 mg/L O₂ sein. Bei höheren Konzentrationen weniger Impfwasser zum Verdünnungswasser dosieren oder wenn möglich gänzlich drauf verzichten.

Meerwassertauglichkeit

- Meerwasseranalytik ist möglich.

pH-Wert

- Der pH-Wert muss zwischen 6 und 8 liegen. Verschiebungen des pH-Wertes führen zu falschen Ergebnissen. Bei zu stark saurem oder basischem pH-Wert diesen mit 0,1 N Natronlauge oder 0,1 N Salzsäure einstellen.

Störungen

- Anhäufungen besonderer mikrobieller Stoffwechselprodukte sowie für Mikroorganismen toxische Stoffe (z. B. Mykotoxine, freies Chlor, bestimmte Schwermetalle) können zu einer Herabsetzung des Substratumsatzes und somit zu einer Reduzierung des BSB₅ führen.
- Eisen(II)salze, Schwefeldioxid und Schwefelwasserstoff verbrauchen Sauerstoff und verfälschen ebenfalls das BSB₅-Messergebnis.
- Durch die Anwesenheit von Algen oder nitrifizierenden Mikroorganismen können erhöhte Ergebnisse auftreten.
- Bei Anwesenheit von freiem und / oder gebundenem Chlor dieses durch Zugabe einer geeigneten Menge an Natriumsulfit entfernen.

4.1.3 Chemischer Sauerstoffbedarf (CSB)

Der chemische Sauerstoffbedarf (CSB) stellt einen der wichtigsten Parameter für die Bewertung gewerblicher und kommunaler Abwässer dar. Als Summenparameter erfasst der CSB alle chemisch oxidierbaren Inhaltsstoffe des Wassers. Dieser umfasst demnach nicht nur biologisch abbaubare Substanzen (wie beim BSB₅), sondern auch chemische Verbindungen, die über eine biologische Oxidation nicht bestimmt werden können (z. B. Stickstoffverbindungen wie Nitrite). Außerdem hebt er sich vom BSB durch die schnellere Verfügbarkeit ab.

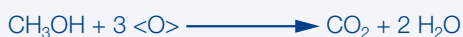
Der CSB gibt demnach die Belastung der Wasserprobe an und wird deshalb auch als Bewertungsparameter herangezogen, um Schadeinheiten bei Einleitungen im Rahmen des Abwasserabgabengesetzes festzustellen.

Definitionsgemäß (ISO 15705) ist der CSB die volumenbezogene Menge an Sauerstoff, die der Masse an Kaliumdichromat äquivalent ist, welche unter den gegebenen Verfahrensbedingungen zur Oxidation der in der Wasserprobe enthaltenen oxidierbaren Stoffe verbraucht wird. Als Hilfsreagenzien sind Quecksilber- und Silbersulfat sowie Schwefelsäure angegeben.

Der CSB ist keine mengenbezogene Größe, sondern stellt eine Wirkungskenngröße (einen Bedarf) dar, wie im folgenden Beispiel verdeutlicht werden soll:



Kaliumdichromat bildet im sauren Medium, also durch Reaktion mit Wasserstoff-Ionen, reaktive Sauerstoffverbindungen <O>.



Der BSB-Test misst die Sauerstoffabnahme.



Der CSB erfasst alle chemisch oxidierbaren Inhaltsstoffe der Probe.



K₂Cr₂O₇ = Kaliumdichromat

H⁺ = Wasserstoff-Ion

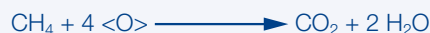
Cr³⁺ = Cr(III)-Ion

K⁺ = Kalium-Ion

<O> = Sauerstoffverbindungen

H₂O = Wasser

Diese Sauerstoffverbindungen sind in der Lage organische Verbindungen wie zum Beispiel Ethanol oder Methanol zu Kohlendioxid zu oxidieren.



Der Verbrauch an Oxidationsmittel ist nicht proportional zur Größe des Moleküls. Zum Beispiel verbraucht die Oxidation von Methanol weniger Oxidationsmittel als die des kleineren Methans, da weniger Sauerstoff bei der Umsetzung zu Kohlenstoffdioxid und Wasser verbraucht wird. Daraus ergibt sich für Methan ein größerer theoretischer CSB-Wert als für Methanol.

Aus dem Verbrauch von Kaliumdichromat kann auf den CSB-Gehalt geschlossen werden. Die Auswertung erfolgt photometrisch oder durch Titration.

Je nach Messbereich wird die Konzentrationsabnahme der gelben Kaliumdichromat-Konzentration oder die Zunahme der grünen Chrom(III)-Ionen-Konzentration bestimmt. Bei allen Testen mit einem niedrigen Messbereich, bis hin zu dem Test *NANOCOLOR*[®] CSB 300 (REF 985033), gilt Ersteres, ab dem Test *NANOCOLOR*[®] CSB 600 (REF 985030) wird die Zunahme des grünen Chrom(III) ermittelt.

Ein wichtiger Vorgang bei der CSB-Bestimmung ist der Aufschluss. Nach DIN 38409-H41 erfolgt der Aufschluss zwei Stunden bei 148 °C. Auch ein schnellerer Aufschluss bei 160 °C und in 30 Minuten ist möglich. Dieser Schnellaufschluss kann jedoch nicht bei allen Testen durchgeführt werden. Bitte beachten Sie die Testanleitung des jeweiligen Testes. Ein CSB-Aufschluss in der Mikrowelle analog den Aufschlüssen mit *NANOCOLOR*[®] *NanOx* N und *NANOCOLOR*[®] *NanOx* Metall ist aus Sicherheitsgründen nicht möglich.

Bei CSB-Testen mit einem niedrigen Messbereich wird die Konzentrationsabnahme der Kaliumdichromat-Konzentration bestimmt. Bei CSB-Testen mit einem höheren Messbereich hingegen die Zunahme der Cr(III)-Ionen-Konzentration.



4.1.3.1 Reaktionsgrundlage

Der chemische Sauerstoffbedarf eines Wassers wird durch die silberkatalysierte (Erhöhung der Oxidierbarkeit von aliphatischen Stoffen) Oxidation mit Kaliumdichromat / Schwefelsäure in 2 Stunden bei 148 °C ermittelt. Das Quecksilbersulfat bindet eventuell vorhandenes Chlorid als undissoziiertes Quecksilberchlorid und entzieht es somit der unerwünschten Oxidation zu elementarem Chlor. Silbersulfat dient als Katalysator der Erhöhung der Oxidierbarkeit aliphatischer Substanzen. Somit werden Minderbefunde vermieden.

Die Reaktionsgrundlage ist analog zu DIN 38409-H41, APHA 5220-D und EPA 410.4. Des Weiteren erfüllen sieben *NANOCOLOR*[®] CSB Teste die Anforderungen der Norm DIN ISO 15705:2002.

Die Hauptreaktion wird in folgender Gleichung mit Kaliumhydrogenphthalat (KHP), welche als Bezugssubstanz dient, dargestellt:



Da jedes Kaliumdichromat-Molekül $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ dieselbe Oxidationskraft wie 1.5 O_2 -Moleküle hat, ist die äquivalente Reaktion:



Zwei Moleküle KHP verbrauchen demnach 15 Sauerstoffmoleküle. Somit beträgt der theoretische CSB für ein Milligramm KHP 1,175 Milligramm Sauerstoff O_2 .

Vorteile des *NANOCOLOR*[®] Analysensystems gegenüber der DIN 38409-H41

- Geringere Menge an giftigem Quecksilber
- Allgemein geringere Menge an giftigen und schädlichen Reagenzien
- Alle Reagenzien sind in den Rundküvetten vordosiert
- Deutlich vermindertes Unfallrisiko für den Anwender
- Reproduzierbare Ergebnisse durch photometrische Auswertung

Sieben *NANOCOLOR*[®] CSB Teste erfüllen die Anforderungen der Norm DIN ISO 15705:2002.



$\text{KC}_8\text{H}_5\text{O}_4$ = Kaliumhydrogenphthalat
 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ = Kaliumdichromat
 H_2SO_4 = Schwefelsäure
 $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ = Cr(III)-Sulfat
 K_2SO_4 = Kaliumsulfat



4.1.3.2 Probenkonservierung

- Die entnommene Probe sollte für den CSB des zu untersuchenden Wassers möglichst repräsentativ sein und somit gründlich vermischt oder in einem Mixer homogenisiert werden.
- CSB-Bestimmungen sollen so bald wie möglich nach der Probenahme durchgeführt werden. Ist dies nicht möglich, werden auf 1 L Probe 2 mL konz. Schwefelsäure H_2SO_4 gegeben. Der pH-Wert soll hierbei auf 2 oder weniger verringert werden:
 - Lagerung der angesäuerten Probe bei Raumtemperatur: Analyse innerhalb von 7 Tagen.
 - Lagerung der angesäuerten Probe bei 4 °C: Analyse innerhalb von 28 Tagen.

4.1.3.3 Tipps und Tricks

Aufschluss

- Der Schnellaufschluss ist nicht bei allen CSB-Testen möglich. Je nach Zusammensetzung ist der Wassergehalt höher, so dass ein höherer Dampfdruck während des Aufschlusses entsteht und das Risiko des Platzens einer Küvette erhöht ist. Weitere Informationen zu den Aufschlüssen finden Sie in der jeweiligen Testanleitung

Der Schnellaufschluss ist nicht bei allen CSB-Testen möglich.



Hintergrundinformation

- Als Bezugsstoff dient KHP (Kaliumhydrogenphthalat).
- *NANOCOLOR*[®] CSB Rundküvetten sind in Bezug auf Verwendung von giftigen chemischen Verbindungen und anwenderfreundlichem Handling im Vorteil gegenüber der DIN 38409-H41. Des Weiteren erfüllen sieben *NANOCOLOR*[®] CSB Tests die Anforderungen der Norm DIN ISO 15705:2002.

Filtration

- Bei Summenparametern wird die Probe vor dem Aufschluss nicht filtriert! Durch Filtration werden schwerlösliche und schwer oxidierbare Verbindungen bei der Bestimmung nicht mit erfasst, was zu fehlerhaften Messergebnissen führt.
- Für die Bestimmung von gelöstem CSB wird eine Filtration von trüben Proben mit dem Membranfiltrationssatz 0,45 µm (REF 91650/91652) oder dem Glasfaserpapier MN 85/90 BF empfohlen. Diese Filter sind speziell für diesen Anwendungszweck getestet und validiert.

Bei Summenparametern wird die Probe vor dem Aufschluss nicht filtriert.



Meerwassertauglichkeit

- Meerwasseranalytik ist grundsätzlich wegen der Chloridstörung nicht möglich.

Störungen

- Bei hohen Chlorid-Konzentrationen muss die Probe verdünnt oder das Chlorid-Maskierungsmittel eingesetzt werden. Geringe Chloridgehalte werden durch in der Rundküvette vorhandenes Quecksilber(II)-sulfat maskiert. Die Menge an maskierbarem Chlorid ist in den jeweiligen Testanleitungen angegeben.

Trübung

- Bei CSB-Rundküvetten mit negativer Messrichtung (bis einschließlich CSB 300) führt Trübung zu Minderbefunden.
- Bei CSB-Rundküvetten mit positiver Messrichtung (ab einschließlich CSB 600) führt Trübung zu Mehrbefunden.

Verdünnung

- Bei Verdünnungen sollte stets spezielles CSB-freies Wasser verwendet werden.

4.1.4 Nitrat (NO_3^-)

Nitrat-Ionen kommen in Grund- und Oberflächenwässern sowie kommunalen und industriellen Abwässern in unterschiedlichen Konzentrationen (meist bis zu ~ 20 mg/L) vor. In Wasserproben liegen sie fast ausschließlich in gelöster Form vor. Nitrat-Gehalte von 15–50 mg/L deuten auf eine anthropogene Beeinflussung hin. In kommunale Abwässer gelangen sie unter anderem als Endprodukte der Nitrifikation (siehe auch 4.1.5 Nitrifikation, Seite 44 oder 4.1.1 Ammonium (NH_4^+), Seite 35).

Die Nitrifikation ist die bakterielle Oxidation von Ammonium und anderen stickstoffhaltigen organischen Verbindungen, die in großen Mengen als menschliche und tierische Ausscheidungsprodukte anfallen bzw. bei Verwesungsprozessen organischer Substanzen entstehen. In Oberflächen- und Grundwässern gelangen Nitrate auch aus den wasserlöslichen Bestandteilen von Kunstdüngern.

Nitrat ist ein Verschmutzungs-Indikator und einer der wichtigsten chemischen Parameter zur Prüfung der Trinkwasserqualität.



Nitrat ist somit wie die anderen Stickstoff-Parameter Ammonium und Nitrit ein Maß für die Verschmutzung eines Gewässers. Für die Beurteilung der Selbstreinigungskraft eines Gewässers ist es wichtig, ob ein erhöhter Nitratgehalt mit ebenfalls erhöhten Ammonium- und Nitrit-Konzentrationen verbunden ist.

Ist dieses nicht der Fall, so reicht die Selbstreinigungskraft zur Mineralisierung organischer Stoffe aus. Die Nitratkonzentration ist einer der wichtigsten chemischen Parameter zur Prüfung der Trinkwasserqualität. Der EG-Richtwert liegt bei 25 mg/L.

Zur genauen Beurteilung eines Trinkwassers sind genaue Kenntnisse über die Nitrit- und Ammoniumkonzentration sowie über deren Zusammenhänge unabdingbar. Wenn z. B. in einem mit Stickstoffverbindungen belasteten (Grund-)Wasser hohe Ammonium- und niedrige Nitratwerte vorliegen, dann liegen sogenannte reduzierende Verhältnisse vor. Diese Nitratreduktion wird unter anderem durch Bakterien und Pilze (Streptomyceten) bewirkt. Im sauerstoffarmen Milieu ($O_2 < 5 \text{ mg/L}$) wird Nitrat NO_3^- zunächst zu Nitrit NO_2^- reduziert, dieses wird dann z. B. weiter zu elementarem Stickstoff-Gas (N_2) abgebaut. Andere Bakterien hingegen reduzieren Nitrit (NO_2^-) zu Ammonium (NH_4^+). Im unbeeinflussten, sauerstoffreichen Grundwasser liegen umgekehrte Verhältnisse vor. Hier findet eine Oxidation von Ammonium NH_4^+ und Nitrit NO_2^- durch Stickstoffbakterien (Nitrosomonas, Nitrococcus, Nitrobacter) zu Nitrat NO_3^- statt.

Lassen sich hohe Nitrat-Konzentrationen nicht geologisch auf Salpeterlagerstätten (vor allem bei Anwesenheit im Grundwasser) zurückführen, so liegt immer eine Verschmutzung vor.

Nitrat und Nitrit werden vielfach bei der Herstellung von Fleischerzeugnissen als Zusatzstoff verwendet („Pökeln“). Zum einen wird eine Verlängerung der Haltbarmachung durch die Hemmung verderbniserregender Mikroorganismen erreicht. Zum anderen wird die hitze- und lagerbeständige rote Pökelfärbung (Erzeugung des typischen Pökelaromas) gebildet, wobei der Muskelfarbstoff Myoglobin durch Anlagerung von Stickstoffmonoxid NO in Stickoxid-Myoglobin umgewandelt wird.

Belastungen des Grundwassers durch Nitrat sind eine ernstzunehmende Beeinträchtigung der Umweltqualität. Erhöhte Nitratgehalte haben negative Auswirkungen auf die Ökologie der Gewässer, können aber auch zu einer Beeinträchtigung der Trinkwasserqualität und damit zu gesundheitlichen Beeinträchtigungen führen. Erhöhte Nitratgehalte können der menschlichen Gesundheit schaden. Nitrat kann im Organismus unter anderem zu Nitrit umgewandelt werden, das den roten Blutfarbstoff (Hämoglobin) bei der Übertragung von Sauerstoff hemmt.

Nitrat ist primär nahezu nicht toxisch (Magenentzündungen treten meist erst bei Gehalten $> 500 \text{ mg/L } NO_3^-$ auf). Die Gefahren durch Nitrate entstehen dadurch, dass sie im Körper durch Bakterien teilweise zu Nitriten umgewandelt werden (siehe 4.1.6 Nitrit (NO_2^-), Seite 47). Tertiäre Umwandlungsprodukte des Nitrates (im menschlichen Körper aus Nitrit und Aminen) treten als N-Nitroso-Verbindungen auf, die wiederum als cancerogen einzustufen sind. Nitrat blockiert dosisabhängig die für das Iodid benötigten Transportmechanismen des menschlichen Organismus.

Die Einheit ist NO_3^- , oftmals genutzt wird auch $NO_3\text{-N}$. Der Unterschied besteht darin, dass bei $NO_3\text{-N}$ lediglich der Stickstoffanteil berechnet wird und der Anteil an Sauerstoff-Ionen unberücksichtigt bleibt. Der Umrechnungsfaktor liegt bei 4,43, welcher sich aus dem großen Massenunterschied ergibt (siehe Kapitel 5.1.6 Einheit, Seite 94).

mg/L NO_3^-	mg/L $NO_3\text{-N}$
1	0,2
5	1,1
10	2,3
20	4,5
50	11
90	20

Tabelle 5: Umrechnungstabelle mg/L NO_3^- , mg/L $NO_3\text{-N}$

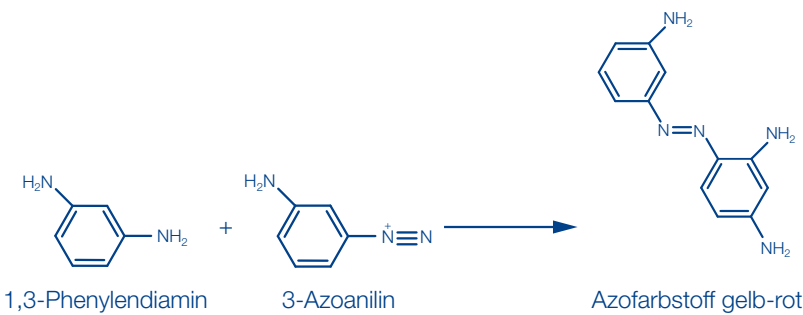
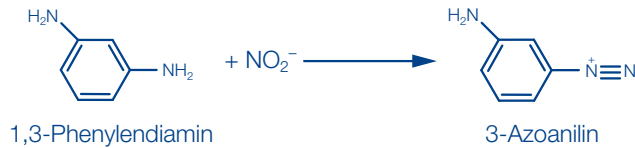
Im Hinblick auf die menschliche Ernährung sind insbesondere einige stark nitrathaltige Gemüsesorten wie Spinat, Sojabohnen, Mangold, Rote Beete oder Radieschen zu nennen.



4.1.4.1 Reaktionsgrundlage

Je nach Produktbereich (*VISOCOLOR*[®] oder *NANOCOLOR*[®]) und Testkit liegt eine von zwei verschiedenen Reaktionen zu Grunde:

(a) Reduktionsmethode: Bei vielen Nachweismethoden wird das Nitrat im ersten Schritt zu Nitrit reduziert. Im zweiten Schritt wird dann mit dem gebildeten Nitrit ein aromatisches Amin diazotiert und anschließend zu einem gelb-roten Azofarbstoff gekuppelt (*VISOCOLOR*[®]). Bei dem Rechteckküvettest erfolgt die Reaktion nach Reduktion zu Nitrit mit Sulfanilsäure und 1-Naphtylamin zu einem roten Azofarbstoff.



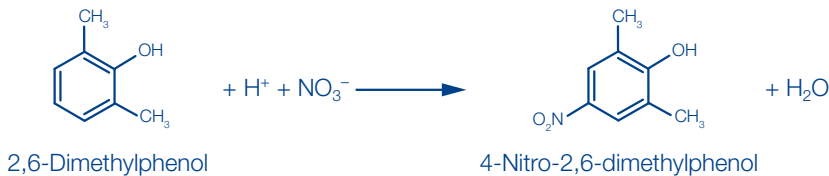
NO_3^- = Nitrat-Ion

Zn = Zink

NO_2^- = Nitrit-Ion



(b) DIN-Methode: Eine zweite genutzte Nachweismöglichkeit ist analog zu DIN 38405-D9-2 und ISO 7890-1, die photometrische Bestimmung als 4-Nitro-2,6-dimethylphenol. Die Umsetzung erfolgt mit 2,6-Dimethylphenol in einer Schwefelsäure-Phosphorsäure-Mischung. Entsprechend dem Nitratgehalt der Probe erfolgt eine direkte Nitrierung des Dimethylphenols unter Bildung von 4-Nitro-2,6-dimethylphenol.



4.1.4.2 Probenkonservierung

· Durch Zugabe von Schwefelsäure auf einen pH-Wert von 1–2 ist die Probe bis max. 7 Tage haltbar (Aufbewahrungsgefäß: PE-Flasche). Am besten erfolgt die Lagerung und der Transport bei 4 °C im Dunkeln.

4.1.4.3 Tipps und Tricks

Häufige Fehlerquellen

· Bei nicht ausreichendem Lösen von Reagenzien besteht die Gefahr des Minderbefundes.

Hintergrundinformationen

· Bei Rechteckküvettesten muss der Füllstand der Rechteckküvette auf Grund des Strahlengangs mindestens halbvoll sein für die Spektralphotometer.

Meerwassertauglichkeit

- Die *VISOCOLOR*[®] Nitrat Teste sind für die Meerwasseranalytik geeignet. Nähere Informationen sind der jeweiligen Testanleitung zu entnehmen. *NANOCOLOR*[®] Nitrat Teste sind nur bedingt für die Meerwasseranalytik geeignet, da Chlorid stört. Chlorid kann entweder durch Verdünnung oder Chlorid-Eliminierungskartuschen entfernt werden.

pH-Wert

- Die in den Testanleitungen angegebenen pH-Werte der Probelösungen müssen eingehalten werden. Gegebenenfalls den pH-Wert mit Schwefelsäure oder Natronlauge einstellen.

Reaktionstemperatur

- Die Temperatur der Probe soll im Bereich von 18–30 °C liegen. Vor allem bei tieferen Temperaturen läuft die Reaktion erheblich langsamer ab und kann daher zu Minderbefunden führen.

Störungen

- Oxidierende Stoffe können, je nach Konzentration, zu Minderbefunden oder gar zur vollständigen Verhinderung der Reaktion führen.
- Chlor über 10 mg/L stört.
- Nitrit stört ab 1 mg/L (identische Reaktionsgrundlage). Nitrit muss vorher bestimmt und vor der Messung zerstört werden. Die Beseitigung von Nitrit erfolgt durch Zugabe von Amidoschwefelsäure (REF 918973) [1 Messlöffel zu 10 mL Probelösung, 10 min mit der Nitratbestimmung warten, der pH-Wert dieser Lösung soll im Bereich 2–3 liegen, wenn nicht mit Schwefelsäure einstellen].
- Organische Kolloide, Huminsäuren, gefärbte Schwermetall-Ionen sowie oxidierende und reduzierende Substanzen stören.
- Nitratanalytik wird im Allgemeinen durch Peroxide gestört, die eine rostbraune Färbung hervorrufen können.
- Der Reckteckküvettest Nitrat Z weist einen sehr empfindlichen Messbereich auf und basiert auf der Reduktionsmethode. Wenn andere reduzierbare Stoffe vorhanden sind, kann der Test nicht angewendet werden.
- Weitere störende Ionen sind in den Testanleitungen aufgeführt.

Trübung

- Bei Trübung filtrieren, Trübungen führen zu falschen Messergebnissen: Bei grobdispersen Trübungen mit qualitativem Filtrierpapier (z. B. MN 615), bei mitteldispersen Trübungen mit Glasfaserpapieren (z. B. MN 85/70 BF) oder Membranfiltrationssatz GF/PET 0,45 µm, bei feindispersen Trübungen mit Membranfiltrationssatz 0,45 µm oder GF/PET 0,45 µm filtrieren.

4.1.5 Nitrifikation

Aus stickstoffhaltigen organischen Substanzen wird Stickstoff im Zuge aerober und anaerober Zersetzungsprozesse zunächst in Form von Ammonium freigesetzt. Die zweistufige mikrobielle, oxidative Umsetzung von Ammonium über Nitrit zu Nitrat nennt man Nitrifikation. Diese wird sowohl im Boden als auch im Wasser durch nitrifizierende Bakterien bewirkt, eine Tatsache, die man sich im Bereich der Abwasserbehandlung in Kläranlagen zunutze macht.

Die Nitrifikation stellt einen wichtigen Teilprozess der Abwasserreinigung dar. Sie ist notwendig, um die Konzentration an Ammonium-Ionen im Ablauf der Kläranlagen so gering wie möglich zu halten. Ein verstärkter Eintrag von Ammonium im Vorfluter einer Kläranlage kann infolge dort einsetzender Nitrifikation zu erheblicher Belastung des Sauerstoffhaushaltes des Gewässers führen.

Darüber hinaus wirken Ammoniak, dessen Grad der Freisetzung aus Ammonium von dem pH-Wert und der Temperatur des Gewässers abhängig ist, und Nitrit toxisch auf Fische, Fischbrut und andere Wasserorganismen. Ammonium stellt für viele Gewässer auch im Hinblick auf die Eutrophierung ein großes Problem dar. Nicht zuletzt ist die Nitrifikation auch die notwendige Vorstufe zur Denitrifikation im Zuge der vollständigen Stickstoffeliminierung.

Nitrifikanten oder nitrifizierende Bakterien gehören zu den gramnegativen, aeroben Bakterien. Es wird zwischen der Gruppe der Ammoniakoxidanten und der Gruppe der Nitritoxidanten unterschieden.

Die Nitrifikation wird durch nitrifizierende Bakterien bewirkt.



Die Ammoniakoxidanten oxidieren im ersten Teilschritt des Nitrifikationsprozesses Ammonium in Gegenwart von Sauerstoff zu Nitrit.



Anschließend erfolgt durch die Nitritoxidanten im zweiten Schritt in Gegenwart von Sauerstoff die Umsetzung des Nitrits zum Nitrat.



Indikator für eine gut ablaufende Nitrifikation ist ein niedriger Nitritgehalt.

Nitrifizierende Bakterien reagieren auf bestimmte Umwelteinflüsse sehr empfindlich. Da sie außerdem eine weitaus geringere Wachstumsgeschwindigkeit und geringere Artendiversität als heterotrophe Bakterien aufweisen, wirken sich Schädigungen der nitrifizierenden Teilbiozönose besonders nachhaltig aus.

Seit langem sind eine ganze Reihe von Stoffen bekannt, die selektiv hemmend auf die Nitrifikation wirken, ohne die Stoffwechselaktivität der heterotrophen Bakterien signifikant zu beeinträchtigen. Nitrifikanten zeigen zum Beispiel eine ausgeprägte Sensitivität gegenüber Verbindungen wie *N*-Allylthioharnstoff (wird z. B. bei der BSB₅-Bestimmung zur Nitrifikationshemmung eingesetzt), Thioharnstoff oder auch 2-Chlor-6-(trichlor-methyl)pyridin (*N*-Serve), die bereits in sehr geringen Konzentrationen (Mikromolarbereich) die Nitrifikation hemmen. Diese und eine Reihe anderer nitrifikationshemmender Stoffe aus den verschiedensten Quellen gelangen über das Abwasser in die Kläranlagen und können so zu einer signifikanten, z. T. irreversiblen Schädigung der überaus empfindlichen und nur einen geringen Anteil an der Schlammrockensubstanz ausmachenden, nitrifizierenden Bakterienflora des Belebtschlamm führen. Dies stellt die betroffenen Betriebe vor erhebliche Probleme und verursacht enorm hohe, zusätzliche Kosten.

Die Bedeutung dieser Problematik drückt sich auch dadurch aus, dass in Deutschland seit April 1995 eine DIN-Norm zur Ermittlung der nitrifikationshemmenden Wirkung von Wässern und Chemikalien existiert (DIN EN ISO 9509-L38) 2006–10: „Verfahren zur Bestimmung der Nitrifikationshemmung von Mikroorganismen im Belebtschlamm durch Stoffe und Abwasser.“).

Als Biomasse wird nitrifizierender Belebtschlamm, nicht definierter Mikroorganismenzusammensetzung aus Kläranlagen mit überwiegend kommunalem Abwasser eingesetzt. Die Testdauer beträgt vier Stunden. Messgrößen und Bewertungsgrundlagen sind die Konzentrationen der Stickstoffparameter Ammonium-N, Nitrit-N und Nitrat-N in mg/L im Probenansatz im Vergleich zu einem parallel angesetzten, ungehemmten Kontrollansatz. Belüften und Schütteln der Testansätze ist während der Inkubation unerlässliche Voraussetzung.

Wesentlicher Nachteil des DIN-Verfahrens ist die ungenügende Reproduzierbarkeit und damit auch Standardisierbarkeit der Ergebnisse aufgrund der Verwendung eines von der Art- und Mengenzusammensetzung an nitrifizierenden Bakterien völlig undefinierten Belebtschlamm als Biomasse. Weiterhin sehr negativ wirkt sich der hohe Zeit- und Arbeitsaufwand zunächst bei der Aufbereitung und Bereitstellung der als Biomasse einzusetzenden Belebtschlammprobe als auch die eigentliche Inkubationszeit der Testansätze von 4 Stunden aus. Ebenfalls arbeits- und zeitintensiv ist die abschließende Bestimmung der Konzentrationen der Stickstoffparameter Ammonium-N, Nitrit-N und Nitrat-N in den einzelnen Testansätzen durch zum Beispiel photometrische Verfahren. Für die Durchführung eines DIN-Testes muss daher insgesamt mit einem Zeitaufwand von mindestens einem Arbeitstag gerechnet werden.

Neben dem Vorgang der Nitrifikation gibt es auch den umgekehrten Weg, die Denitrifikation. Während der Denitrifikation wird Nitrat durch *C*-heterotrophe Bakterien (Denitrifikanten), über Nitrit als Zwischenstufe, zu elementarem gasförmigem Stickstoff N₂ reduziert. Bedingung hierfür ist ein sauerstoffarmes Milieu.



NH₃ = Ammoniak
O₂ = Sauerstoff
NO₂⁻ = Nitrit-Ion
NO₃⁻ = Nitrat-Ion
H₂O = Wasser



Indikator für eine gut ablaufende Nitrifikation ist ein niedriger Nitritgehalt.



Seit 1995 gibt es die DIN EN ISO 9509-L38 zur Ermittlung der nitrifikationshemmenden Wirkung von Wässern und Chemikalien.

4.1.5.1 Reaktionsgrundlage

Die Nitrifikationshemmteste BioFix® A-Tox und BioFix® N-Tox basieren auf einer amperometrischen Messung des Sauerstoffverbrauchs.

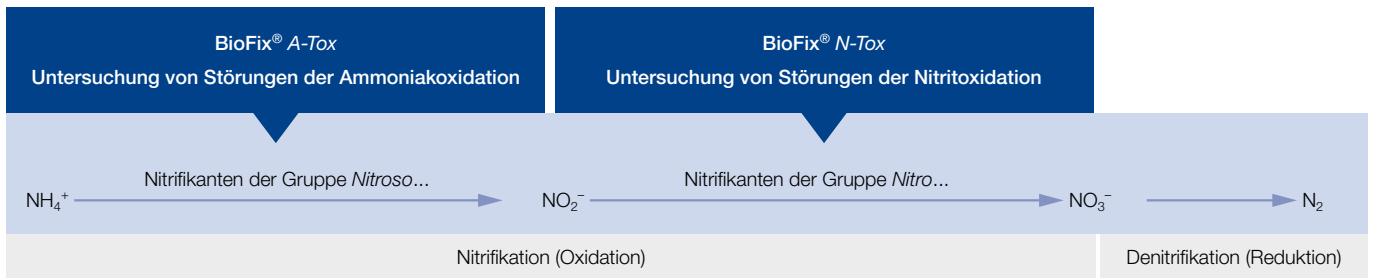


Abbildung 23: Einsatz der BioFix® Nitrifikationshemmteste

Als Biomasse werden für Kläranlagen typische nitrifizierende Mikroorganismenstämme vorzugsweise der Gattungen Nitrosomonas und Nitrobacter verwendet. Die Bakterienstämme werden hierbei in definierter Zusammensetzung, sowohl hinsichtlich des genauen Bakterienstammes als auch hinsichtlich ihrer Konzentration, getrennt als Reinkulturen oder auch zusammen als Mischkulturen als Inokulum im Testansatz eingesetzt. Die Messung der Stoffwechselaktivität der Testorganismen erfolgt unter Verwendung einer handelsüblichen Sauerstoffelektrode. Die Angabe des Ergebnisses erfolgt in % Hemmung des Sauerstoffverbrauches in der Probelösung im Vergleich zu einer ungehemmten Kontrolle.

Mit Hilfe der BioFix® Nitrifikationshemmteste sind folgende Untersuchungen möglich:

- 1) Gezielte Untersuchung mit Hilfe des Testes BioFix® A-Tox, ob die erste Stufe der Nitrifikation, die Ammoniakoxidation, durch Probeninhaltsstoffe gehemmt wird.
- 2) Gezielte Untersuchung mit Hilfe des Testes BioFix® N-Tox, ob die zweite Stufe der Nitrifikation, die Nitritoxidation, durch Probeninhaltsstoffe gehemmt wird.
- 3) Undifferenzierte Screeningmessung A-/N-Tox unter Verwendung beider BioFix® Teste (A-Tox und N-Tox) zur Untersuchung, ob die Nitrifikation generell durch Probeninhaltsstoffe gehemmt wird.

Wesentliche Vorteile der BioFix® Nitrifikationshemmteste gegenüber dem DIN-Test

- Höhere Empfindlichkeit
- Schnelligkeit und Zeitersparnis (Testdauer 10 min <--> DIN-Test vier Stunden)
- Erheblich geringerer Arbeitsaufwand und einfache Durchführung (Ergebnisse nach 30–60 min <--> DIN-Test 1 – 1½ Tage)
- Sehr gute Reproduzierbarkeit der Ergebnisse da Einsatz definierter Bakterienstämme in definierten Konzentrationen
- Gebrauchsfertige, sofort einsatzbereite Reagenzien
- Möglichkeit zur differenzierten Untersuchung, welche Stufe der Nitrifikation gehemmt wird (Ammoniak- und/oder Nitritoxidation)
- Konservierte Nitrifikanten zum Einsatz nach DIN EN ISO 9509-L38

4.1.5.2 Tipps und Tricks

Testdurchführung

- Ein gleichmäßiges Rühren (immer auf eine identische Rührgeschwindigkeit achten) ist entscheidend für korrekte und reproduzierbare Ergebnisse. Schütteln ist nicht ausreichend und vor allem nicht gleichmäßig genug um die Probe ausreichend mit O_2 anzureichern.
- Der Start-Sauerstoffwert bei Kontroll- und Probenansatz muss nahezu identisch sein, die Abweichung darf maximal bei 0,1 – 0,4 mg/L O_2 liegen.
- Entscheidend ist ein stabiler Sauerstoffwert vor der Zugabe von Reagenz R3, gegebenenfalls an dieser Stelle warten, bis sich ein stabiler Wert eingestellt hat.

- Die Sauerstoffkonzentration in der Kontrolle darf maximal bis 1 mg/L O₂ abnehmen. Bei stärkerer Abnahme kann bei der Auswertung nicht mehr vernünftig gerechnet werden, so dass plausible Ergebnisse erzielt werden. Eventuell muss dann früher abgebrochen werden (anstatt den angegebenen 10 min). Entscheidend ist aber, dass die gleiche Reaktionszeit auch bei der Sauerstoffmessung der Probe genommen wird.

Kompatible Sauerstoffsonden

Prinzipiell können alle Sauerstoffelektroden verwendet werden, die in den Adapter aus dem Starterset passen. Dieser hat einen inneren Durchmesser von 16 mm. Die Elektrode muss also einen äußeren Durchmesser von 15–16 mm aufweisen.

Alternativ können auch dünnere Sonden mit einem Außendurchmesser von 12 mm verwendet werden. Zusätzlich wird dann ein Spezialadapter (REF 970116) benötigt. Bei weiteren Fragen zur Durchführung und kompatiblen Sauerstoffsonden, wenden Sie sich einfach an MACHEREY-NAGEL direkt oder den zuständigen Außendienstmitarbeiter.

4.1.6 Nitrit (NO₂⁻)

Nitrit-Ionen kommen in geringer Konzentration in Oberflächenwasser sowie selten in Grundwasser vor. In Wasser liegen Nitrit-Ionen fast ausschließlich in gelöster Form vor. Im Abwasser ist Nitrit hingegen häufig auch in größeren Konzentrationen enthalten. Höhere Nitritkonzentrationen in Abwässern deuten entweder auf industrielle Abwässer (Metallbeizmittel, chemische Industrie) oder auf fäkale Verunreinigungen (Nitrifikationsabbauprodukt: Nitrit entsteht bei der bakteriellen Oxidation von Ammonium und bei der Reduktion von Nitrat) (siehe auch 4.1.5 Nitrifikation, Seite 44) hin.

Eine Entstehungsquelle für Nitrit aus Nitrat bilden auch verzinkte Eisenrohre von Haushaltsinstallationen. Konzentrationen bis 1 mg/L werden noch als ungefährlich eingestuft. Ein Hauptanwendungsgebiet ist die Verwendung bei der Herstellung von Farbstoffen.

Beim Erwachsenen erfolgt die Reduktion von Nitrat zu Nitrit im Dünndarm, beim Säugling hingegen findet dieser Prozess bereits im Magen statt. Nitrite sind für den Menschen toxisch. Nitrit blockiert den Blutfarbstoff Hämoglobin, der für den Sauerstofftransport notwendig ist. Vor allem bei Kleinkindern können lebensbedrohende Zustände mit akuter Erstickungsgefahr (Säuglingsblausucht = Methämoglobinämie) auftreten. Außerdem sind Nitrite auch an der Bildung von kanzerogenen Nitrosaminen beteiligt.

Nach der Trinkwasserverordnung (TrinkwV) gelten als Grenzwerte am Wasserwerksausgang 0,1 mg/L und am Zapfhahn 0,5 mg/L.

Trotz ihrer Giftigkeit finden Nitrite zahlreiche Anwendungen. So werden Sie beispielsweise als Lebensmittelzusatz, unter anderem im Nitritpökelsalz bei der Wurstproduktion, eingesetzt. Allgemein ist ein steigender Nitritgehalt immer ein Anzeichen von bakterieller Verkeimung. Durch Nitritmessungen können diese frühzeitig erkannt werden, was auch bei Kühlschmierstoffen ein wichtiger Parameter ist. Nitrite reagieren mit Kühlschmierstoffen zu den krebserregenden Nitrosaminen, die als Aerosole in den menschlichen Körper gelangen können.

Häufig wird als Einheit nicht NO₂⁻, sondern NO₂-N verwendet, was lediglich den Stickstoff-Anteil des Nitrit-Ions, ohne die Sauerstoffatome, angibt. Der Umrechnungsfaktor von NO₂-N zu NO₂⁻ beträgt 3,28, welcher sich aus den Massen ergibt (siehe Kapitel 5.1.6 Einheit, Seite 94).

mg/L NO ₂ ⁻	mg/L NO ₂ -N
0,02	0,006
0,05	0,015
0,1	0,03
0,2	0,06
0,5	0,15

Tabelle 6: Umrechnungstabelle mg/L NO₂⁻, mg/L NO₂-N



Nitrite sind toxisch, da sie den Blutfarbstoff Hämoglobin und damit den Sauerstofftransport blockieren.

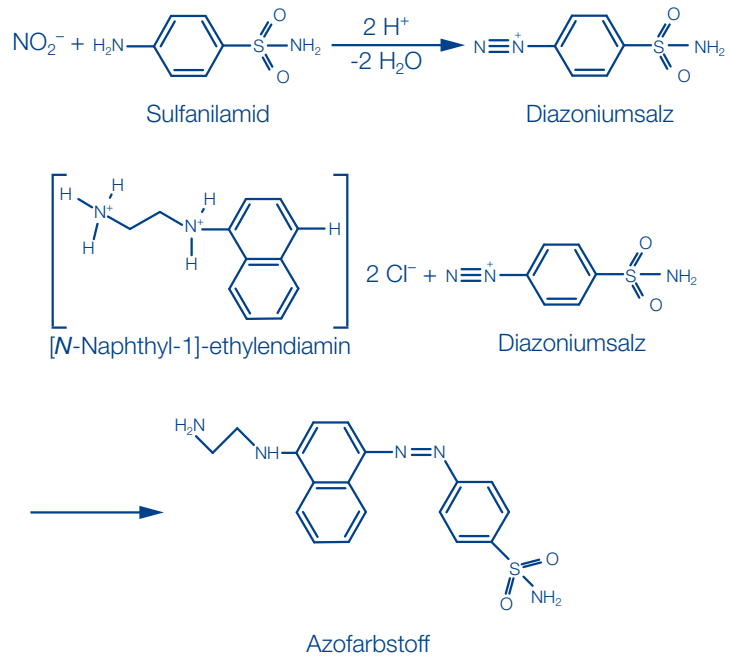


Nitrite sind ein starkes Fischgift, wobei hier eine pH-Wert Abhängigkeit vorliegt.

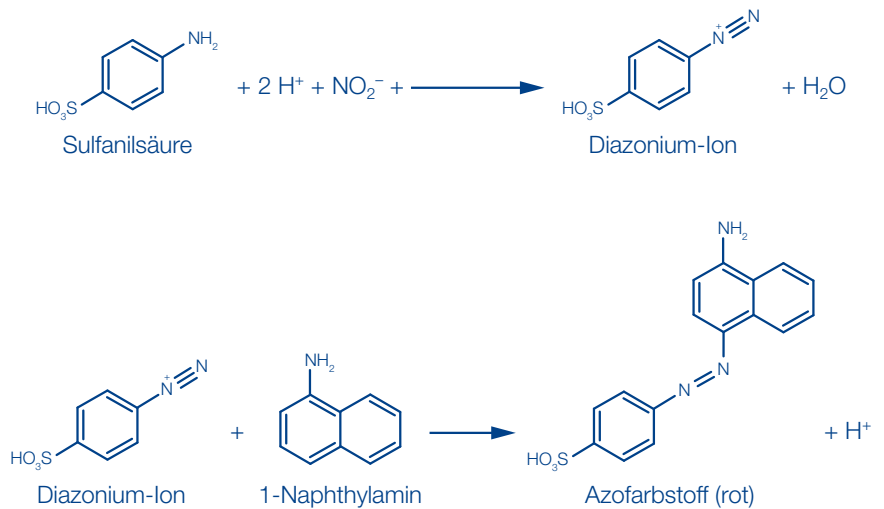
4.1.6.1 Reaktionsgrundlage

Je nach Produktbereich (VISOCOLOR® oder NANOCOLOR®) und Testkit liegt eine von zwei verschiedenen Reaktionen zu Grunde:

(a) DIN EN-Methode analog zu DIN EN 26777-D10: Nitrit reagiert mit Sulfanilamid und *N*-(1-Naphthyl)-ethylendiamin zu einem rotvioletten Azofarbstoff. Die Reaktionsgrundlage ist ebenfalls analog zu ISO 6777, APHA 4500-NH₂ sowie EPA 354.1.



(b) Sulfanilsäure-Methode (Reaktion nach Griess-Ilosvay): Sulfanilsäure wird in saurer Lösung von Nitrit diazotiert. Das so gebildete Diazoniumsalz wird mit 1-Naphthylamin zu einem roten Azofarbstoff gekuppelt.



4.1.6.2 Probenkonservierung

· Die Probe ist max. 1 Tag haltbar (Aufbewahrungsgefäß: PE-Flasche) und sollte zügig vermessen werden. Am besten erfolgt die Lagerung und der Transport bei 4 °C im Dunkeln.

4.1.6.3 Tipps und Tricks

Hintergrundinformationen

- Für die Beseitigung von Emulsionen, Trübungen und Färbungen vor der Bestimmung, z. B. für Nitrit in Kühlschmierstoffen, Deponiesickerwässern etc., können die Reagenzien zur Klärungsfällung (REF 918937) eingesetzt werden.
- Bei Nitritmessungen in stark belasteten Proben (z. B. im Zulauf) sollte zusätzlich ein Blindwert angesetzt werden.

Meerwassertauglichkeit

- Alle VISOCOLOR® und NANOCOLOR® Nitrit Teste sind für die Meerwasseranalytik geeignet.

pH-Wert

- Die in den Testanleitungen angegebenen pH-Werte der Probelösung müssen eingehalten werden. Gegebenenfalls den pH-Wert mit Salzsäure oder Natronlauge einstellen.

Störungen

- Organische Kolloide, Chlor, Huminsäuren und gefärbte Schwermetall-Ionen stören.
- Weitere störende Ionen sind in den Testanleitungen aufgeführt.

Trübung

- Bei Trübung filtrieren, Trübungen führen zu falschen Messergebnissen: Bei grobdispersen Trübungen mit qualitativem Filterpapier (z. B. MN 615), bei mitteldispersen Trübungen mit Glasfaserpapieren (z. B. MN 85/70 BF) oder Membranfiltrationssatz GF/PET 0,45 µm, bei feindispersen Trübungen mit Membranfiltrationssatz 0,45 µm oder GF/PET 0,45 µm filtrieren.

4.1.7 Phosphat (PO₄³⁻)

Anorganische und organische Phosphorverbindungen kommen heute in fast allen kommunalen und industriellen Abwässern vor. Sie liegen vorwiegend in Form von Ortho- bzw. Poly- oder Organo-Phosphaten vor. Allen gemein ist die Grundstruktur des Phosphates PO₄³⁻.

In Kondensationsreaktionen unter Erwärmung reagiert ortho-Phosphat zu seinen polymeren Säuren und Salzen:



Phosphate gehören neben Stickstoff- und Kaliumverbindungen zu den wichtigsten Düngemitteln für ausreichendes Pflanzenwachstum. Zudem werden Phosphate als Waschmittelzusätze zur Wasserenthärtung und in Lebensmitteln als Konservierungsstoffe zugesetzt, da sie das Wachstum von Pilzen und Bakterien hemmen. Allerdings ist der Einsatz als Enthärter rückläufig, da zu hohe Phosphatgehalte in Gewässern zu deren Überdüngung und letztlich zum „Umkippen“ führen.

Auch sind die natürlichen Vorkommen an Phosphaten beschränkt. Verstärkt werden deshalb zukunftsorientiert Anstrengungen zur P-Rückgewinnung aus Klärschlamm in Kläranlagen mit vorrangig biologischer Phosphoreliminierung unternommen, da Phosphor nicht unbegrenzt in natürlicher Form zur Verfügung steht.

Der Phosphatgehalt von Oberflächenwasser bestimmt dessen Trophiegrad. Sehr hohe Phosphatgehalte führen zu einer Eutrophierung (Überdüngung: verstärktes Algen- und Wasserpflanzenwachstum) von Flüssen und Seen und können letztlich zum Aussterben von Pflanzen und Fischen führen. Reine Wässer, wie z. B. Gebirgswässer, weisen Phosphatgehalte < 0,1 mg/L PO₄³⁻, meist sogar weniger als 0,03 mg/L PO₄³⁻, auf. Bei Konzentrationen > 0,1 mg/L PO₄³⁻ liegt nur dann eine Verschmutzung vor, wenn auch andere Verschmutzungsparameter positiv sind. Phosphatwerte über 0,3 mg/L PO₄³⁻ sind ein Indiz für Verschmutzungen (Sonderfälle bilden Moorwässer mit Gehalten bis zu 1 mg/L PO₄³⁻). Bei Fäkalverunreinigungen ist der hohe Phosphatgehalt ein sicherer chemischer Indikator. Manche Böden können Phosphate absorbieren, so dass in verschmutzten, tieferen Grundwässern auch normale Gehalte detektiert werden können.

Phosphate sind aufgrund einer Schutzschichtbildung für Rohrnetze bei aggressiven Wässern von wichtiger Bedeutung. Für eine ausreichende Ausbildung genügen jedoch bereits 0,1 mg/L (max. 1 mg/L).



H₃PO₄ = ortho-Phosphorsäure
H₄P₂O₇ = Diphosphorsäure



Phosphate sind wichtige Düngemittel.



Der Phosphatgehalt von Oberflächenwasser bestimmt dessen Trophiegrad.

Generell unterscheidet man zwischen anorganischen Phosphorverbindungen (Phosphat- bzw. Hydrogenphosphat-Ionen und Polyphosphaten) und dem organisch gebundenen Phosphor. Polyphosphate sowie organisch gebundener Phosphor können erst nach einem oxidativen Aufschluss („Zerstörung“) bestimmt werden.

Für den Menschen spielt Phosphat eine essentielle Rolle im Knochenaufbau als Calciumphosphat und im Energiestoffwechsel. Im Trinkwasser sollte jedoch möglichst wenig Phosphat vorhanden sein, da zu hohe Mengen zu Verdauungsstörungen führen können und auch im Verdacht stehen Nierenbeschwerden auszulösen. In der Trinkwasserverordnung von 2001 ist kein Grenzwert mehr für Phosphat angegeben.

Der Haupteintrag an Phosphaten stammt aus kommunalen Abwässern (Wasch- und Reinigungsmittel) und aus der Landwirtschaft (Düngemittel). Phosphate müssen aus dem Abwasser entfernt werden, da sie in größeren Mengen im Vorfluter zur Eutrophierung führen.

Die Eliminierung von Phosphaten kann chemisch oder auch biologisch erfolgen:

Bei der chemischen P-Fällung werden gelöste Phosphate durch Zugabe geeigneter Fällungsreagenzien in unlösliche Verbindungen überführt und so aus der Lösung ausgefällt. Als Fällungsreagenzien werden Eisenchloride und -sulfate, Aluminiumsalze oder auch Kalkmilch eingesetzt.

Bei der biologischen Phosphorelimination (Bio-P) werden Mikroorganismen genutzt. Diesen wird in einem anaeroben Becken der Sauerstoff entzogen. Um nicht abzusterben, geben diese eingelagerte Phosphate zwecks Energiegewinnung ab. Führt man anschließend den Mikroorganismen wieder Sauerstoff zu, nehmen diese die zuvor abgegebene Phosphate und weitere in der Lösung befindlichen Phosphate wieder auf. So wird der Phosphatgehalt im Becken gesenkt.

Viele Tests geben neben dem Phosphat-Ion (PO_4^{3-}) auch andere Einheiten an. Vergleichbar zu den Stickstoffparametern Ammonium, Nitrat und Nitrit wird oftmals die Einheit $\text{PO}_4\text{-P}$ verwendet, die nur den Phosphoranteil widerspiegelt und den Sauerstoffanteil unberücksichtigt lässt. Der Umrechnungsfaktor von $\text{PO}_4\text{-P}$ zu PO_4^{3-} beträgt 3,07.

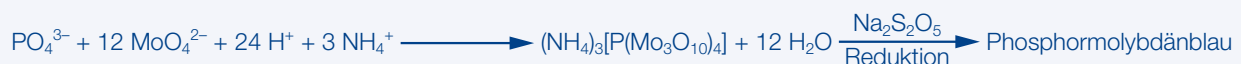
mg/L PO_4^{3-}	mg/L P_2O_5	mg/L $\text{PO}_4\text{-P}$
0,6	0,5	0,2
1,5	1,1	0,5
3	2	1
6	5	2
15	12	5

Tabelle 7: Umrechnungstabelle mg/L PO_4^{3-} , mg/L P_2O_5 , mg/L $\text{PO}_4\text{-P}$

4.1.7.1 Reaktionsgrundlage

Je nach Produktbereich (*VISOCOLOR*[®] oder *NANOCOLOR*[®]) und Testkit liegt eine von zwei verschiedenen Reaktionen zu Grunde:

- (a) DIN-Methode analog zu DIN EN ISO 6878-D11, APHA 4500-P E sowie EPA 365.2 und 365.3.: Ammoniummolybdat bildet mit ortho-Phosphat-Ionen Phosphormolybdänsäure. Diese wird mit einem Reduktionsmittel zu Phosphormolybdänblau reduziert. Zur Bestimmung von gesamt-Phosphat wird eine saure Oxidation bei 100 – 120 °C vorgeschaltet, um Poly- und Organophosphate mitzuerfassen.



Die Eliminierung von Phosphaten kann chemisch oder auch biologisch erfolgen.



(b) Vanadat-Methode: ortho-Phosphat-Ionen reagieren mit Molybdat- und Vanadat-Ionen zu einem gelben Phosphorsäure/Molybdat/Vanadat-Komplex. Die Reaktionsgrundlage ist ebenfalls analog zu APHA 4500-P C.



4.1.7.2 Probenkonservierung

- Durch Zugabe von Schwefelsäure auf einen pH-Wert von 1–2 ist die Probe bis max. 7 Tage haltbar (Aufbewahrungsgefäß: PE-Flasche). Am besten erfolgt die Lagerung und der Transport bei 4 °C im Dunkeln.
- Generell ist eine Kühlung der Probe zu empfehlen.
- In Kläranlagen kommt der nicht als ortho-Phosphat vorliegende Phosphatanteil meist in Form von Schlammpartikeln vor. Der gesamt-Phosphatgehalt wird also vom Schwebstoffgehalt beeinflusst. Dementsprechend muss eine bezüglich der Schwebstoffe repräsentative Probe genommen werden. Außerdem muss vor der Bestimmung eine gewissenhafte Homogenisierung der Probe (mittels Ultra-Turaxx oder Magnetrührer) erfolgen, wobei evtl. gekühlte Proben zuvor auf Raumtemperatur gebracht werden sollten. Homogenisierte Proben müssen unverzüglich analysiert werden!
- Soll nur der ortho-Phosphatgehalt einer schwebstoffhaltigen Probe bestimmt werden, so muss diese möglichst zügig filtriert werden.

4.1.7.3 Tipps und Tricks

Aufschluss

- Bei einem größeren Gehalt an org. Stoffen und/oder organisch gebundenem Phosphor wird der Aufschluss mit *NANOCOLOR® NanOx Metall* (REF 918978) empfohlen.
- Ein inkompletter Aufschluss führt zu Minderbefunden und kann zu niedrigeren gesamt-Phosphat- als ortho-Phosphat-Gehalten führen.

Filtration

- Bei Summenparametern wie gesamt-Phosphat wird die Probe vor dem Aufschluss nicht filtriert! Durch Filtration werden schwerlösliche Phosphat-Verbindungen bei der Bestimmung nicht mit erfasst, was zu fehlerhaften Messergebnissen führt.
- Bei der Bestimmung von ortho-Phosphat wird hingegen vor der Analytik filtriert. Bei Trübung filtrieren, Trübungen führen zu falschen Messergebnissen: Bei grobdispersen Trübungen mit qualitativem Filtrierpapier (z. B. MN 615), bei mitteldispersen Trübungen mit Glasfaserpapieren (z. B. MN 85/70 BF) oder Membranfiltrationssatz GF/PET 0,45 µm, bei feindispersen Trübungen mit Membranfiltrationssatz 0,45 µm oder GF/PET 0,45 µm filtrieren.
- Eventuelle Ausfällungen nach dem Aufschluss können vor der Bestimmung mit Membranfiltern abfiltriert werden.

Häufige Fehlerquellen

- Einschleppen von Phosphorsäure (z. B. aus dem Rundküvettestest *NANOCOLOR® Nitrat 50*): Häufig wird vor der Phosphatbestimmung Nitrat bestimmt. Der Nitrat-Test enthält Phosphorsäure. Im Fall von Nichtwechseln der Pipettenspitze kann es zur Verschleppung und daraus resultierenden Überbefunden bei der Phosphatbestimmung kommen. Die Verschleppung findet bereits statt, wenn mit der Pipettenspitze nur der oberste Rand der Nitratküvette berührt wird.

Hintergrundinformationen

- Unterschied zwischen ortho- und gesamt-Phosphat:
 - ortho-Phosphate sind leicht lösliche, meist anorganische Salze der Phosphorsäure. Diese Verbindungen stehen direkt der Analyse zur Verfügung und bedürfen keines Aufschlusses.
 - Bei der gesamt-Phosphat-Bestimmung hingegen werden neben den leicht löslichen ortho-Phosphaten auch Poly- und Organo-Phosphate mitbestimmt. Letztere stehen nicht direkt der Analysereaktion zur Verfügung. Durch einen sauren Aufschluss bei 100–120 °C werden die Poly- und Organophosphate in ortho-Phosphate überführt und können so miterfasst werden. Diese schwer oxidierbaren Phosphat-Verbindungen können mit *NANOCOLOR® NanOx Metall* (REF 918978) aufgeschlossen werden.



PO_4^{3-} = Phosphat-Ion
 MoO_4^{2-} = Molybdän(VI)oxid
 NH_4^+ = Ammonium-Ion
 $(\text{NH}_4)_3[\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4]$ = Phosphormolybdänsäure
 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ = Natriumdisulfit
 $\text{Mo}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ = Molybdänblau
 VO_3^- = Vanadat-Ion
 $[\text{PV}_2\text{Mo}_{10}\text{O}_{40}]^{5-}$ = Phosphorsäure/Molybdat/Vanadat-Komplex



Bei Summenparametern wird vor dem Aufschluss nicht filtriert.



Ortho-Phosphate stehen direkt der Analyse zur Verfügung. Für die Bestimmung von gesamt-Phosphat muss zuvor aufgeschlossen werden.

- Allgemein müssen für die Phosphatbestimmung mit unseren Produkten die Phosphate als ortho-Phosphate vorliegen.

Homogenisierung

- Der Einsatz einer nicht homogenen Probe bei der Bestimmung von gesamt-Phosphat kann zu Minderbefunden führen.

Meerwassertauglichkeit

- Alle *VISOCOLOR*[®] und *NANOCOLOR*[®] Phosphat Teste sind für die Meerwasseranalytik geeignet.

pH-Wert

- Die in den Testanleitungen angegebenen pH-Werte der Probelösung müssen eingehalten werden. Gegebenenfalls den pH-Wert mit Schwefelsäure einstellen.

Störungen

- Eventuelle Störungen durch Kieselsäure lassen sich durch Zusatz von Zitronensäure eliminieren.
- Weitere störende Ionen sind in den Testanleitungen aufgeführt.

Trübung

- Bei Trübung filtrieren, Trübungen führen zu falschen Messergebnissen: Bei grobdispersen Trübungen mit qualitativem Filtrierpapier (z. B. MN 615), bei mitteldispersen Trübungen mit Glasfaserpapieren (z. B. MN 85/70 BF) oder Membranfiltrationssatz GF/PET 0,45 µm, bei feindispersen Trübungen mit Membranfiltrationssatz 0,45 µm oder GF/PET 0,45 µm filtrieren.
- Trübung kann zu niedrigerem gesamt-Phosphat- als ortho-Phosphat-Gehalt führen

4.1.8 Gesamt-Stickstoff (TN_b)

Der gesamt-Stickstoff (TN_b) ist ein Summenparameter. TN_b steht dabei für total bound nitrogen, also gesamt gebundener Stickstoff.

Es wird sowohl der organische Stickstoff (Harnstoff, Peptide, Proteine) als auch der anorganische oder mineralische Stickstoff (Ammonium/Ammoniak, Nitrat, Nitrit, siehe jeweilige Parameter) mit erfasst. Gasförmig im Wasser enthaltener elementarer Stickstoff N₂ wird hingegen nicht mitbestimmt.

Als erstes anorganisches Abbauprodukt erhält man während der bakteriellen Nitrifikation Ammonium NH₄⁺, welches dann über die labile Zwischenstufe Nitrit NO₂⁻ letztendlich zu Nitrat NO₃⁻ umgesetzt wird (siehe auch 4.1.5 Nitrifikation, Seite 44).

Ein Ziel des Gewässerschutzes in Deutschland besteht im Schutze oberirdischer Gewässer vor Überdüngung (Eutrophierung), die die Folge eines zu hohen Eintrags von z. B. Stickstoffverbindungen (überhöhte Nährstoffbelastungen) sind. Dieser Gewässerschutz, der von Bund und Ländern gestellt wird, sieht hierzu bestimmte Einleitbedingungen der wasserrechtlichen Genehmigungen sowie Eigenkontrollverordnungen der jeweiligen Länder vor. Wichtige Prozesse zum Abbau von Stickstoffverbindungen stellen die Nitrifikation und die Denitrifikation dar. Grundlage für die Kontrolle und Optimierung solcher Prozesse, ist die Verwendung und ordnungsgemäße Dokumentation entsprechender Analysemethoden.

Als Kjeldahl-Stickstoff TKN (total Kjeldahl nitrogen) bezeichnet man die Summe aus organisch gebundenem Stickstoff und Ammonium-Stickstoff. Bei Anwesenheit von nachweisbaren Mengen an Nitrat/Nitrit, kann der TKN durch Subtraktion des Nitrat/Nitrit-Stickstoffs vom Gesamt-Stickstoff TN_b berechnet werden.



Kjeldahl-Stickstoff ist die Summe aus organisch gebundenem- und Ammonium-Stickstoff.

Der Zusammenhang zwischen diesen Parametern in der Stickstoff-Analytik ist im folgenden Fließschema zusammengefasst:

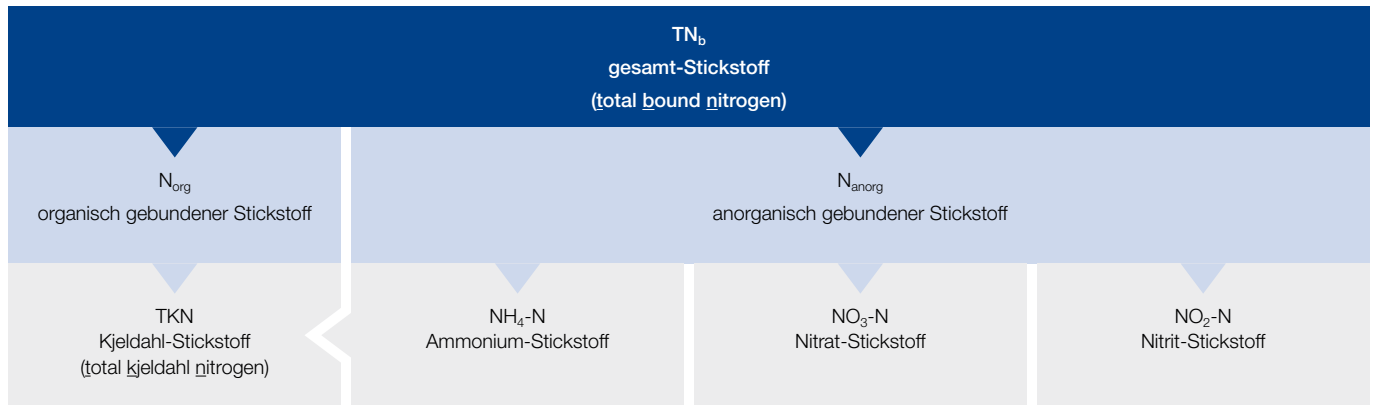


Abbildung 24: Zusammenhang Stickstoffparameter

Zusammengefasst bedeutet dies, dass es sich bei den in Gewässern vorliegenden N-Verbindungen im Wesentlichen um Abbau- bzw. Zersetzungsprodukte von organischen stickstoffhaltigen Substanzen (v. a. Proteine und Harnstoff) handelt.

4.1.8.1 Reaktionsgrundlage

Alle organischen und anorganischen, stickstoffhaltigen Substanzen werden im sauren Medium zu Nitrat oxidiert (analog zu DIN EN ISO 11905-1).

Die Reaktionsgrundlage ist ebenfalls analog zu ISO 7890-1 sowie zu DIN 38405-D9.

Dieses reagiert in saurer Lösung mit 2,6-Dimethylphenol zu 4-Nitro-2,6-dimethylphenol, das photometrisch auswertbar ist. In Proben mit niedrigen Nitrat- und Nitritkonzentrationen gibt diese Methode (analog zu DIN EN ISO 11905-1) ähnliche Ergebnisse wie die Bestimmung des Kjeldahl-Stickstoffs TKN (umfasst nur Ammonium und organische Stickstoffverbindungen). Bei nachweisbaren Mengen an Nitrat und Nitrit, kann der TKN-Wert durch Subtraktion des Nitrat-/Nitrit-Stickstoffwertes vom gesamt-Stickstoffwert TN_b bestimmt werden.

4.1.8.2 Probenkonservierung

- Die Probe kann nach Stabilisierung des pH-Wertes mit H_2SO_4 auf pH 1 – 2 max. 7 Tage bis zu Analysebeginn gelagert werden (Aufbewahrungsgefäß: PE- oder Glas-Flasche).
- Die entnommene Probe sollte für den TN_b des zu untersuchenden Wassers möglichst repräsentativ sein und somit gründlich vermischt oder in einem Mixer homogenisiert werden.

4.1.8.3 Tipps und Tricks

Filtration

- Bei Summenparametern wird die Probe vor dem Aufschluss nicht filtriert! Durch Filtration werden schwerlösliche Stickstoff-Verbindungen bei der Bestimmung nicht mit erfasst, was zu fehlerhaften Messergebnissen führt.

pH-Wert

- Der pH-Wert der jeweils aufzuschließenden Probe muss zwischen pH 5 und 9 liegen. Gegebenenfalls den pH-Wert mit Schwefelsäure oder Natronlauge einstellen.

Störungen

- Stickstoffkonzentrationen außerhalb des doppelten Messbereiches können Messwerte simulieren, die innerhalb des einfachen Messbereiches liegen und somit falsch gedeutet werden können.
- Bei Proben, die große Mengen an Oxidationsmittel verbrauchen (z. B. bei CSB-Werten über 5000 mg/L O_2), besteht die Gefahr eines unvollständigen Aufschlusses. In diesen Fällen ist der Aufschluss mit der zuvor verdünnten Originalprobe zu wiederholen.

Meerwasseranalytik

- Die Teste *NANOCOLOR*[®] gesamt-Stickstoff TN_b sind für die Meerwasseranalytik nicht geeignet.

Bei Summenparametern wird vor dem Aufschluss nicht filtriert.

4.1.9 TOC

Der organisch gebundene Kohlenstoff (TOC) ist neben dem CSB und BSB₅ ein wichtiger Summenparameter zur Beurteilung der organischen Belastung eines Wassers. Er setzt sich aus den drei verschiedenen Komponenten DOC, POC und VOC zusammen:

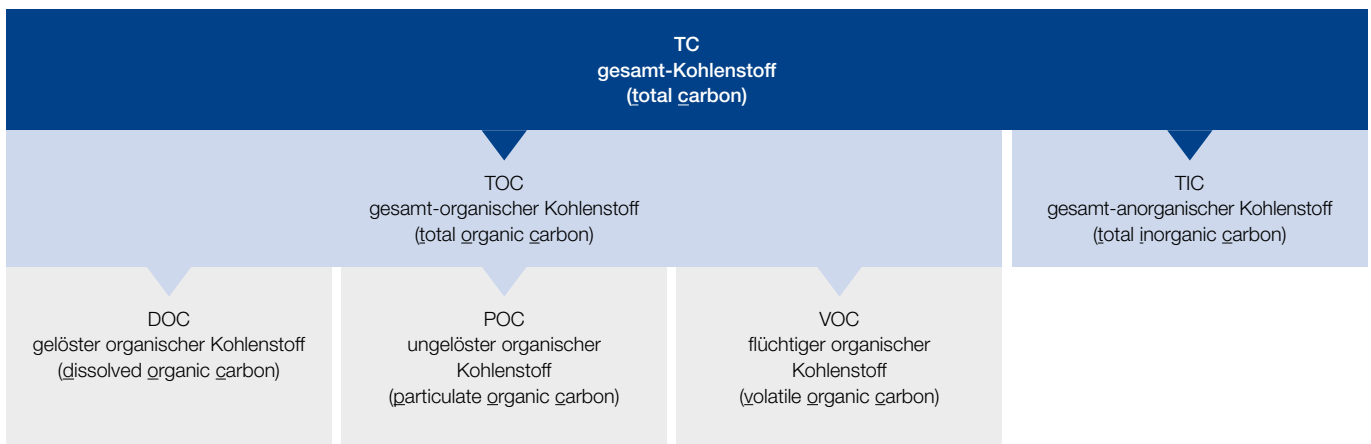


Abbildung 25: Zusammenhang Kohlenstoff-Verbindungen

Der TOC erfasst den gesamten im Wasser gelösten sowie ungelösten und nicht zur Kohlensäure oder ihren Salzen gehörigen Kohlenstoff organischer Verbindungen. Zusammen mit dem TIC (gesamt-anorganischer Kohlenstoff) bildet der TOC den gesamten Kohlenstoff.

Der TOC ist ein Maß für die Belastung eines Wassers mit organischen Substanzen, die schon in Spuren wassergefährdend sein können. Zu beachten ist, dass dieser Wert nichts über die Art der im Wasser vorliegenden Verbindungen aussagt und somit auch keinen direkten Indikator für potentielle Gesundheitsrisiken darstellt. Im Gegensatz zum CSB werden hier auch schwerabbaubare Stoffe miterfasst.

Gering belastete Wässer weisen einen TOC von etwa 1 – 2 mg/L C auf. In stark verschmutzten Gewässern (Erhöhung z. B. durch Algenblüten) kann ein Wert von bis zu 10 mg/L C erreicht werden.

Der TOC-Gehalt im Trinkwasser bewegt sich in der Regel zwischen 0,5 – 2 mg/L C. Die Trinkwasserverordnung nennt den TOC ohne Grenzwert. Als Anforderung gibt sie jedoch an, dass keine anormalen Konzentrationsveränderungen auftreten dürfen. Erhöhte Konzentrationen organischer Stoffe sind im Wasser unerwünscht, da sie zum einen von Mikroorganismen als Nährsubstrat zur Vermehrung verwendet werden und zum anderen teilweise Vorstufen von gesundheitsschädlichen THM's (Trihalomethanverbindungen) darstellen.

4.1.9.1 Reaktionsgrundlage

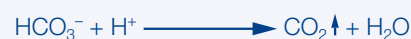
Für die Bestimmung wird der organische Kohlenstoff durch Oxidation aus der Probe zu Kohlenstoffdioxid CO₂ oxidiert. Das CO₂-Gas diffundiert durch eine Membran in eine Indikatorlösung und die daraufhin auftretende Farbänderung dieser Lösung wird photometrisch ausgewertet. Damit hierbei der anorganische Kohlenstoffanteil nicht stört, wird dieser vor der Oxidation durch Ansäuern und anschließendem Austreiben als CO₂ aus der Probe entfernt („Austreibmethode“).

Zusammenfassend lässt sich der TOC-Nachweis in die folgenden drei Analysenschritte aufteilen:

- 1) Austreiben des anorganischen Kohlenstoffs mit NANOCOLOR® TIC-Ex der anorganischen Kohlenstoffs (TIC = total inorganic carbon) wird mit einer Säure ausgetrieben



bzw



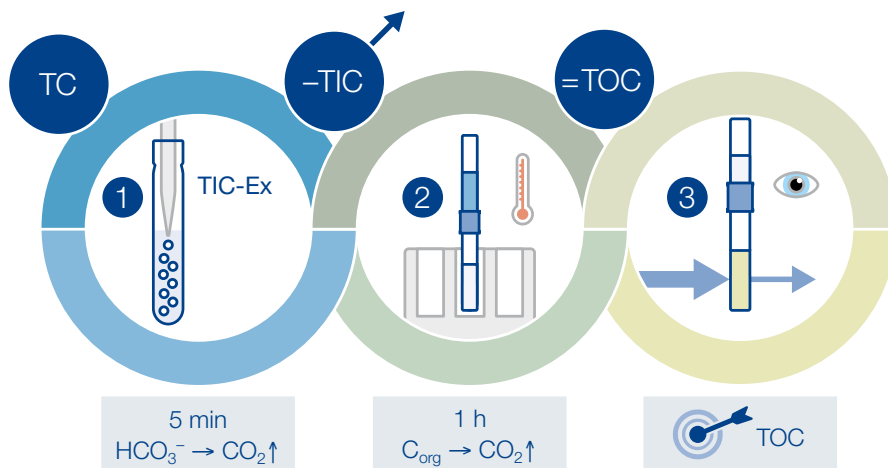
- 2) Aufschluss der Probe mit NANOCOLOR® Thermoblöcken
- 3) Oxidation aller in der Probe befindlichen (organischen) Kohlenstoffverbindungen zu Kohlendioxid CO₂

CO₃²⁻ = Carbonat-Ion
 H⁺ = Wasserstoff-Ion
 CO₂ = Kohlenstoffdioxid
 H₂O = Wasser
 HCO₃⁻ = Hydrogencarbonat-Ion



4) Messen der Küvetten mit NANOCOLOR® Photometer

5) Quantitative Detektion des gebildeten CO₂ mittels eines Indikators (Reaktionsgrundlage analog zu DIN EN 1484)



4.1.9.2 Probenkonservierung

- Die entnommene Probe sollte für den TOC des zu untersuchenden Wassers möglichst repräsentativ sein und somit gründlich vermischt oder in einem Mixer homogenisiert werden.
- TOC-Bestimmungen sollen so bald wie möglich nach der Probennahme durchgeführt werden. Ist dies nicht möglich, werden auf 1 L Probe 2 mL konz. Schwefelsäure H₂SO₄ gegeben. Der pH soll hierbei auf 2 oder weniger verringert werden:
 - Lagerung der angesäuerten Probe bei Raumtemperatur: Analyse innerhalb von 7 Tagen.
 - Lagerung der angesäuerten Probe bei 4 °C: Analyse innerhalb von 28 Tagen.

4.1.9.3 Tipps und Tricks

Filtration

- Bei Summenparametern wie TOC wird die Probe vor dem Aufschluss nicht filtriert! Durch Filtration werden schwerlösliche organische Kohlenstoff-Verbindungen bei der Bestimmung nicht mit erfasst, was zu fehlerhaften Messergebnissen führt.
- Für die Bestimmung von DOC (gelöster organischer Kohlenstoff) wird eine Filtration von trüben Proben mit dem Membranfiltrationssatz 0,45 µm (REF 91650 / 91652) oder dem Glasfaserpapier MN 85/90 BF empfohlen. Diese Filter sind speziell für diesen Anwendungszweck getestet und validiert.

Meerwassertauglichkeit

- Meerwasseranalytik ist grundsätzlich wegen der Chloridstörung nicht möglich.

pH-Wert

- Der in den Testanleitungen angegebene pH-Wert von 1 – 12 der Probelösung muss eingehalten werden. Gegebenenfalls den pH-Wert mit Schwefelsäure einstellen.

Störungen

- Nicht ausgetriebener TIC und Chlorid stören die Analytik. Ab welcher Konzentration mit einer Störung zu rechnen ist, ist in der jeweiligen Testanleitung angegeben.

Bei Summenparametern wird vor dem Aufschluss nicht filtriert.

Testdurchführung

- Um nur den TOC zu bestimmen, muss der TIC vorher ausgetrieben werden.
- Mit dem NANOCOLOR® TIC-Ex ist die effiziente Entfernung des anorganischen Kohlenstoffs (TIC) auch aus harten Wässern problemlos möglich

Parameter	BSB	TOC	CSB
Oxidationsmittel	Bio-Oxidation durch Mikroorganismen	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
Reaktionsdauer	i. d.R. 5 Tage (BSB ₅ ; wobei die Zeit durch höhere Inkubationstemperaturen verringert werden kann)	Minuten bis Stunden	30 – 120 Minuten
Einsatz	Einschätzung von Aufbereitungsverfahren und Strombelastungseffekten	Messung des Gesamtkohlenstoffs in organischen Schmutzstoffen	Schnelle und häufige Überwachung der Aufbereitungseffektivität
Genauigkeit und Präzision	ca. ± 15 % Standardabweichung	ca. ± 3 – 6 % Standardabweichung	Unterschiedlich; ca. ± 5 – 10 % Standardabweichung (je besser die Probe homogenisiert wurde, desto geringer fällt die Abweichung aus)
Vorteile	Natürliche Bedingungen werden bei gutem Animpfen der Probe am besten wiedergegeben.	Bestimmt den gesamten organischen Kohlenstoff, auch schwerabbaubare Substanzen.	Entspricht BSB bei Abfallstoffen mit Komponenten konstanter Zusammensetzung. Toxische Stoffe haben keine Auswirkung auf das Oxidationsmittel.
Nachteile	Toxische Stoffe töten die Mikroorganismen ab. Mikroorganismen oxidieren nicht alle im Abfallstoff vorhandenen Materialien. Ungenauigkeit durch schlechtes Animpfmaterial. Lange Wartezeit.	Es wird nur der Gesamtkohlenstoff und nicht der potentielle Sauerstoffbedarf gemessen.	Interferenzen bei hohen Chloridgehalten. Bestimmte organische Substanzen werden nur unvollständig oxidiert.

Tabelle 8: Allgemeiner Vergleich von BSB, TOC und CSB

4.2 Metallanalytik

Der Verschmutzungsgrad des Abwassers wird in der Metallindustrie durch wichtige chemische Metallparameter hervorgerufen. Unterschieden wird bei der Analytik in Gesamt-Metall, in gelöste Metall-Ionen oder in deren verschiedene Oxidationsstufen.

Nützliches Hintergrundwissen, Hinweise zur Probenvorbereitung und Konservierung sowie Reaktionsgrundlagen zu den wichtigsten Metallparametern werden nachfolgend erläutert.

4.2.1 Aluminium

Aluminium ist das häufigste Metall der Erdkruste, nach Sauerstoff und Silicium das dritthäufigste Element. Aufgrund seiner leichten Verformbarkeit (Duktilität) ist es eines der am häufigsten verwendeten Leichtmetalle. Wegen seiner hohen Sauerstoffaffinität kommt es in der Natur nicht elementar, sondern in Form oxidischer Verbindungen vor. In natürlichen Wässern ist das Vorkommen von Aluminiumverbindungen nur in sehr geringen Konzentrationen gegeben. Im Abwasser von Aluminiumbeizeereien, Galvaniken und Papierfabriken treten sie jedoch in bedeutend höherer Menge auf. In Kläranlagen werden Aluminiumverbindungen häufig als Fällungsmittel eingesetzt.

Physiologisch sind Aluminiumverbindungen für den Menschen eher harmlos. Da sie jedoch phytotoxisch sind, können sie Planktonsterben mit den entsprechend resultierenden ökologischen Nachteilen verursachen.

Die Trinkwasser-Verordnung gibt einen Grenzwert von 0,2 mg/L Al^{3+} (TrinkwV-Leitwert) an. Auch in der Mineral- und Tafelwasserverordnung (MIN-VO) ist ein Leitwert von 0,2 mg/L Al^{3+} angegeben.

Aluminiumverbindungen finden zahlreiche Anwendungsbereiche, zum Beispiel in Schwimmbädern als Flockungsmittel zur Wasseraufbereitung, in Aluminiumbeizeereien, Galvaniken oder Papierfabriken.

4.2.1.1 Reaktionsgrundlage

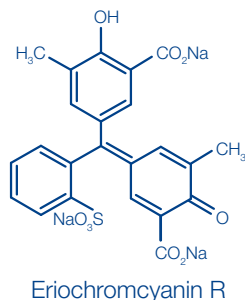
Je nach Produktbereich (*VISOCOLOR*® oder *NANOCOLOR*®) und Testkit liegt eine von zwei verschiedenen Reaktionen zu Grunde:

- Kolorimetrische Bestimmung mit Chromazurol S (*VISOCOLOR*®)
- Photometrische Bestimmung mit Eriochromcyanin R (*NANOCOLOR*®) analog zu APHA 3500-Al D

Aluminium ist das häufigste Metall der Erdkruste.



In schwach saurer Lösung bildet Al^{3+} mit Eriochromcyanin R einen rotviolettten Farblack. Farbe und Intensität des Lackes hängen vom pH-Wert der Probe ab. Deshalb ist unbedingt auf den angegebenen pH-Bereich der Probelösung (pH 3–6) zu achten.



4.2.1.2 Probenkonservierung

- Durch Zugabe von Salpetersäure auf einen pH-Wert von 1–2 ist die Probe bis max. 1 Monat haltbar (Aufbewahrungsgefäß: PE-Flasche).

4.2.1.3 Tipps und Tricks

Meerwassertauglichkeit

- Bei allen *VISOCOLOR*[®] und *NANOCOLOR*[®] Aluminium Testen ist Meerwasseranalytik möglich, bei einigen ist dafür eine Verdünnung (1 + 9) nötig. Nähere Informationen sind der jeweiligen Testanleitung zu entnehmen.

pH-Wert

- Bei dem Rundküvettest *NANOCOLOR*[®] Aluminium sind stark saure und gepufferte Lösungen auf pH 3–6 einzustellen. Gegebenenfalls den pH-Wert mit Salpetersäure oder Natronlauge einstellen.
- Die in den Testanleitungen angegebenen pH-Werte der Probelösung müssen eingehalten werden.

Störungen

- Fluorid-Ionen stören bei allen Aluminiumtesten, aufgrund der Bildung von sehr stabilem AlF_3 in Anwesenheit von Aluminiumverbindungen in der Probelösung.
- Weitere störende Ionen sind in den Testanleitungen aufgeführt.

Testdurchführung

- Bei der Bestimmung von gesamt-Aluminium darf die Probe nicht in Glasgefäßen aufgeschlossen werden (z. B. mit dem Aufschlussreagenz *NANOCOLOR*[®] *NanOx* Metall), da sich Alumosilicate aus dem Glas lösen können, was zu Mehrbefunden führt. Alternativ wird der Aufschluss in der Mikrowelle in speziellen Gefäßen durchgeführt.

Trübungen

- Getrübbte Lösungen müssen vor der Bestimmung von gelöstem Aluminium filtriert werden. Trübungen führen zu falschen Messergebnissen: Bei grobdispersen Trübungen mit qualitativem Filtrierpapier (z. B. MN 615), bei mitteldispersen Trübungen mit Glasfaserpapieren (z. B. MN 85/70 BF) oder Membranfiltrationssatz GF/PET 0,45 μm , bei feindispersen Trübungen mit Membranfiltrationssatz 0,45 μm oder GF/PET 0,45 μm filtrieren.

4.2.2 Blei

In der Natur kommt Blei nur selten gediegen („rein“ als Element) vor. Gebunden finden sich ausschließlich Blei(II)-Verbindungen, vor allem Sulfide, zum Beispiel als Bleiglanz PbS , und Salze. Bestimmte Trinkwässer können je nach anteiligem Sauerstoff und freier Kohlensäure Bleiverbindungen lösen. Aufgrund der Verwendung von Bleirohren im Wasserleitungsbau ist hier besondere Vorsicht geboten, da Bleiverbindungen hochgiftig sind. Dies ist insbesondere ein Problem bei weichen Wässern. Bei sehr hartem Wasser bilden sich Bleicarbonat und Bleisulfat an der Innenwand der Bleirohre, so dass Blei vor weiterem Angriff des Wassers geschützt wird.

Anwendung findet Blei vor allem durch seine ausgesprochen gute Korrosionsbeständigkeit gegenüber Mineralsäuren. Zudem handelt es sich um ein leicht verformbares Metall mit einem niedrigen Schmelzpunkt, geringer Härte aber hoher Dichte. Deshalb wird Blei vielfach in Akkumulatoren und auch zur Absorption von Röntgen- oder Gammastrahlen eingesetzt.

Bleiverbindungen sind giftig, da die Synthese des Hämoglobins gehemmt wird.



Bei der Bestimmung von gesamt-Aluminium darf nicht in Glasgefäßen aufgeschlossen werden, da sich Alumosilicate aus dem Glas lösen können.

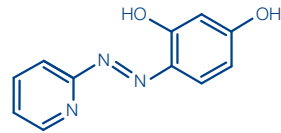


Bleiverbindungen sind hochgiftig.

4.2.2.1 Reaktionsgrundlage

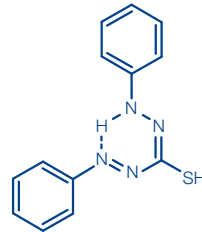
Je nach Küvettentest (*NANOCOLOR*[®] Rund- oder Rechteckküvettentest) liegt eine von zwei verschiedenen Reaktionen zu Grunde:

- (a) PAR-Methode: Blei(II)-Ionen bilden mit 4-(Pyridyl-2-azo)resorcin (PAR) in Anwesenheit von Cyanid einen roten Farbstoff. Bei Anwesenheit von störenden Schwermetallen wird der rote Farbstoff gezielt zerstört und anschließend die entsprechende Farbschwächung photometrisch ausgewertet. Die photometrische Bestimmung erfolgt bei 520 nm.



PAR = 4-(Pyridyl-2-azo)resorcin

- (b) Dithizon-Methode (Ausschüttelmethode): Blei(II)-Ionen bilden mit Dithizon (Diphenylthiocarbazon) in Anwesenheit von Cyanid primäres Bleidithizonat. Dieses wird durch Ausschütteln in einer organischen Phase (z. B. Tetrachlorethylen oder Tetrachlorkohlenstoff) zu einem rosaroten Farbkomplex umgewandelt. Dithizon ($C_{13}H_{12}N_4S$) ist ein Pulver, dessen Nadeln einen violett-schwarzen Metallglanz aufweisen.



Dithizon = Diphenylthiocarbazon

4.2.2.2 Probenkonservierung

- Durch Zugabe von Salpetersäure auf einen pH-Wert von 1–2 ist die Probe bis max. 1 Monat haltbar (Aufbewahrungsgefäß: PE- oder Glasflasche).

4.2.2.3 Tipps und Tricks

Aufschluss

- Der Aufschluss kann nicht mit *NANOCOLOR*[®] NanOx Metall erfolgen. In den Reagenzien sind Carbonate enthalten, die mit den Blei-Ionen unlösliches Bleicarbonat bilden. Ein Nachweis ist anschließend nicht mehr möglich.

Hintergrundinformationen

- Es werden nur gelöste Blei(II)-Ionen erfasst. Für die Bestimmung von gesamt-Blei muss ein Aufschluss mit dem Aufschlussset (REF 91808) vorgeschaltet werden.

Meerwassertauglichkeit

- Meerwasseranalytik ist nicht möglich.

pH-Wert

- Der pH-Wert der Probelösung ist bei beiden Methoden unbedingt einzuhalten. Bei der PAR-Methode liegt dieser bei 3–6, bei der Dithizon-Nachweismethode bei einem pH-Wert von 1–3. Gegebenenfalls den pH-Wert mit Salpetersäure oder Natronlauge einstellen.

Störungen

- Viele Ionen beeinflussen die Nachweisreaktion mit PAR, so dass es zu abweichenden Ergebnissen kommt. Welche Ionen das sind, ist in der Testanleitung des Rundküvettentestes angegeben.
- Dithizon bildet mit anderen thiophilen („Schwefel-liebend“) Ionen ebenfalls stabile Komplexe. Auf Grund dessen stören einige Ionen. Genauere Angaben welche Ionen in welchen Konzentrationen stören ist in der Testanleitung angegeben.
- Weitere störende Ionen sind in den Testanleitungen aufgeführt.

Thiophil = „Schwefel-liebend“



Trübungen

- Getrübte Lösungen müssen vor der Bestimmung von gelöstem Blei filtriert werden. Trübungen führen zu falschen Messergebnissen: Bei grobdispersen Trübungen mit qualitativem Filterpapier (z. B. MN 615), bei mitteldispersen Trübungen mit Glasfaserpapieren (z. B. MN 85/70 BF) oder Membranfiltrationssatz GF/PET 0,45 µm, bei feindispersen Trübungen mit Membranfiltrationssatz 0,45 µm oder GF/PET 0,45 µm filtrieren.

4.2.3 Cadmium

Cadmium und seine Verbindungen finden vielfach Anwendung in der Industrie als Korrosionsschutzüberzüge, beim Bau von Batterien und Photozellen, für Lagermetalle, Leuchtstoffe und Farben. Im Wasser treten diese Verbindungen in gelöster Form als Cadmium(II)-Ionen und als komplexes Cadmiummalkalicyanid auf. Außerdem kann es in ungelöster Form als Cadmiumhydroxid, -carbonat oder -phosphat vorkommen.

Cadmiumverbindungen sind stark giftig. Im Abwasserabgabengesetz wird der Cadmiumgehalt wegen seiner Schädlichkeit mit zur Berechnung der Einleitungsgebühren herangezogen.



Cadmiumverbindungen sind stark giftig.

4.2.3.1 Reaktionsgrundlage

Je nach Küvettentest (*NANOCOLOR*[®] Rund- oder Rechteckküvettentest) liegt eine von zwei verschiedenen Reaktionen zu Grunde:

- (a) Cadion-Methode: Cadmium bildet mit Cadion (1-(4-Nitrophenyl)-3-(4-phenylazophenyl)-triazin) in alkalischer Lösung einen roten Farbkomplex, der photometrisch ausgewertet wird.
- (b) Dithizon-Methode: Cadmium-Ionen bilden mit Dithizon bei pH > 6 primäres Cadmiumdithizonat, das im stark alkalischen Milieu stabil und in einer organischen Phase (z. B. Tetrachlorkohlenstoff oder Tetrachlorethylen) hochempfindlich mit rosaroter Farbe löslich ist. Störende Schwermetalle werden vorher im Säuren mit Dithizon entfernt (erste Extraktion im sauren Bereich). Bei diesem pH-Wert (pH < 3) bildet Cadmium noch keinen Dithizon-Komplex.

4.2.3.2 Probenkonservierung

- Durch Zugabe von Salpetersäure auf einen pH-Wert von 1 – 2 ist die Probe bis max. 1 Monat haltbar (Aufbewahrungsgefäß: PE- oder Glasflasche).

4.2.3.3 Tipps und Tricks

Hintergrundinformationen

- Es werden nur Cd²⁺-Ionen erfasst. Für die gesamt-Cadmium-Bestimmung muss ein Aufschluss mit *NANOCOLOR*[®] NanOx Metall (REF 918978) oder mit dem Aufschluss-Set (REF 91808) vorgeschaltet werden.

Meerwassertauglichkeit

- Bei dem Rundküvettentest *NANOCOLOR*[®] Cadmium 2 ist Meerwasseranalytik möglich, bei dem Rechteckküvettentest *NANOCOLOR*[®] Cadmium hingegen nicht. Nähere Informationen sind der jeweiligen Testanleitung zu entnehmen.

pH-Wert

- Der pH-Wert der Probelösung muss bei der Cadion-Methode zwischen 7 und 10 liegen. Gegebenenfalls den pH-Wert mit Salpetersäure oder Natronlauge einstellen.
- Bei der Dithizon-Methode müssen stark alkalische und stark gepufferte Probelösungen mit Salpetersäure vor der Bestimmung auf pH 3 eingestellt werden.

Störungen

- Verschiedene Metallparameter stören bei der Bestimmung des Rund- und Rechteckküvettentestes. Ab welcher Konzentration mit einer Störung zu rechnen ist, ist in der jeweiligen Testanleitung angegeben.
- Bei dem Rechteckküvettentest stört Sulfid durch Minderbefund und Kobalt durch Bildung einer braun-violetten Reaktionsfarbe (Cadmium hat eine rosarote Reaktionsfarbe).
- Weitere störende Ionen sind in den Testanleitungen aufgeführt.

Trübung

- Getrübte Lösungen müssen vor der Bestimmung von gelöstem Cadmium filtriert werden. Trübungen führen zu falschen Messergebnissen: Bei grobdispersen Trübungen mit qualitativem Filterpapier (z. B. MN 615), bei mitteldispersen Trübungen mit Glasfaserpapieren (z. B. MN 85/70 BF) oder Membranfiltrationssatz GF/PET 0,45 µm, bei feindispersen Trübungen mit Membranfiltrationssatz 0,45 µm oder GF/PET 0,45 µm filtrieren.

4.2.4 Chrom

Chrom kommt in der Umwelt nur gebunden vor, das wichtigste natürliche Vorkommen ist dabei der Chromeisenstein oder auch Chromit (FeCr_2O_4). Dieser dient auch als Ausgangsstoff für die Synthese von Chrom und Chromverbindungen.

Chrom ist ein häufig gebrauchtes Element in der Industrie als Legierungsbestandteil, unter anderem im Bereich der Metallveredelung. Es ist das wichtigste Legierungselement für die Herstellung von nichtrostenden und hitzebeständigen Stählen. Zudem finden Chromate in Galvaniken (Erzeugung korrosionsbeständiger Chromüberzüge), Gerbereien (Chromleder) und in der Lackindustrie (Herstellung von Pigmentfarben) Verwendung. Chromverbindungen kommen in gewerblichem Abwasser in dreiwertiger (Chrom(III)-Ionen) und sechswertiger (Chromat- und Dichromat-Ionen) vor.

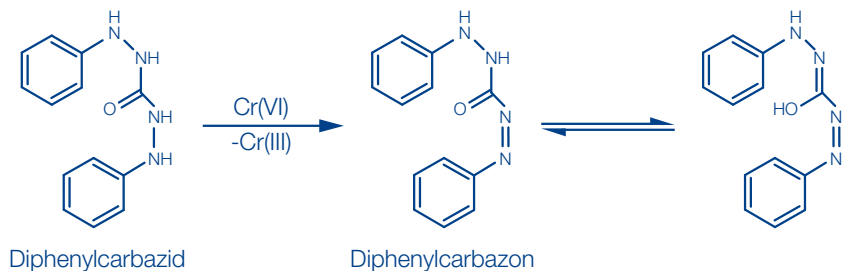
Chromate sind giftig und krebserregend. Die Toxizität der Chrom(VI)-Ionen ist weitaus höher als die der Chrom(III)-Ionen. Dennoch sind Chrom und seine Verbindungen essentiell für den Menschen und spielen bei dem Glucoseabbau im Blut eine entscheidende Rolle.

4.2.4.1 Reaktionsgrundlage

Allgemein: Zur Bestimmung von gesamt-Chrom müssen alle Oxidationsstufen zu Chrom(VI) oxidiert werden.

Die kolorimetrische sowie die photometrische Bestimmung erfolgt analog zu DIN 38405-D24 und zu APHA 3500-Cr D.

Chromat-Ionen ergeben in Schwefelsäure mit Diphenylcarbazid eine rotviolette Färbung. Dabei oxidiert das Chromat zuerst das Diphenylcarbazid(I) zum Diphenylcarbazon(II). Gleichzeitig wird das Chromat Cr(VI) zu Cr(III)-Ionen reduziert. Die Enolform des Carbazons bildet mit Chrom(III)-Ionen einen rotvioletten Innerkomplex mit dem Molverhältnis Chrom: Diphenylcarbazid = 1:1.



4.2.4.2 Probenkonservierung

- Durch Zugabe von Salpetersäure auf einen pH-Wert von 1–2 ist die Probe max. 1 Monat haltbar (Aufbewahrungsgefäß: PE- oder Glasflasche).
- Chromat-Proben müssen zügig innerhalb von einem Tag vermessen werden. Die Probe muss gekühlt werden.

4.2.4.3 Tipps und Tricks

Hintergrundinformationen

- Der Nachweis von Chrom(III)-Ionen setzt eine vorherige Oxidation zu Chrom(VI) voraus. Ohne Aufschluss werden nur gelöste Chrom(VI)-Verbindungen erfasst. Um Chrom(III) zu bestimmen wird gesamt-Chrom und Chrom(VI) bestimmt. Aus der Differenz ergibt sich der Anteil an Chrom(III)-Ionen. Diese Berechnung kann nur erfolgen, wenn keine ungelösten Chrom(VI)-Verbindungen in der Probelösung enthalten sind. Diese werden auch erst nach dem Aufschluss mitbestimmt.

Chrom ist das wichtigste Legierungselement für die Herstellung von nichtrostenden und hitzebeständigen Stählen.



Chrom(III)-Ionen können aus einer Differenzmessung von gelösten Chrom(VI)-Ionen und gesamt-Chrom bestimmt werden.



Meerwassertauglichkeit

- Bei fast allen *VISOCOLOR*[®] und *NANOCOLOR*[®] Chromat Testen ist Meerwasseranalytik möglich. Ausnahme ist der Test *NANOCOLOR*[®] gesamt-Chrom 2, bei dem keine Meerwasseranalytik möglich ist. Nähere Informationen sind der Testanleitung zu entnehmen.

pH-Wert

- Die in den Testanleitungen angegebenen pH-Werte der Probelösung müssen eingehalten werden. Gegebenenfalls den pH-Wert mit Salpetersäure oder Natronlauge einstellen.

Störungen

- Färbungen, Trübungen und größere Mengen organischer Substanzen sowie oxidierende oder reduzierende Stoffe stören die Bestimmung des Rundküvettestes *NANOCOLOR*[®] Chromat 5 und des Rechteckküvettestes *NANOCOLOR*[®] Chromat.
- Chlorid stört bei den Rundküvettest *NANOCOLOR*[®] gesamt-Chrom 2 bei Konzentrationen über 1000 mg/L.
- Weitere Störungen sind in der jeweiligen Testanleitung aufgeführt.

Trübungen

- Getrübte Lösungen müssen vor der Bestimmung von gelöstem Chromat filtriert werden. Trübungen führen zu falschen Messergebnissen: Bei grobdispersen Trübungen mit qualitativem Filtrierpapier (z. B. MN 615), bei mitteldispersen Trübungen mit Glasfaserpapieren (z. B. MN 85/70 BF) oder Membranfiltrationssatz GF/PET 0,45 µm, bei feindispersen Trübungen mit Membranfiltrationssatz 0,45 µm oder GF/PET 0,45 µm filtrieren.
- Weitere störende Ionen sind in den Testanleitungen aufgeführt.

4.2.5 Eisen

Eisen ist mit 6,2 % das vierthäufigste Element der Erdkruste und nach Aluminium das zweithäufigste Metall. Im Wasser kommt es in verschiedenen Formen vor. Grundwässer mit niedrigen Sauerstoffgehalten und reduzierendem Milieu weisen oft Eisengehalte über 0,1 mg/L auf. Das hier enthaltene zweiwertige Eisen(II) Fe^{2+} ist besonders empfindlich gegenüber Luft. Es wird durch den Luftsauerstoff zu dreiwertigem Eisen Fe^{3+} oxidiert und fällt, in Folge der geringen Löslichkeit, als braunes, flockig-amorphes Eisenoxid-Hydrat aus. Dieses Oxid-Hydrat führt häufig aufgrund von Komplexbildungen auch zur Mitfällung weiterer Schwermetalle oder es treten anderweitige Eisenkomplexe, besonders in Abwässern und huminsäurehaltigen, natürlichen Wässern, auf. Weiterhin ist das Vorliegen des Eisens auch pH-abhängig. Bei pH-Werten über 8 gehen auch Eisen(II)-Ionen Fe^{2+} in schwerlösliches Eisen(II)-hydroxid über. Gelöstes Eisen kann beim Verbraucher zu Verwendungseinschränkungen des Wassers führen, weil bei der Wasserverwendung Ausfällungen auftreten können, zum Beispiel beim Wäschewaschen. In der Industrie wird Eisen für Rohrleitungen und Behälter verwendet. Im Trinkwasser ist Eisen unerwünscht, da es zu brauner Farbe und fauligem Geruch führt.

Der Trinkwassergrenzwert für Eisen liegt bei 0,2 mg/L.

Eisen (sowie Mangan) stellt in den üblicherweise vorliegenden Konzentrationen keine direkte gesundheitliche Gefahr für den Menschen dar. Im Trinkwasser sind diese Verbindungen jedoch unerwünscht, weil sie Ablagerungen im Rohrnetz bilden können, die den Durchflusswiderstand in erheblichem Maß erhöhen. Eine Folge hiervon sind zum einen unerwünschte Verfärbungen, zum anderen sogenannte sekundäre Verkeimungen aufgrund entsprechender Eisen- und Manganbakterien.

Hauptanwendungsgebiet von Eisen ist die Stahl- und Metallindustrie. Bedingt durch seine gute Verfügbarkeit, die Festig- sowie Zähigkeit gehört Eisen zu den wichtigsten Grundwerkstoffen. Eisen wird unter anderem auch als Flockungsmittel verwendet. Die Bestimmung von gelöstem Eisen ist ein wichtiger Indikator für das Ausmaß von Korrosion.

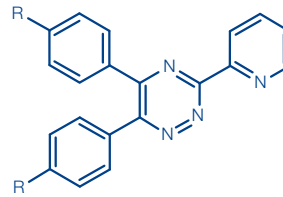
4.2.5.1 Reaktionsgrundlage

Je nach Produktbereich (*VISOCOLOR*[®] oder *NANOCOLOR*[®]) und Testkit liegt eine von zwei verschiedenen Reaktionen zu Grunde:

R = H, SO₃H



(a) Triazin-Methode: Eisen(II)-Ionen reagieren mit einem Triazin-Derivat zu einem farbintensiven rotvioletten Farbkomplex (*VISOCOLOR*[®] und *NANOCOLOR*[®]).



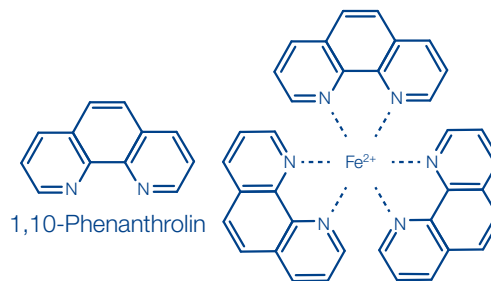
Triazin-Derivat

Triazin-Derivate sind sehr gut mit Thioglykolsäure mischbar. Thioglykolsäure dient als Reduktionsmittel von Eisen(III) zu Eisen(II) und zur pH-Wert Einstellung. Es ist somit nur ein Reagenz zur Analyse notwendig.

(b) DIN-Methode: Eisen(II)-Ionen bilden mit 1,10-Phenanthrolin eine orangefarbige Komplexverbindung (*NANOCOLOR*[®]).

Eisen(III) wird durch ein geeignetes Reduktionsmittel zu Eisen(II) reduziert und miterfasst. Ein Puffer stellt den pH-Wert ein.

Dieser orange-rot gefärbte Phenanthrolin-Komplex ist im pH-Bereich von 2,5 – 9 stabil. Die beschriebene Methode erfasst gelöstes Eisen und leicht lösliche Eisen-Verbindungen (Reaktionsgrundlage analog DIN 38406-E1).



1,10-Phenanthrolin

Unterscheidung von gesamt-Eisen und gelöstem Eisen

Gelöstes Eisen sind nur die Eisenverbindungen, die vollständig gelöst in der Probe vorliegen. Vor der Analytik wird eine Filtration der Probe mit dem Membranfiltrationssatz 0,45 µm (REF 91650) empfohlen.

Für die Bestimmung von gesamt-Eisen ist ein Aufschluss mit dem Aufschlussreagenz *NANOCOLOR*[®] *NanOx* Metall (REF 918978) oder mit dem Aufschluss-Set (REF 91808) nötig.

Unterscheidung von Eisen(III) und Eisen(II):

Bei zwei Testen ist eine Unterscheidung der zwei verschiedenen Oxidationsstufen möglich: *VISOCOLOR*[®] *ECO* Eisen 2 (REF 931026/931226) und Rechteckküvetten-Test *NANOCOLOR*[®] Eisen (REF 91836).

Durch Weglassen des Reduktionsmittels kann zwischen Fe²⁺ und Fe³⁺ unterschieden werden.



4.2.5.2 Probenkonservierung

- Durch Zugabe von Salpetersäure auf einen pH-Wert von 1 – 2 ist die Probe max. 1 Monat haltbar (Aufbewahrungsgefäß: PE- oder Glasflasche).
- Eisen(II)-Verbindungen sind nach Zugabe von Salzsäure auf einen pH-Wert von 1 – 2 maximal 7 Tage haltbar.

4.2.5.3 Tipps und Tricks

Aufschluss

- Zur Miterfassung von Eisenkomplexen und zur Bestimmung von gesamt-Eisen, muss die Probe vor der Analyse durch eine Oxidation mit *NANOCOLOR*[®] *NanOx* Metall (REF 918978) oder dem Aufschluss-Set (REF 91808) aufgeschlossen werden.

Hintergrundinformationen

- Bei der Bestimmung von Eisen in wässrigen Proben muss beachtet werden, dass die eben genannten Prozesse auch nach der Probenahme ablaufen. Deshalb muss eine differenzierende Bestimmung der vorliegenden Formen direkt vor Ort vorgenommen werden. Sollte dies nicht möglich sein, dann sollte die Probe möglichst durch ein paar Tropfen Säure (Einsatz je nach zu bestimmenden Parametern) stabilisiert werden.

Filtration

- Zur Bestimmung von ausschließlich „gelöstem Eisen“ muss die Probe bei trüben Wässern vor der Analyse filtriert werden.

Meerwasseranalytik

- Bei fast allen *VISOCOLOR*[®] und *NANOCOLOR*[®] Eisen Testen ist Meerwasseranalytik möglich. Ausnahme ist der Test *VISOCOLOR*[®] HE Eisen, bei dem keine Meerwasseranalytik möglich ist. Nähere Informationen sind der jeweiligen Testanleitung zu entnehmen.

pH-Wert

- Die in den Testanleitungen angegebenen pH-Werte der Probelösung müssen eingehalten werden. Gegebenenfalls den pH-Wert mit Salpetersäure oder Natronlauge einstellen.

Störungen

- Oxidationsmittel stören die Bestimmung bei dem Test *NANOCOLOR*[®] Eisen 3.
- Andere Metall-Ionen wie zum Beispiel Kobalt oder Nickel stören je nach Test in verschiedenen Konzentrationen. Ab welcher Konzentration eine Störung zu erwarten ist, ist in der jeweiligen Testanleitung angegeben.
- Weitere störende Ionen sind in den Testanleitungen aufgeführt.

Trübung

- Trübungen führen zu falschen Messergebnissen: Bei grobdispersen Trübungen mit qualitativem Filtrierpapier (z. B. MN 615), bei mitteldispersen Trübungen mit Glasfaserpapieren (z. B. MN 85/70 BF) oder Membranfiltrationssatz GF/PET 0,45 µm, bei feindispersen Trübungen mit Membranfiltrationssatz 0,45 µm oder GF/PET 0,45 µm filtrieren.

4.2.6 Kupfer

Kupfer gehört wie Silber und Gold zu den Münzmetallen. Früh wurde die Korrosionsbeständigkeit der drei Metalle erkannt, weshalb diese zur Herstellung von Geldmünzen genutzt wurden. In der freien Natur ist Kupfer auch in kleineren Mengen gediegen zu finden, aber auch in Verbindungen wie Carbonaten, Oxiden oder Sulfiden.

Kupfer(II)-Ionen können im Wasser in gelöster und ungelöster Form vorliegen. In natürlichen Wässern und kommunalen Abwässern findet sich Kupfer normalerweise nur in sehr kleinen Konzentrationen wieder. Bei industriellen Abwässern tritt dies allerdings in deutlich höheren Konzentrationen auf, unter anderem in metallverarbeitenden Betrieben, der Galvanik und in Sickerwässern aus Abraumhalden.

In der Industrie ist Kupfer eines der meist verwendeten Metalle. Kupfermetall zeichnet sich durch eine ausgezeichnete elektrische Leitfähigkeit, Oxidationsbeständigkeit sowie Wärmeleitfähigkeit aus. Außerdem findet es Anwendung in Form seiner Legierungen, wie Messing und Bronze. Kupfer wirkt wie Silber keimtötend.

Kupfer wird unter anderem in galvanischen Betrieben verwendet. Hier wird die Konzentration regelmäßig überprüft. Ebenfalls wurde es für Wasserleitungen verwendet. Abhängig vom pH-Wert kann Kupfer im Trinkwasser nachgewiesen werden.

Kupfer gehört zu den Münzmetallen.

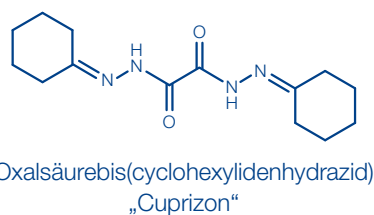


Kupfer wirkt keimtötend.



4.2.6.1 Reaktionsgrundlage

Kupfer(II)-Ionen bilden mit Cuprizon (Oxalsäurebis(cyclohexylenhydrazid)) in schwach alkalischer Lösung einen blau gefärbten Komplex, der kolorimetrisch sowie photometrisch ausgewertet werden kann.



Cuprizon eignet sich zur photometrischen Bestimmung kleiner Kupfer-Mengen sehr gut, da es mit Kupfer(II)-Ionen weitgehend selektiv reagiert.

4.2.6.2 Probenkonservierung

- Durch Zugabe von Salpetersäure auf einen pH-Wert von 1 – 2 ist die Probe bis max. 1 Monat haltbar (Aufbewahrungsgefäß: PE- oder Glasflasche).

4.2.6.3 Tipps und Tricks

Aufschluss

- Es werden nur Cu^{2+} -Ionen erfasst. Kupfer(I)-Verbindungen sowie ungelöste Kupfer(II)-Verbindungen werden nicht miterfasst und müssen vor der Bestimmung aufgeschlossen werden. Für die gesamt-Kupfer-Bestimmung muss ein Aufschluss mit *NANOCOLOR® NanOx Metall* (REF 918978) oder mit dem Aufschluss-Set (REF 91808) vorgeschaltet werden.

Meerwassertauglichkeit

- Alle *VISOCOLOR®* und *NANOCOLOR®* Kupfer Teste sind für die Meerwasseranalytik geeignet.

pH-Wert

- Die in den Testanleitungen angegebenen pH-Werte der Probelösung müssen eingehalten werden. Gegebenenfalls den pH-Wert mit Salpetersäure oder Natronlauge einstellen.

Störungen

- Calcium stört den Nachweis. Zur Entstörung das Reagenz zur Beseitigung der Calciumstörung (bis zu 20 g/L Ca^{2+} , REF 918939) verwenden.
- Chrom(III)-Konzentrationen größer als die Kupferkonzentration stören durch Minderbefunde (Oxidation zu Chromat mit *NANOCOLOR® NanOx Metall*).
- Weitere störende Ionen sind in den Testanleitungen aufgeführt.

Trübung

- Getrübte Lösungen müssen vor der Bestimmung von gelöstem Kupfer filtriert werden. Trübungen führen zu falschen Messergebnissen: Bei grobdispersen Trübungen mit qualitativem Filterpapier (z. B. MN 615), bei mitteldispersen Trübungen mit Glasfaserpapieren (z. B. MN 85/70 BF) oder Membranfiltrationssatz GF/PET 0,45 μm , bei feindispersen Trübungen mit Membranfiltrationssatz 0,45 μm oder GF/PET 0,45 μm filtrieren.

4.2.7 Nickel

In natürlichen Wässern ist Nickel nur selten und nur in geringen Konzentrationen enthalten. Größere Bedeutung kommt hingegen dem Abwasser zu. Die im Wasser enthaltenen Nickelverbindungen können in gelöster (als Nickel(II)-Ionen oder in seinen Komplexverbindungen) und ungelöster Form (z. B. Nickelhydroxid, -carbonat, -sulfid und -cyanid) vorliegen.

Nickel wird für die Metallveredelung und zur Erzeugung korrosionsfester Überzüge verwendet. Als Legierungsmetall findet es in der Stahlveredelung Anwendung, was den Hauptverwendungsanteil ausmacht. Durch den Zusatz von Nickellegierungen wird Stahl zäher, duktiler sowie härter. Aus dem Waschwasser galvanischer Betriebe kann es in das Abwasser gelangen.

Nickel kann allergische Reaktionen auf der Haut auslösen. Metallgegenstände, die mit der Haut in Berührung kommen, werden daher regelmäßig auf Nickel getestet. Früher wurden viele Schmuckgegenstände (wie zum Beispiel Ohringe) vernickelt. Durch die hohe Anzahl an Menschen, die gegenüber Nickel sensibilisiert sind, werden immer weniger Metalle, die in Kontakt mit der Haut kommen, vernickelt.



Nickel ist der häufigste Auslöser für Kontaktallergien (Nickel dermatitis).

4.2.7.1 Reaktionsgrundlage

Kolorimetrische und photometrische Bestimmung der Nickel-Ionen mittels Dimethylglyoxim (Diacetyldioxim).



4.2.7.2 Probenkonservierung

- Durch Zugabe von Salpetersäure auf einen pH-Wert von 1–2 ist die Probe max. 1 Monat haltbar (Aufbewahrungsgefäß: PE- oder Glasflasche).

4.2.7.3 Tipps und Tricks

Aufschluss

- Komplex gebundenes Nickel wird analytisch nicht oder nur teilweise erfasst und muss daher vor der Bestimmung aufgeschlossen werden. Für die gesamt-Nickel Bestimmung muss ein Aufschluss mit *NANOCOLOR® NanOx Metall* (REF 918978) oder mit dem Aufschluss-Set (REF 91808) vorgeschaltet werden.

Meerwassertauglichkeit

- Bei fast allen *VISOCOLOR®* und *NANOCOLOR®* Nickel Testen ist Meerwasseranalytik möglich, bei einigen ist dafür eine Verdünnung (1 + 9) nötig. Nähere Informationen sind der jeweiligen Testanleitung zu entnehmen.

pH-Wert

- Der pH-Wert der Probelösung muss bei den Rundküvettentesten zwischen 3–8 liegen, bei dem Rechteckküvettentest zwischen 1–13. Gegebenenfalls den pH-Wert mit Salpetersäure oder Natronlauge einstellen.
- Die in den Testanleitungen angegebenen pH-Werte der Probelösung müssen eingehalten werden.

Störungen

- Calcium stört den Nachweis. Zur Entzerrung das Reagenz zur Beseitigung der Calciumstörung (bis zu 20 g/L Ca^{2+} , REF 918939) verwenden.
- Weitere störende Ionen sind in den Testanleitungen aufgeführt.

Trübung

- Getrübte Lösungen müssen vor der Bestimmung von gelöstem Nickel filtriert werden. Trübungen führen zu falschen Messergebnissen: Bei grobdispersen Trübungen mit qualitativem Filtrierpapier (z. B. MN 615), bei mitteldispersen Trübungen mit Glasfaserpapieren (z. B. MN 85/70 BF) oder Membranfiltrationssatz GF/PET 0,45 μm , bei feindispersen Trübungen mit Membranfiltrationssatz 0,45 μm oder GF/PET 0,45 μm filtrieren.

4.2.8 Silber

Silber ist ein weiches duktiles Metall, das die höchste elektrische Leitfähigkeit aller Elemente sowie die höchste thermische Leitfähigkeit aller Metalle aufweist. Es ist ein seltenes Element, das nur zu etwa 0,079 ppm in der Erdkruste vorkommt. Wie Kupfer gehört es zu den Münzmetallen.

Als reines Metall ist Silber zu weich und wird hauptsächlich als Legierungen (meist mit Kupfer) verwendet. Silber wirkt wie Kupfer keimtötend, weshalb Silber auch bei Medizinprodukten (Tabletten, Salben, Silberfolien) von Interesse ist.

Weiterhin wird Silber für die Photoentwicklung verwendet. Die Fixierung ist der abschließende Prozess bei der Entwicklung der Filme bzw. Fotos. Dabei werden überschüssige Silberhalogenide aus der Fotoschicht ausgewaschen. Eine regelmäßige Überprüfung des Silbergehaltes solcher Fixierbäder ist deshalb sinnvoll und nötig.

4.2.8.1 Reaktionsgrundlage

Silber-Ionen reagieren mit einem Indikator zu einem blauen Farbstoff. Schwerlösliche oder komplex gebundene Silberverbindungen, wie Silberbromid, -chlorid, -iodid, -cyanid oder -thiocyanat werden bei der Bestimmung nicht mit erfasst.

4.2.8.2 Probenkonservierung

- Durch Zugabe von Salpetersäure auf einen pH-Wert von 1–2 ist die Probe bis max. 1 Monat haltbar (Aufbewahrungsgefäß: PE- oder Glasflasche).

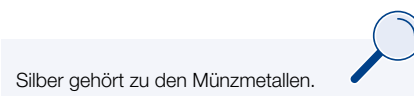
4.2.8.3 Tipps und Tricks

Aufschluss

- Schwerlösliche oder komplex gebundene Silberverbindungen wie Silberbromid, Silberchlorid, Silberiodid, Silbercyanid oder Silberthiocyanat werden bei der Bestimmung nicht erfasst. Zur Bestimmung dieser Verbindungen muss ein Aufschluss mit *NANOCOLOR® NanOx Metall* (REF 918978) vorgeschaltet werden.

Meerwassertauglichkeit

- Die Methode ist für die Analyse von Meerwasser nicht geeignet.



pH-Wert

- Der pH-Wert der Probelösung muss zwischen 3 und 9 liegen. Gegebenenfalls den pH-Wert mit Salpetersäure oder Natronlauge einstellen.

Störungen

- Zahlreiche Metall-Ionen, wie zum Beispiel Pb^{2+} oder Al^{3+} stören den Test. Ab welcher Konzentration eine Störung zu erwarten ist, ist in der Testanleitung angegeben.
- Weitere störende Ionen sind in den Testanleitungen aufgeführt.

Testdurchführung

- Kleinere Silber-Konzentrationen (0,08 – 0,50 mg/L Ag^+) können durch Verwendung von 50-mm-Halbmikroküvetten (REF 91950) bestimmt werden.

Trübungen

- Getrübte Lösungen müssen vor der Bestimmung von gelöstem Silber filtriert werden. Trübungen führen zu falschen Messergebnissen: Bei grobdispersen Trübungen mit qualitativem Filtrierpapier (z. B. MN 615), bei mitteldispersen Trübungen mit Glasfaserpapieren (z. B. MN 85/70 BF) oder Membranfiltrationssatz GF/PET 0,45 μm , bei feindispersen Trübungen mit Membranfiltrationssatz 0,45 μm oder GF/PET 0,45 μm filtrieren.

Zink ist ein wichtiges Spurenelement.



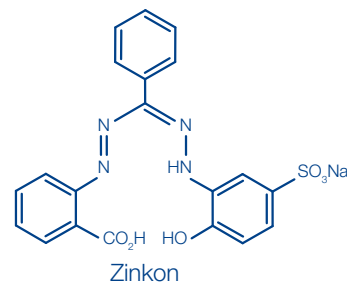
4.2.9 Zink

Zink kommt in vielen Mineralien und immer nur gebunden, vorwiegend als Sulfide und Oxosalze, vor. Es ist ein wichtiges Spurenelement für Menschen, Tiere und Pflanzen.

Zinksalze werden in galvanischen Betrieben zur Verzinkung von Stahl (Oberflächenveredelung) und zur Erzeugung von Zink-Legierungen verwendet. Damit wird ein effektiver Rostschutz erwirkt, weshalb Zinksalze ebenfalls z. T. in Kühlwässern eingesetzt wurden. Aufgrund der Giftigkeit von Zink geschieht dies jedoch nur noch selten.

4.2.9.1 Reaktionsgrundlage

Zink-Ionen bilden bei einem pH-Wert von 8,5–9,5 mit Zincon einen blauen Farbkomplex. Die Reaktionsgrundlage ist analog zu APHA 3500-Zn F.



4.2.9.2 Probenkonservierung

- Durch Zugabe von Salpetersäure auf einen pH-Wert von 1–2 ist die Probe max. 1 Monat haltbar (Aufbewahrungsgefäß: PE- oder Glasflasche).

4.2.9.3 Tipps und Tricks

Aufschluss

- Für die gesamt-Zink-Bestimmung muss ein Aufschluss mit *NANOCOLOR*[®] *NanOx* Metall (REF 918978) oder mit dem Aufschluss-Set (REF 91808) vorgeschaltet werden. Dabei sollte generell gegen einen aufgeschlossenen Blindwert gemessen werden.

Häufige Fehlerquellen

- Bei dem *VISOCOLOR*[®] *ECO* Zink ist auf das unterschiedliche Probenvolumen bei visueller Auswertung (1 mL) und bei photometrischer Auswertung (5 mL) zu achten.

Meerwassertauglichkeit

- Nach Verdünnung (*VISOCOLOR*[®] *ECO* Zink 1 + 9, *NANOCOLOR*[®] Zink 4 1 + 1, *NANOCOLOR*[®] Zink 1 + 9) kann die Methode auch für die Untersuchung von Meerwasser genutzt werden.

pH-Wert

- Der in der Testanleitung angegebene pH-Wert von 3–10 der Probelösung muss eingehalten werden. Gegebenenfalls den pH-Wert mit Salpetersäure oder Natronlauge einstellen.
- Bei sauren, alkalischen und gepufferten Proben pH-Wert nach der Probenzugabe messen (Soll: pH 8,5–9,5) und gegebenenfalls auf pH 9 einstellen.

Störungen

- Calcium stört den Nachweis. Zur Entstörung das Reagenz zur Beseitigung der Calciumstörung (bis zu 20 g/L Ca^{2+} , REF 918939) verwenden.
- Weitere störende Ionen sind in den Testanleitungen aufgeführt.

Trübungen

- Getrübte Lösungen müssen vor der Bestimmung von gelöstem Zink filtriert werden. Trübungen führen zu falschen Messergebnissen: Bei grobdispersen Trübungen mit qualitativem Filtrierpapier (z. B. MN 615), bei mitteldispersen Trübungen mit Glasfaserpapieren (z. B. MN 85/70 BF) oder Membranfiltrationssatz GF/PET 0,45 μm , bei feindispersen Trübungen mit Membranfiltrationssatz 0,45 μm oder GF/PET 0,45 μm filtrieren.

NANOCOLOR® VARIO C2 M

Der neue Großaufschluss



Schnell, praktisch, kundenfreundlich

- Effektive und zukunftsorientierte Probenvorbereitung
- Komfortables Aufschlussverfahren
- Nur 1 Aufschluss für alle Metallteste
- Doppelbestimmung von 4 Metalltesten und gesamt-Chrom gleichzeitig möglich



4.3 Weitere wichtige Parameter

Neben Kläranlagen- und Metallparametern gibt es noch weitere chemische Parameter, die in der Wasser- und Abwasseranalytik von Interesse sind. Der pH-Wert ist von entscheidender Bedeutung bei sämtlichen chemischen sowie biologischen Abläufen. Aber auch der Härtegrad des Wassers ist gerade in der Industrie nicht zu vernachlässigen.

Nützliches Hintergrundwissen, Hinweise zur Probenvorbereitung und Konservierung sowie Reaktionsgrundlagen zu den Parametern Härte und pH werden nachfolgend erläutert.

4.3.1 Härte

Als Gesamthärte oder Wasserhärte bezeichnet man die Summe der Konzentrationen aller in der wässrigen Probe gelösten Erdalkali-Ionen.

$$GH = \sum[Ca^{2+}, Mg^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+}]$$

Da jedoch Strontium- sowie Barium-Ionen nur in Spuren enthalten sind und deswegen eine untergeordnete Rolle als Härtebildner spielen, wurde die Definition nach DIN 38409-H6 konkretisiert. Nach dieser Norm zeichnet sich die Härte nur noch durch die Stoffmengenkonzentration an Calcium- und Magnesium-Ionen in mmol/L aus. Der Anteil an Calcium-Ionen (Ca^{2+}) ist dabei im Allgemeinen höher gelegen (etwa 70–85 %) als der Anteil an Magnesium-Ionen (Mg^{2+}). Je „härter“ ein Wasser ist, desto höher ist der gesamte Anteil an gelösten Erdalkali-Ionen.

Früher wurde die Härte auch in Grad deutscher Härte anstatt in mmol/L (SI-Einheit) angegeben. Diese Einheit bezog sich auf Calciumoxid (CaO), wobei 1 °d formal 10 mg Calciumoxid in 1 Liter Wasser entsprechen. Andere Härtebilder wie Magnesium wurden äquivalent definiert (1 °d = 7,19 mg/L). Die Umrechnung von Grad deutscher Härte in die SI- und andere verwendete Einheiten ist in nachfolgender Tabelle aufgeführt:

°d	°e	°f	mg/L CaO	mg/L CaCO ₃	mmol/L CaCO ₃
1	1,3	1,8	10	18	0,18
2	2,5	3,6	20	36	0,36
3	3,8	5,4	30	54	0,54
4	5,0	7,1	40	71	0,71
5	6,3	8,9	50	89	0,89
6	7,5	10,7	60	107	1,07
7	8,8	12,5	70	125	1,25
8	10,0	14,3	80	143	1,43
9	11,3	16,1	90	161	1,61
10	12,5	17,8	100	178	1,78

Tabelle 9: Umrechnung Grad deutsche Härte in SI- und andere verwendete Einheiten

Allgemein bezeichnet man Wässer mit einer Gesamthärte von bis zu 7 °d als weich, bis 11 °d als mittelhart und über 12 °d als hart.

Die Gesamthärte setzt sich aus zwei verschiedenen, unterschiedlich definierten Bereichen zusammen:

Carbonathärte (temporäre Härte)

Als Carbonathärte bezeichnet man den Anteil an Magnesium- und Calcium-Ionen, für den äquivalente Stoffmengen an Hydrogencarbonat in der Lösung vorliegen. Im Unterschied zur permanenten Härte kann diese durch simples Erhitzen entfernt werden. Dem zu Grunde liegt eine temperaturabhängige Gleichgewichtsreaktion (Kalk-Kohlensäure-Gleichgewicht):



GH = Gesamthärte

Ca²⁺ = Calcium-Ionen

Mg²⁺ = Magnesium-Ionen

Sr²⁺ = Strontium-Ionen

Ba²⁺ = Barium-Ionen



HCO₃⁻ = Hydrogencarbonat-Ion

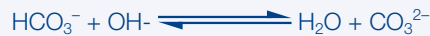
CaCO₃ = Calciumcarbonat („Kesselstein“ oder „Kalkstein“)



In Anwesenheit von kohlenensäurehaltigem Wasser, welches sich durch CO_2 und Wasser bildet, geht Kalkstein (CaCO_3) unter Bildung von Calciumhydrogencarbonat in Lösung. Durch Erhitzen wird das Gleichgewicht jedoch in die umgekehrte Richtung, auf die Seite des sogenannten „Kesselsteins“ verschoben, Calciumcarbonat fällt aus.

Je höher der Anteil der gelösten Carbonate im Wasser, desto größer ist die Pufferkapazität (pH-Wert Stabilität) des Wassers. Sehr weiche Wässer (z. B. destilliertes Wasser) weisen hingegen eine sehr geringe Pufferkapazität auf, was zu Beeinträchtigungen bei Messungen führen kann. Sehr harte Wässer führen hingegen zur Bildung von Kalk und Kalkseifen, wie man sie auch häufig im Alltag (Wasserkocher, Kaffeemaschine) findet. Diese Ablagerungen kommen durch das gebildete Calciumcarbonat zustande.

Durch die in wässrigen Proben enthaltenen Hydrogencarbonate und die gute Pufferkapazität bleibt der pH-Wert stabil, auch bei Eintrag von Säuren bzw. Basen:



HCO_3^- = Hydrogencarbonat-Ion
 H_2CO_3 = Kohlensäure
 CO_2 = Kohlenstoffdioxid
 CO_3^{2-} = Carbonat-Ion



Gleichbedeutend mit dem Begriff der Carbonathärte ist der Begriff der Säurekapazität oder dem Säurebindungsvermögen und der Alkalinität. Die Bestimmung erfolgt titrimetrisch mit Salzsäure gegen den sogenannten p -Wert (p = Phenolphthalein) und den m -Wert (m = Methylorange).

Im ursprünglichen Sinne wurde die Carbonathärte (häufig als $^\circ d$ angegeben) als Säurekapazität mit der Einheit [mmol/L] bzw. im Fischzuchtbereich als Säurebindungsvermögen (SBV) mit der Einheit [mval/L] angegeben. Dieser Wortursprung rührt von der Pufferkapazität des Wassers gegenüber Säuren und der damit verbundenen pH-Stabilität über einen bestimmten pH-Bereich her.

Es handelt sich also bei Carbonathärte, Säurekapazität und Säurebindungsvermögen um identische Begriffe, die lediglich in den verschiedenen Anwendungsgebieten unterschiedlich gebraucht werden können.

Carbonathärte = Säurekapazität = SBV (\triangleq Säurebindungsvermögen)

In der ersten Titrationsstufe erfolgt die Umsetzung der Carbonate zu Hydrogencarbonaten. Verfärbt sich die Probe nach Zugabe des Indikators Phenolphthalein rot-pink, so liegen Carbonate vor und es muss entsprechend mit Salzsäure bis zu vollständigen Entfärbung der Probelösung titriert werden. Den Verbrauch an Salzsäure bis zu Entfärbung bezeichnet man dabei als p -Wert.



In der zweiten Titrationsstufe wird direkt nach der Bestimmungen des p -Wertes der m -Wert bestimmt. Liegt nach Zugabe des Indikators Methylorange eine Blaufärbung vor, so wird bis zum Farbumschlag nach rot titriert. Es werden alle Hydrogencarbonate erfasst.



Erfahrungsgemäß ist der p -Wert bei den meisten Wasserproben sehr klein oder gleich Null, da Carbonate schwerlöslich sind. In dem Fall entspricht die Carbonathärte dem m -Wert.

K_S = Säurekapazität
 K_B = Basenkapazität
 HCl = Salzsäure
 $NaOH$ = Natronlauge
 m -Wert = Carbonathärte
 p -Wert = Teilalkalinität

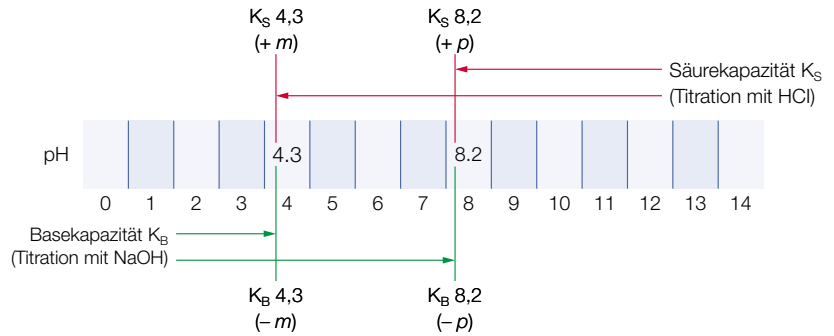


Abbildung 26: Übersicht Säure- und Basenkapazität

Die Carbonathärte ist kleiner, maximal genauso groß wie die Gesamthärte. In Ausnahmefällen kann diese jedoch größer sein und zwar, wenn mehr Carbonat- bzw. Hydrogencarbonate als Erdalkali-Ionen in der Probelösung vorliegen (z. B. bei Alkalicarbonaten $NaHCO_3$).

Bezeichnung	Beschreibung	Einheit
Gesamthärte (Wasserhärte)	Konzentration aller Erdalkali-Ionen, Stichworte: Weiches Wasser, hartes Wasser → Verkalkung, Kalkseifen	SI: mmol/L meist: °d
Calciumhärte (Kalkhärte)	Konzentration aller gelösten Calcium-Ionen	mmol/L oft: °d, mg/L $CaCO_3$ ppm selten: mval/L
Magnesiumhärte	Konzentration aller gelösten Magnesium-Ionen	mmol/L oft: °d oder ppm selten: mval/L
Carbonathärte (Temporäre Härte, vorübergehende Härte)	Konzentration aller als Carbonat- oder Hydrogencarbonat gebundener Erdalkali-Ionen	SI: mmol/L oft: °d oder ppm selten : mval/L
Nichtcarbonathärte (Permanente Härte, Sulfathärte, bleibende Härte)	Konzentration aller nicht als Carbonat- oder Hydrogencarbonat gebundener Erdalkali-Ionen	SI: mmol/L oft: °d oder ppm selten : mval/L
Basenkapazität K_B (Acidität)	Verbrauch an Base ($NaOH$, $c = 0,1$ mol/L) um pH-Wert von 8,2 zu erreichen, Fähigkeit Protonen abzugeben	mmol/L oder: mval/L
Säurekapazität K_S (Säurebindungsvermögen von pH 8,3 bis pH 4,3)	Verbrauch an Säure (HCl , $c = 0,1$ mol/L) um pH-Wert von 4,3 zu erreichen, hohe Säurekapazität: gute Pufferkapazität, nach: DIN 38409-H7-1-2.	mmol/L oder mval/L mg/L $CaCO_3$
Säurebindungsvermögen (Alkalinität)	Fähigkeit Oxonium (H_3O^+) bzw. Wasserstoff-Ionen (H^+) zu binden, Abhängig von basisch wirkenden Ionen, fast nur Carbonate → „Alkalinität = Carbonatalkalinität = Carbonathärte = Säurekapazität“	mmol/L oft: °d oder auch ppm
Gesamtalkalinität	Konzentration aller Ionen, die Säure binden können (Sulfate, Phosphate, etc.)	mmol/L, oft: °d oder ppm selten: mval/L
Carbonatalkalinität	Konzentration aller als Carbonat vorliegender Ionen, die Säure binden können. Meist als Alkalinität bezeichnet, da Carbonate Hauptbestandteil	mmol/L oft: °d oder ppm selten: mval/L

Tabelle 10: Wichtige Begrifflichkeiten zum Thema Härte

Nichtcarbonathärte (permanente Härte)

Die Nichtcarbonathärte setzt sich aus allen übrigen gelösten, nicht ausfällbaren anionischen Erdalkalisalzen zusammen, wie zum Beispiel Sulfate, Chloride oder Nitrate. Der Stoffmengenanteil der einzelnen Bestandteile spielt bei der Bestimmung keine Rolle, da die Resthärte als Summenparameter definiert ist und auch als solcher bestimmt wird.

Die Härte des Wassers ist auch für eine Kläranlage wichtig, weshalb extra Enthärtungsverfahren eingesetzt werden.

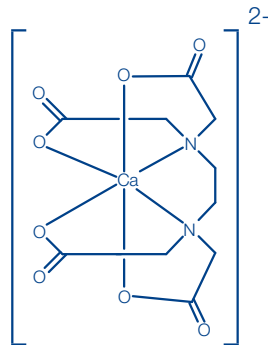
Eine zu hohe temporäre Härte kann zur Abscheidung von Carbonaten auf den Rohrleitungen und Wärmetauschern führen. Zu hohe Calcium- und Magnesium-Ionen-Konzentrationen können zur Ausfällung bestimmter anionischer Parameter führen.

4.3.1.1 Reaktionsgrundlage

Gesamthärte und Resthärte

Je nach Produktbereich (*VISOCOLOR*[®] oder *NANOCOLOR*[®]) und Testkit liegt eine von drei verschiedenen Reaktionen zu Grunde:

(a) Komplexometrische Titration: Reaktionsgrundlage analog zu DIN 38406-3 E3 Bis auf Ausnahme eines einzigen Testkits (*VISOCOLOR*[®] *alpha* Resthärte), erfolgt im *VISOCOLOR*[®] Bereich die Bestimmung der Gesamthärte durch eine komplexometrische Titration, d. h. die Erdalkali-Ionen werden durch das Dinatriumsalz der Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA) unter Bildung eines sogenannten Chelatkomplexes (griech. Chele für Krepsschere) gebunden. Während bei Säure-Base-Titrationen (s. Carbonathärte) der Äquivalenzpunkt mittels Indikatoren, die auf eine Änderung des pH-Wertes mit einer Farbänderung reagieren, erkannt wird, werden bei komplexometrischen Titrationen metallspezifische Indikatoren, die auf eine Änderung der Metall-Ionenkonzentration ansprechen, eingesetzt. Die Chelatkomplexe, die die Indikatoren mit den Metall-Ionen bilden, sind dabei anders gefärbt als die freien Indikatoren.



Chelatkomplexe sind Verbindungen mit mehrzähligen Liganden, die dadurch besonders stabil sind.

M^{2+} = Metall-Ion, $M^{2+} = Ca^{2+}, Mg^{2+}$
EDTA = Ethylendiamintetraessigsäure

Die Reaktion erfolgt bei einem pH-Wert von 10. Dem Flüssigindikator ist eine Puffersubstanz beigemischt, wodurch der pH-Wert eingestellt wird und die bei der Titration entstehenden Wasserstoff-Ionen (Protonen, H^+), die sonst zur pH-Erniedrigung führen würden (die Komplexstabilität nimmt mit fallendem pH-Wert ab), abgefangen werden.

Neben der Puffersubstanz ist der Indikatorzubereitung außerdem Mg-EDTA als komplexometrisch neutrale Substanz beigemischt. Der Calciumkomplex weist eine höhere Stabilitätskonstante als der entsprechende Mg-Komplex auf. Die Folge ist, dass Calcium-Ionen aus diesem Komplex äquivalente Mengen an Magnesium-Ionen freisetzen.

Die Magnesium-Ionen ergeben mit dem Farbindikator einen sehr viel schärferen Farbumschlag, als mit Calcium-Ionen erhalten werden könnte. Hierdurch wird verhindert, dass bei Wasserproben, deren Härte ausschließlich oder zumindest größtenteils durch Calciumsalze hervorgerufen wird, kein scharfer Farbumschlag bzw. infolgedessen keine genaue Endpunkterkennung der Titration erkannt wird.

Vor Titrationsbeginn wird zu der Wasserprobe ein Indikator hinzugesetzt. Dieser Indikator bildet mit den Härtebildnern (Erdalkali-Ionen) locker gebundene Farbkomplexe von roter Farbe.

Anschließend wird mit einer EDTA-Lösung titriert wobei hier zuerst die nicht an den Indikator gebundenen Erdalkali-Ionen in Chelate überführt werden. Nach Bindung dieser freien Ionen, werden die an den Indikator locker gebundenen Ionen ebenfalls durch das EDTA aus dem Komplex entrissen und darauffolgend chelatisiert.

Durch das Auflösen der Indikator-Erdalkali-Ion-Komplexe ändert der Indikator wieder seine Farbe und zeigt dementsprechend durch den Farbumschlag (von rot nach grün) das Titrationsende an. Der Verbrauch an Titrationslösung ist somit ein Maß für die Konzentration der in Lösung vorliegenden Härtebildner.

(b) Kolorimetrie mit Mischindikator (nur bei *VISOCOLOR® alpha* Resthärte)

(c) Photometrische Bestimmung der Gesamthärte/Resthärte mit Phthaleinpurpur. Durch Einsatz eines selektiven Maskierungsmittels kann bei der Gesamthärte zwischen Calcium und Magnesium differenziert werden.

Carbonathärte

Die Bestimmung im *VISOCOLOR®* Bereich erfolgt analog zu DIN EN ISO 9963-1 C24: Die Bestimmung erfolgt als Titration mit Salzsäure gegen einen Mischindikator, dessen Farbe bei pH = 4,5 umschlägt.

Photometrisch kann die Carbonathärte mittels Bromphenolblau ermittelt werden.

4.3.1.2 Probenkonservierung

- Gesamthärte: Die Probe kann nach Vorbehandlung mit HNO_3 auf einen pH-Wert von 1 – 2 maximal einen Monat aufbewahrt werden.
- Carbonathärte: Die Messung muss innerhalb eines Tages erfolgen.
- Die Aufbewahrung sollte in einer PE-Flasche erfolgen, die Lagerung und der Transport bei 4 °C im Dunkeln.

4.3.1.3 Tipps und Tricks

Hintergrundinformationen

- Zur Unterscheidung des Calcium- und Magnesiumgehaltes wird mit einem selektiven Maskierungsmittel bei den photometrischen Gesamthärte-Testen gearbeitet.
- Der Zusammenhang zwischen der Härte eines Wassers sowie der Magnesium- und Calcium-Ionenkonzentration, lässt sich rechnerisch wie folgt erfassen:
Wasserhärte [mmol/L] $\approx \text{Ca}^{2+}$ [mg/L] / 40 + Mg^{2+} [mg/L] / 24,3
bzw. °dH $\approx 0,14 \cdot \text{Ca}^{2+}$ [mg/L] + $0,23 \cdot \text{Mg}^{2+}$ [mg/L]
- Im Normalfall ist die Carbonathärte kleiner als die Gesamthärte. Wenn die Carbonathärte größer als die Gesamthärte ist, liegen abnormale Verhältnisse vor, die geklärt werden sollten (z. B. Einleitung von Alkalihydrogencarbonaten oder hohe Pufferkapazität).
- Als Screening Test zur Bestimmung der Gesamthärte eignen sich die *AQUADUR®* Teststäbchen.

Meerwassertauglichkeit

- Bei fast allen *VISOCOLOR®* und *NANOCOLOR®* Testen ist Meerwasseranalytik möglich, bei einigen ist dafür eine Verdünnung (1 + 29) nötig. Ohne Verdünnung kommt es durch die Chloridstörung zu fehlerhaften Messergebnissen. Nähere Informationen sind der jeweiligen Testanleitung zu entnehmen. Die Bestimmung der Resthärte ist nicht für die Meerwasseranalytik geeignet.

Störungen

- Kupfer(II)-Ionen können den Indikatorumschlag verzögern (> 5 mg/L), bei höheren Konzentrationen sogar vollständig blockieren. Deshalb muss zum Beispiel bei Kupferleitungen vor der Probenahme ausreichend Wasser abgelaufen lassen werden. Zur Beseitigung von Kupferstörungen kann das *VISOCOLOR® ECO* Zusatzreagenz zur Eliminierung von Kupfer-Ionen bei der Bestimmung von Gesamthärte (REF 931929) eingesetzt werden.
- Bei der komplexometrischen Titration kann es bei stark Kohlensäure- oder Eisenhaltigen Wasserproben vorkommen, dass die zugefügte Indikator-Puffermischung für einen stabilen pH-Bereich um 10 nicht ausreicht. In diesen Fällen muss auf eine Verdünnung der Probe mit dest. Wasser (später Berücksichtigung der Verdünnung durch Multiplikation des erhaltenen Wertes mit dem entsprechenden Faktor) oder auf die zusätzliche Zugabe von Indikator-Puffer-Mischungen zurückgegriffen werden. Nach Zugabe der Indikator-Puffer-Mischung sollte für ein einwandfreies Ergebnis immer eine pH-Wert-Überprüfung durchgeführt werden.
- Konzentrationen außerhalb des doppelten Messbereiches können bei den photometrischen Testkits Messwerte simulieren, die innerhalb des einfachen Messbereiches liegen und somit falsch gedeutet werden können. Den von der Probe zu erwartenden Messwert vorher in den vom Test angegebenen Messbereich verdünnen. Bei Wäs-

Kupfer(II)-Ionen stören die Bestimmungen. Deshalb muss bei Kupferleitungen ausreichend Wasser ablaufen gelassen werden.



sem unbekannter Konzentration sollten zur Sicherheit Untersuchungen mit stark unterschiedlichen Verdünnungen durchgeführt werden, bis sich aus der letzten Verdünnung der vorher gefundene Wert bestätigt.

· Weitere störende Ionen sind in den Testanleitungen aufgeführt.

4.3.2 pH-Wert

Der pH-Wert gibt an, ob ein Wasser bzw. eine Lösung sauer, alkalisch oder neutral ist. pH-Werte spielen in der Chemie, Technik und bei biologischen Prozessen eine bedeutende Rolle. Viele chemische Reaktionen, insbesondere chemische Gleichgewichtsreaktionen, werden stark vom pH-Wert beeinflusst. Bei diesen Prozessen ist häufig eine möglichst exakte Bestimmung und entsprechende Regulierung bzw. Einhaltung des vorgegebenen pH-Wertes vorzunehmen. So wird z. B. in der EG-Richtlinie über die Qualität von Wasser für den menschlichen Gebrauch ein pH-Bereich zwischen 6,5 und 9,5 festgelegt. Zur Einstellung eines solchen pH-Wertes kann das Wasser mit handelsüblichen Chemikalien behandelt werden. Wichtige Anwendungsbereiche für etwaige pH-Wert-Regulationen sind z. B. in der Käsebereitung, Futtersilierung, Gerbung, Neutralisation von Abwässern, Chlorung von Schwimmbädern, Papierleimung, Milchsäuregewinnung, Medizin(-technik), Aquaristik, Färbungsvorgängen, Konservierungsprozesse, Kosmetikindustrie und vielen weiteren Bereichen zu finden.

Fische zum Beispiel können nur in einem bestimmten pH-Bereich im Wasser leben. Bei zu niedrigem oder auch bei zu hohem pH-Wert kommt es zu Schädigungen von Haut und Kiemen. Werden Fische über einen längeren Zeitraum solchen pH-Werten ausgesetzt, so kann dies schließlich sogar zum Tod der Tiere führen. Der ideale pH-Bereich für Fischwasser liegt im Allgemeinen zwischen 7 – 8.

Normale Wässer haben meist einen pH-Wert von etwa 6,5 bis 7,5. Häusliche Abwässer reagieren neutral bis leicht alkalisch und gewerbliche Abwässer eher sauer, wie z. B. die Abfallbeizen aus der Eisenverarbeitung.

Die Definition des pH-Wertes beruht auf der sogenannten Autoprotolyse von reinem Wasser. Reines Wasser ist bei Raumtemperatur in geringem Maße zu äquivalenten Teilen in hydratisierte Wasserstoff-Ionen (Hydronium-Ionen) H_3O^+ und Hydroxid-Ionen OH^- gespalten (dissoziiert):



Das Produkt der Konzentration an H_3O^+ - und OH^- -Ionen wird als „Ionenprodukt des Wassers“ bezeichnet und kann annähernd als konstanter Wert angenommen werden:

$$c(\text{H}_3\text{O}^+) \cdot c(\text{OH}^-) = 10^{-7} \text{ mol/L} \cdot 10^{-7} \text{ mol/L} = 10^{-14} \text{ mol}^2/\text{L}^2 \text{ (bei } 25 \text{ }^\circ\text{C)}$$

Mit Hilfe dieses Ionenproduktes kann nun bei gegebener bekannter Konzentration an H_3O^+ - (im Folgenden als H^+ bezeichnet) bzw. OH^- -Ionen die jeweils zugehörige unbekannte Konzentration errechnet werden. Nach Brønsted fungieren Säuren als H^+ -Donoren und Basen als H^+ -Akzeptoren. Beispielsweise erhöht sich bei Zugabe von Säuren in Wasser die Konzentration an H^+ -Ionen, die der OH^- -Ionen nimmt dementsprechend ab. Zur Vereinfachung der Schreibweise der niedrigen Konzentrationen und für eine bessere Vergleichbarkeit, hat man den pH-Wert eingeführt.

Der pH-Wert ist demnach ein Maß für die Säure- bzw. Basenstärke einer wässrigen Lösung. Per Definition ist eine wässrige Lösung im pH-Bereich < 7 sauer (hohe H^+ -Konzentration; niedrige OH^- -Konzentration) und im Bereich > 7 (niedrige H^+ -Konzentration; hohe OH^- -Konzentration) basisch (alkalisch). Ein pH-Wert von 7 (der sogenannte Neutralpunkt) bedeutet also, dass die Konzentration der H^+ -Ionen derjenigen aus der Dissoziation von reinem Wasser (im Gleichgewicht mit den OH^- -Ionen) entspricht.



H_2O = Wasser
 H_3O^+ = Hydronium-Ion
 OH^- = Hydroxid-Ion



Der pH-Wert ist ein Maß für die Säure- bzw. Basenstärke einer wässrigen Lösung.

Der pH-Wert ist dimensionslos.



Mathematisch ist der pH-Wert (lat.: potentia Hydrogenii) als der negative dekadische Logarithmus (Zehnerlogarithmus) des Zahlenwertes der in mol/L angegebenen H^+ -Aktivität definiert und wird aus dem Ionenprodukt des Wassers (Autoprotolyse des Wassers) hergeleitet (in erster Annäherung kann auch mit der H^+ -Ionenkonzentration $[H^+]$ gerechnet werden), so dass eine Zahlenskala von 0–14 erhalten wird. Der pH-Wert ist eine dimensionslose Zahl.

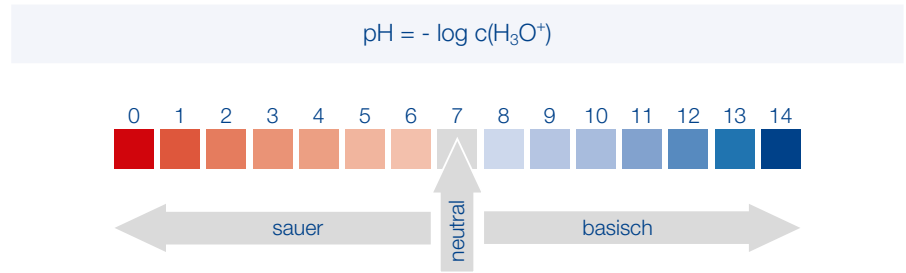


Abbildung 27: pH-Wert Skala

Starke Säuren und Basen, wie z.B. Salzsäure HCl oder Natriumhydroxid $NaOH$ (Natronlauge), liegen in Lösung (fast) vollständig dissoziiert, d. h. in ihre Ionen gespalten, vor. Sie nehmen daher einen starken Einfluss auf die Konzentrationsänderung der H^+ - bzw. OH^- -Ionen, die Folge ist ein niedriger (0–3) bzw. hoher pH-Wert (11–14). Schwache Säuren (z. B. Essigsäure CH_3COOH) und Basen (z. B. Ammoniak NH_3) sind im Wasser nicht vollständig in ihre Ionen gespalten und beeinflussen daher den pH-Wert in geringerer Weise.

Auch Salze aus schwachen Säuren und starken Basen (z. B. Natriumcarbonat Na_2CO_3) bzw. aus schwachen Basen und starken Säuren (z. B. Calciumchlorid $CaCl_2$) ergeben durch Hydrolyse (Reaktion mit Wasser / Spaltung in die einzelnen Ionen) eine pH-Verschiebung nach oben bzw. nach unten. Wird hingegen ein Salz, wie Kochsalz $NaCl$, im Wasser gelöst, so ändert sich der pH-Wert nicht (oder kaum), da hier keine neuen Wasserstoff-Ionen H^+ entstehen bzw. gebunden, d. h. verbraucht werden (Kochsalz zerfällt in die Ionen Na^+ und Cl^-).

pH-Wert	Substanz
0	36,5 %ige Salzsäure
0,9–1,5	Magensäure (verd. Salzsäure)
2,3	Zitronensaft
3,1	Speiseessig
2,0–3,0	Cola
4,0	Wein
4,5	Bier
5,0	Kaffee
5,5	Tee
6,5	Milch
7	reines Wasser
7,4	Blut
8,3	Meerwasser
9,0–10,0	Seife
12,3	gesättigtes Kalkwasser

Tabelle 11: Einige Beispiele für durchschnittliche pH-Werte aus dem Alltag

Der richtige pH-Wert ist für viele Nachweisreaktionen ein wichtiger Faktor. Ist der pH-Wert nicht richtig eingestellt, so beeinflusst dies die Reaktion. Zumeist läuft die Nachweisreaktion weniger selektiv oder gar nicht ab. Eine solche Funktionsstörung kann je nach Test zur Überschreitung oder Unterschreitung der zulässigen Überwachungswerte führen.

Eine weitere wichtige Rolle spielt der pH-Wert in der biologischen Abwasserreinigung. Wird der pH-Wert von 6,0 bis 8,0 nicht richtig eingehalten, so sterben die Bakterien ab und die Reinigung kann nicht erfolgen.

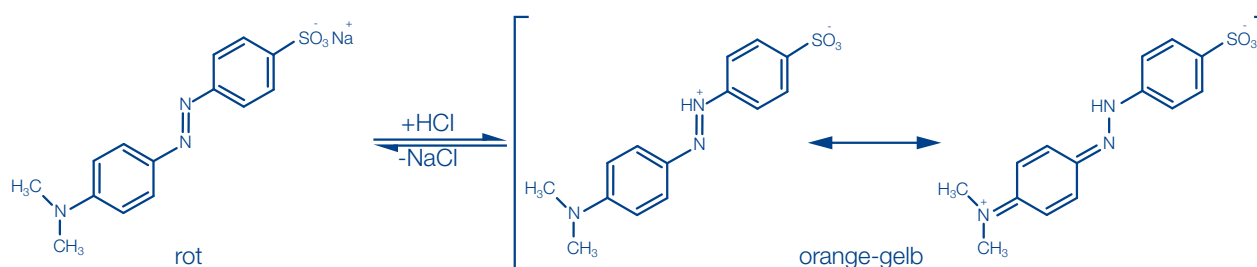
Ein zu hoher pH-Wert (über 9) über einen längeren Zeitraum im Belebungsbecken führt zu einem steigenden Ammoniakgehalt des Wassers. Dadurch kann sich eine Hemmung der Nitrifikation oder des Kohlenstoffabbaus ergeben. Zu hohe oder niedrige pH-Werte können zudem zu einem Flockenzerfall führen. Eine sachgemäße Abtrennung der abfiltrierbaren Niederschläge ist nicht mehr möglich.

Der pH-Wert verändert sich gerade in Kläranlagen durch Eintrag an bestimmten Waschmitteln, Toilettenreinigern (WC-Steine) oder durch Industrieabwässer. Der pH-Wert sollte bei den verschiedenen Abbaustufen kontrolliert werden.

4.3.2.1 Reaktionsgrundlage

Bei pH-Indikatorfarbstoffen handelt es sich um chemische Verbindungen, die pH-abhängig ihre Farbe wechseln. Zumeist handelt es sich um komplexe organische Moleküle. Indikatorfarbstoffe sind selbst Säuren oder Basen und sind deshalb in der Lage Protonen abzugeben oder aufzunehmen.

Die Farbänderung der Indikatoren erfolgt unter dem Einfluss der wechselnden Konzentration der H^+ -Ionen durch Änderung der chemischen Struktur, wobei besonders dem Auftreten chinoider Strukturen bzw. konjugierter Doppelbindungen Bedeutung zukommt. Ein Beispiel hierfür ist der Indikatorfarbstoff Methylorange, der im pH-Bereich 3,0–4,4 einen Farbumschlag von rot nach orange-gelb anzeigt.



Methylorange, Natriumsalz der 4-[4-(Dimethylamino)phenylazo]benzolsulfonsäure; pH 3,0–4,4

pH-Indikatoren sind chemische Verbindungen, die pH-abhängig ihre Farbe wechseln.

Indikatorfarbstoffe stammen aus den unterschiedlichsten organischen Farbstoffklassen (z. B. Azofarbstoffe, Phthaleine, Sulphophthaleine, Benzeneine, Triphenylmethanfarbstoffe, Nitro-Indikatoren, usw.). Der Umschlagsbereich der einzelnen Indikatoren erstreckt sich über 1,2 bis 2,5 pH-Einheiten. Jenseits dieser Grenzen ändern sich Farbton und Farbtiefe nicht mehr.

Ein spezielles Gemisch von verschiedenen Indikatorfarbstoffen nimmt bei jedem beliebigen pH-Wert eine charakteristische Farbe an. Gemische von Indikatorfarbstoffen werden oft als Universalindikatoren bezeichnet, da große Bereiche durch Kombination geeigneter Indikatoren der pH-Skala oder auch der gesamte Bereich von 0–14 abgedeckt wird.

Die photometrische Bestimmung des pH-Wertes (*VISOCOLOR*[®] und *NANOCOLOR*[®]) erfolgt in Wasser mit Phenolrot, einem Triphenylmethanfarbstoff, als Indikator. Eine einfache pH-Messung ist mit pH-Indikatorstäbchen (pH-Fix) möglich.

Im stark sauren Milieu (pH < 1) zeigt Phenolrot eine rote Färbung auf, bei einem pH-Bereich von 1–7,3 eine gelbe Färbung, ins basische gehende (ab pH 7,3) färbt sich der Indikator rot-violett und im stark basischen Milieu (pH > 14) wird Phenolrot farblos. Die verschiedenen Farben sind durch die chemische Struktur bedingt.

4.3.2.2 Probenkonservierung

- Die Probe sollte zügig innerhalb von einem Tag vermessen werden. Eine längere Konservierung ist nicht möglich.

4.3.2.3 Tipps und Tricks

Häufige Fehlerquellen

- Fehlmessungen durch Nichtbeachtung des Einflusses der Temperatur:
Das Ionenprodukt des Wassers ist temperaturabhängig. Der Dissoziationsgrad, d. h. der Prozentgehalt an dissoziierten Molekülen nimmt bei Temperaturerhöhung stark zu. Alle Indikatorpapiere und Indikatorstäbchen sind auf Eichlösungen von 20 °C eingestellt.

· pH-Messungen in gefärbten Lösungen:
pH-Messungen in gefärbten Lösungen bedürfen immer einer Sonderbehandlung. Theoretisch müsste entsprechend der zu untersuchenden Flüssigkeit die Vergleichslösung auf dieselbe Färbung eingestellt werden. Ähnliches gilt für eine getrübe Lösung. Eine besondere Form der pH-Messung in gefärbten Lösungen bietet MACHEREY-NAGEL mit den PEHANON® Indikatorpapieren, bei denen die Farbvergleichsskala während der Messung den gleichen Farbeinflüssen- und Verschiebungen wie das Vergleichsfeld unterliegt. Färbungen und Trübungen werden so kompensiert. Eine Farbkompensation erfolgt ebenfalls bei den kolometrischen VISOCOLOR® Testen.

· Fehlerquellen die sich aus den Inhaltsstoffen der zu untersuchenden Lösung ergeben können:

1) Säure-Basen-Fehler

- Säure-Base-Indikatoren sind ihrer chemischen Natur nach selbst Säuren oder Basen von mehr oder weniger ausgeprägtem Charakter. Infolgedessen hat bereits ihr Zusatz zu nicht oder nur ganz schwach gepufferten Lösungen (z. B. destilliertem Wasser, Neutral-salzlösungen, Lösungen wenig hydrolysierter Salze, sehr schwachen Säuren oder Basen, sehr verdünnten Lösungen von starken Säuren und Salzen) eine bestimmte pH-Änderung zur Folge. Diesen Fehler nennt man, je nachdem ob der Indikator eine Säure oder Base ist, entsprechend Säure- bzw. Basefehler. Diese Fehler sind keinesfalls zu vernachlässigen, in ungünstigen Fällen können diese Fehler mehr als eine pH-Einheit übersteigen.
- Aus diesem Grund „Vorsicht“ beim Messen von pH-Werten in ungepufferten oder schwach gepufferten Lösungen.

2) Salzfehler

- Außer den Wasserstoff-Ionen H^+ üben auch andere Ionen einen, wenn auch geringen, Einfluss auf die Farbentwicklung der Indikatoren aus. Dies kann zu Farbabweichungen bei pH-Bestimmungen in unterschiedlichen Salzlösungen führen. Dieser Effekt wird als „Salzfehler“ bezeichnet.

Bei einer Salzkonzentration $< 0,2 \text{ mol/L}$, kann eine entsprechende Korrektur vernachlässigt werden.

3) Alkoholfehler

- Bei der Verwendung anderer Lösemittel als Wasser wird die Lage des Säure-Base-Gleichgewichtes und somit auch die Indikator-konstante geändert. Dies bedeutet, dass bei einem direkten Farbvergleich eines Indikators in einer wässrigen Pufferlösung mit einer wenig Alkohol enthaltenden Lösung bei Farbgleichheit beider Flüssigkeiten nicht mehr zwangsweise gleiche pH-Werte haben. Bei Raumtemperatur beträgt der Alkoholfehler bis zu 0,5 pH-Einheiten (Indikator-abhängig).

4) Eiweißfehler

- Eiweiße besitzen einen amphoteren Charakter, sie haben sowohl saure- als auch basische Eigenschaften. Demzufolge binden Eiweiße sowohl Indikatoren mit saurem als auch basischem Charakter, wodurch auch der resultierende Farbton beeinflusst wird. Somit wird die pH-Bestimmung in eiweißhaltigen Lösungen oft sehr erschwert oder gar ganz unmöglich gemacht. Der Fehler ist abhängig von der Art und Menge des Eiweißes sowie von der Natur des Indikators.

5) Alkaloidfehler

- Auch Alkaloide sind in der Lage Konglomerate mit bestimmten Indikatoren zu bilden. Sollten Alkaloide anwesend sein, so empfiehlt sich die Durchführung von Blindwertbestimmungen, um den Einfluss der Alkaloide auf die Messung zu überprüfen.

Hintergrundinformationen

· Allgemein reagieren reines Wasser und Neutralsalzlösungen sehr empfindlich auf Kohlenstoffdioxid aus der Luft. Luft enthält ungefähr 0,03 Vol.-% Kohlensäure. Im Gleichgewicht mit der Luft nimmt destilliertes Wasser Kohlensäure auf. Aufgrund dessen zeigt destilliertes Wasser unter normalen Bedingungen keinen neutralen pH-Wert von 7 an.

· Pufferlösungen werden benötigt, um eine konstante Einstellung des pH-Wertes zu erreichen. Puffer sind Lösungen aus einer schwachen Säure und ihrem korrespondierenden Salz (z. B. Essigsäure/Acetat-Puffer) bzw. einer schwachen Base und einem ihrer Salze (Phosphat/Phosphorsäure-Puffer). Der pH-Wert solcher Lösungen ändert sich im Falle von Verdünnungen und selbst bei Zugabe stärkerer Säuren oder Basen in dem für sie definierten pH-Bereich kaum oder gar nicht. Hierbei ist zu beachten, dass alle Pufferlösungen eine bestimmte maximale Pufferkapazität aufweisen. Sobald diese „aufgebraucht“ ist, übersteigt die Zugabemenge den Vorrat der verbrauchten Puffermenge. Zur Messung des pH-Wertes mit Indikatorpapieren ist vor allem eine ausreichende Pufferung notwendig.



Amphotere Verbindungen können in der einen oder anderen Weise reagieren, z. B. als Säuren und Basen.

Meerwassertauglichkeit

· Alle *VISOCOLOR*[®] und *NANOCOLOR*[®] pH Teste sind für die Meerwasseranalytik geeignet.

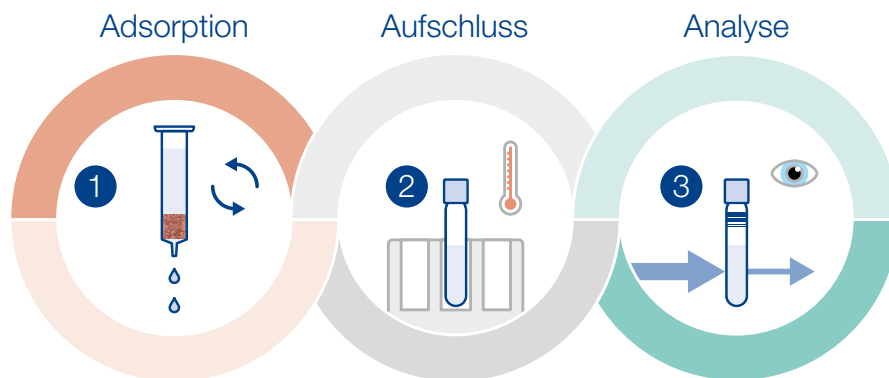
Störungen

· Hohe Gehalte an Neutralsalzen und Kolloiden sowie organische Lösemittelanteile über 10 % können zu verfälschten Messergebnissen führen (siehe: „Häufige Fehlerquellen bei der pH-Messung“).

4.3.3 Adsorbierbare organisch gebundene Halogene (AOX)

AOX steht für adsorbierbare organisch gebundene Stoffe und ist ein Parameter zur Beurteilung und Analyse von Wasser, Abwasser und Klärschlamm. Der AOX-Wert erlaubt dabei eine Aussage über den Gehalt an halogenorganischen Verbindungen, die in der Regel biologisch nicht abbaubar sind. Der Parameter erlaubt somit keine Aussage über die Oxidierbarkeit wie z. B. CSB oder TOC, sondern erfasst sehr spezifische Verbindungen mit enormer Brisanz für Mensch und Umwelt. AOX findet sich in nahezu allen Industriezweigen, z. B. Lackindustrie, Pflanzenschutzmittel, Pharmazeutika, um nur einige Beispiele zu nennen. Da der Anteil an natürlichem AOX verschwindend gering ist, kann beim Eintrag in die Gewässer im Wesentlichen von anthropogen erzeugtem AOX gesprochen werden. Die Bestimmung von AOX ist in der DIN ISO 9652 geregelt, wobei die Analyse in 3 Schritte unterteilt ist:

- 1) Adsorption an Aktivkohle oder ein AOX adsorbierendes Polymer
- 2) Aufschluss und Umsetzung der adsorbierbaren organisch gebundenen Halogene zu frei löslichen Halogeniden
- 3) Instrumenteller Nachweis als freies Halogenid und Rückschluss auf AOX



Adsorption

Beim *NANOCOLOR*[®] AOX-Test werden die gebundenen organischen Stoffe an einen mit Polymer imprägnierten Schwamm (NANOSORB) adsorbiert. Die Probe wird in einer Festphasenextraktion kontinuierlich über den NANOSORB-Schwamm geleitet. Für die Extraktion stehen zwei Extraktionsmethoden zur Verfügung:

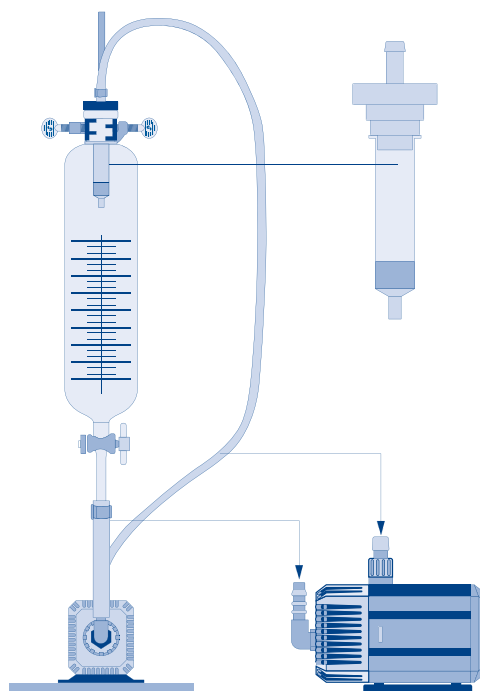
1) Manuelle Extraktion

Für die erstmalige Durchführung des *NANOCOLOR* AOX 03 Tests (REF 985007) mittels manueller Extraktion wird zusätzlich einmalig das Starterset (REF 916111) benötigt. Alle Verbrauchsmaterialien und Reagenzien sind im Testkit enthalten. Die manuelle Extraktion empfiehlt sich insbesondere bei geringem Probenaufkommen und, wenn der Messbereich zwischen 0,1 – 3,0 mg/L AOX von Interesse ist. Dazu werden 100 mL Probenlösung in ein Becherglas gegeben. Anschließend wird die NANOSORB-Kartusche mit dem im Starterset enthaltenen Adapter und der 50 mL Spritze verbunden. Durch 20 gleichmäßige Spülvorgänge mit der Probenlösung werden chlorhaltige Verbindungen adsorbiert. Abschließend wird mit 100 mL Spüllösung das anorganische Chlorid entfernt.

2) Automatisierte Extraktion mit dem Pumpenset

Wird der AOX-Extraktionsschritt mithilfe des Pumpensets (REF 916115) durchgeführt, so wird einmalig zusätzlich zum Testkit *NANOCOLOR* AOX 3 (REF 985007) noch das Starterset (REF 916111) benötigt. Die Extraktion mittels Pumpenset bietet sich vor allem bei der Verwendung des niedrigen Messbereichs von 0,01 – 0,30 mg/L AOX mit 1000 mL Probe an oder, um den Extraktionsschritt, gerade bei hohem Probenaufkommen, zu automatisieren.

Hierzu wird in die Extraktionsapparatur je nach zu messendem Bereich 1000 mL oder 100 mL Probenlösung gegeben und 20 min lang mit der Pumpe extrahiert. Abschließend wird die NANOSORB-Kartusche mit 100 mL Spüllösung gespült, um anorganische Halogenide zu entfernen.



Aufschluss

Beim Aufschluss wird das auf dem NANOSORB als AOX gebundene Halogenide mithilfe eines starken Oxidationsmittels wie dem Peroxodisulfat-Anion und Wärme in Lösung gebracht und kann anschließend mit einer einfachen Halogenidnachweisreaktion detektiert werden (hier am Beispiel Chlorid):



Dazu wird Aufschlussreagenz in eine im Testkit enthaltene leere Rundküvette gegeben und gut durchmischt. Anschließend kann das NANOSORB mithilfe der Pinzette und des Trichters aus dem Starterset in die Küvette gegeben werden. In einem Thermoblock wird die Probe 30 min lang bei 120 °C erhitzt und nach dem Abkühlen angesäuert. Dabei werden alle organischen Halogenide umgewandelt und gelöst.

Bei hoher CSB-Belastung (Erweiterungsset):

Bei CSB-Werten > 50 mg/L wird der AOX-Nachweis gestört, da die „Kraft“ des eingesetzten Oxidationsmittels auch durch den CSB verbraucht wird. Daher führt ein hoher CSB-Wert zu Unterbefunden bei der AOX-Bestimmung. Um auch Proben mit höherer CSB-Belastung analysieren zu können, kann das NANOCOLOR® Erweiterungsset (REF 918072) verwendet werden. Hiermit wird die Oxidationskapazität der AOX-Bestimmung deutlich erhöht. Überschüssiges Peroxodisulfat wird durch das im Erweiterungsset enthaltene Bariumnitrat ausgefällt und verhindert so eine Störung der Halogenidbestimmung im nächsten Schritt.

4.3.3.1 Photometrische Bestimmung und Reaktionsgrundlage

Nachdem die organischen Halogenide im ersten Schritt selektiv am NANOSORB adsorbiert und beim Aufschluss in freie Halogenide umgewandelt wurden, kann im letzten Schritt die AOX-Konzentration über einen Halogenidnachweis bestimmt werden (hier gezeigt am Beispiel von Chlorid):



Als Indikator wird bei der Reaktion eine Mischung aus Quecksilber(II)-thiocyanat und Eisen(III)-nitrat eingesetzt. Das Chlorid fällt als schwerlösliches Quecksilberchlorid aus der Lösung aus, während das Nitrat am Eisen durch Thiocyanat ausgetauscht wird und

einen blutroten Komplex bildet, der photometrisch bei 470 nm nachgewiesen kann. Je nach verwendetem Extraktionsvolumen (100 mL oder 1000 mL Probe) kann der AOX-Wert in den Grenzen 0,1 – 3,0 mg/L oder 0,01 – 0,30 mg/L bestimmt werden.

4.3.3.2 Probenkonservierung

· Bei Einstellung des pH-Werts auf 1 – 2 mittels Salpetersäure ist die Probe max. 1 Monat haltbar.

4.3.3.3 Tipps und Tricks

Was ist im Testkit **NANOCOLOR® AOX 03 (REF 985007)** enthalten?

· Das Testkit **NANOCOLOR® AOX 03** besteht aus vier Boxen mit allen Chemikalien für 20 Bestimmungen. Dies sind im einzelnen:

- 1 Box zur Vorbereitung
- 1 Box mit 20 Leerküvetten
- 1 Box mit 20 NANOSORB Kartuschen
- 1 Box zur Bestimmung

Was ist im Starterset (REF 916111) enthalten?

· Für die erstmalige Durchführung des **NANOCOLOR® AOX 03** Tests (REF 985007) mittels manueller Extraktion wird zusätzlich einmalig das Starterset (REF 916111) benötigt. Das Starterset beinhaltet:

- 1 × Pinzette
- 2 × Trichter
- 1 × Kartuschenadapter
- 2 × Bechergläser
- 2 × Glasstäbe
- 1 × Flasche (1000 mL)
- 2 × Spritzen (50 mL)

Was ist im Pumpenset (REF 916115) enthalten?

· Die Extraktion mittels Pumpenset bietet sich vor allem bei der Verwendung des niedrigen Messbereichs von 0,01 – 0,30 mg/L AOX mit 1000 mL Probe an. Auch bei dieser Extraktionsmethode wird zusätzlich einmalig das Starterset (REF 916111) benötigt. Das Pumpenset beinhaltet:

- 1 × Klammer
- 1 × Muffe
- 1 × Stativ
- 1 × Pumpe
- 1 × Vorratsgefäß (Tropftrichter)
- 1 × Adapter
- Schläuche

Wann sollte der AOX-Test mittels manueller Extraktion durchgeführt werden?

· Wenn vor allem der Messbereich von 0,1 – 3,0 mg/L AOX bestimmt werden soll (Extraktion von nur 100 mL Probe) und ein geringes Probenaufkommen vorliegt.

Welche Artikel werden für die erstmalige Durchführung des AOX-Tests mittels manueller Extraktion benötigt?

· Es wird neben dem Testkit einmalig das Starterset (REF 916111) benötigt.

Wann sollte der AOX-Test mittels Pumpenset durchgeführt werden?

· Das Pumpenset eignet sich vor allem, wenn AOX im Bereich von 0,01 – 0,30 mg/L bestimmt werden soll (Extraktion von 1000 mL Probe) oder wenn unabhängig vom Messbereich der Extraktionsschritt automatisiert werden soll.

Welche Artikel werden für die erstmalige Durchführung des AOX-Tests mittels Pumpenset benötigt?

· Es wird neben dem Testkit einmalig das Starterset (REF 916111) und das Pumpenset (REF 916115) benötigt.

Wann wird das Erweiterungsset benötigt?

· Das Erweiterungsset wird empfohlen, wenn der CSB-Wert über 50 mg/L liegt. Mit dem Erweiterungsset kann der AOX-Wert in Proben bis 1000 mg/L CSB bestimmt werden.

Ist der AOX-Test meerwassertauglich?

- Ja, aufgrund der Testdurchführung in 3 Schritten ist keine Chlorid-Störung durch unter anderem Meerwasser zu erwarten.

Welche Störfaktoren sind bekannt?

- Dämpfe von halogenierten Lösungsmitteln in der Umgebungsluft können zu Überbefunden führen. CSB-Wert über 50 mg/L oder vorherige Filtration der Probe führen zu Unterbefunden. Bei CSB-Werten bis ca. 1000 mg/L bitte das Erweiterungsset (REF 918072) verwenden.

Auf welchen pH-Wert muss die Probe eingestellt werden?

- Beim Start des Adsorptionsschritts sollte die Probe im pH-Bereich zwischen 3 – 5 liegen. Der pH-Wert kann gegebenenfalls mittels Salpetersäure eingestellt werden.

Wie können Proben konserviert werden?

- Bei Einstellung des pH-Werts auf 1 – 2 mittels HNO_3 ist die Probe max. 1 Monat haltbar.

4.3.4 Chlor

Chlor ist ein chemisches Element aus der Gruppe der Halogene. Es kommt in der Natur in Form des Gases Cl_2 vor und ist eines der reaktivsten Elemente der Erde. Es ist stark oxidativ. Chlor und seine Derivate sind die wichtigsten Desinfektionsmittel für die Desinfektion von Schwimmbädern, Wasserleitungen und Wasserspeichern. Galvanikbetriebe setzen Chlor zur Entgiftung von cyanidhaltigen Abfällen ein. Eine regelmäßige Überwachung des Chlorgehalts ist unerlässlich, da zu viel Chlor nicht nur Geruch und Geschmack des Wassers beeinträchtigt, sondern auch gefährlich sein kann.

Man unterscheidet zwischen freiem Chlor und gebundenem Chlor (Chloramine); die Summe aus beiden wird als Gesamtchlor bezeichnet.

4.3.4.1 Was ist Chlor?

Freies Chlor

Freies Chlor ist die Summe zweier hochreaktiver und desinfizierender Substanzen, die sich bilden, wenn sich Chlorgas in Wasser löst.

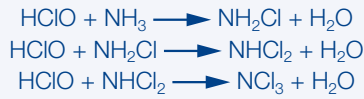
HOCl = Hypochlorige Säure
 OCl^- = Hypochlorit-Ion



Das Desinfektionsverfahren mit freiem Chlor im Wasser wird als Chlorierung bezeichnet. Es wird üblicherweise bei Wasser mit geringen organischen Verunreinigungen eingesetzt. Sie wird zur Verhinderung von Algenwachstum, zur Kontrolle von Geschmack und Geruch in Lebensmitteln, zur Entfernung von Elementen wie Eisen und Mangan, zum Abbau von Schwefelwasserstoff oder Cyaniden und zur Verbesserung der Gerinnung eingesetzt. Zur Desinfektion wird die Chlorierung in Proben mit geringen Konzentrationen schwer zu behandelnder Mikroorganismen, z. B. Giardien oder Cryptosporidien, eingesetzt.

Gebundenes Chlor (Chloramine)

Chloramine, auch bekannt als gebundenes Chlor, bilden sich, wenn freies Chlor zu ammoniakhaltigem Wasser hinzugefügt wird. Chloramine sind immer noch für Desinfektionszwecke verwendbar, daher kann diese Reaktion bei der Wasseraufbereitung erwünscht sein. Es gibt drei Arten von Chloraminen, je nachdem, wie viel Chlor mit dem Ammoniak-Ion reagiert. Es handelt sich um Monochloramin, Dichloramin und Stickstofftrichlorid.



NH_2Cl = Monochloramin
 NHCl_2 = Dichloramin
 NCl_3 = Trichloramin



Die Verwendung von Chloraminen zur Desinfektion wird als Chloraminierung bezeichnet. Da Chloramine ein geringeres Oxidationspotenzial und eine geringere Reaktivität als freies Chlor haben, bilden sie bei der Desinfektion auch weniger Nebenprodukte mit organischem Material. Dies kann von Vorteil sein, da freies Chlor Desinfektionsnebenprodukte wie Trihalomethane bilden kann. Diese Desinfektionsnebenprodukte werden als DBPs bezeichnet und können krebserregend sein. Daher gibt es einen allgemeinen Trend, die Chlorung mit freiem Chlor durch Chloraminierung zu ersetzen. Außerdem ist der Bedarf an Chlor bei der Chloraminierung geringer, da weniger Nebenreaktionen auftreten, was Kosten spart.

Gesamtchlor

Die Summe aller freien und gebundenen Chlorsorten wird als Gesamtchlor bezeichnet. Häufig wird der Gehalt an gebundenem Chlor durch Subtraktion ermittelt, da eine direkte Messung des gebundenen Chlors nicht möglich ist.

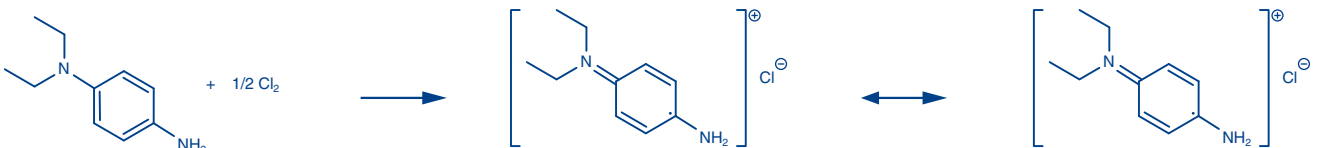
Gesamtchlor = freies Chlor + gebundenes Chlor



4.3.4.2 Reaktionsgrundlage

Chlor wird im Allgemeinen mit kolorimetrischen Methoden überwacht. DPD (*N,N*-Diethyl-*p*-phenylendiamin) ist die am häufigsten verwendete Substanz in photometrischen Chlortestkits. DPD bindet das Chlor der hypochlorigen Säure bei einem pH-Wert von 6,5 unter Abgabe von Wasser zu einem wasserlöslichen rotvioioletten Farbstoff. Der entstandene Farbstoff (Wursters Rot) kann photometrisch bestimmt werden.

Durch Zugabe von Iodid-Ionen kann zwischen den einzelnen Komponenten differenziert werden. Iodid (I^-) setzt das gebundene Chlor frei, so dass hiermit das gesamt-Chlor bestimmt wird.



DPD = *N,N*-Diethyl-1,4-phenylendiamin

Wursters Rot, Semichinon mesomeriestabilisiertes freies Radikal

4.3.4.3 Probenkonservierung

- Probe nach Probennahme möglichst wenig bewegen, da sonst Chlor entweichen kann.
- Probengefäß bis zum Überlauf mehrmals mit der Probe befüllen und luftdicht verschließen.
- Die Probe noch am Tag der Probennahme untersuchen.

4.3.4.4 Tipps und Tricks

Hintergrundinformationen

- Brom und Iod reagieren wie alle Halogene ebenfalls dem DPD-Reagenz. Die Bestimmung von Brom neben Chlor ist durch Zugabe von Glycin ebenfalls möglich. Nähere Informationen sind der Testanleitung zu entnehmen.
- Die Messung von Gesamtchlor muss sofort nach der Bestimmung von freiem Chlor durchgeführt werden.

Meerwasseranalytik

- Bei fast allen *VISOCOLOR*[®] und *NANOCOLOR*[®] Tests ist Meerwasseranalytik möglich. Nähere Informationen sind der jeweiligen Testanleitung zu entnehmen.

pH-Wert

- Die in den Testanleitungen angegebenen pH-Werte der Probenlösung sind einzuhalten. Für die photometrische Messungen sind pH-Werte zwischen 3 – 10 mit Salzsäure oder Natronlauge einzustellen.

Störungen

- Bei der Bestimmung von freiem Chlor werden Brom, Bromamine, Chloramine, Iod und z.T. Chlordioxid miterfasst
- Zu hohe Chlor-Konzentrationen können zu Minderbefunden führen: > 20 mg/L
- Achtung! Kaliumpermanganat (KMnO₄) kann für die photometrischen Test nicht als Standardsubstanz verwendet werden: Es wird empfohlen den Standard *NANOCONTROL* Chlor (REF 92517) zu verwenden.

4.3.5 Sulfat

Neben Sulfid (S²⁻) und Sulfit (SO₃²⁻) ist Sulfat (SO₄²⁻) eine der prominentesten Schwefelverbindungen in natürlichen Gewässern und Abwässern. Sulfat entsteht durch Deprotonierung von Schwefelsäure oder liegt als Anion von Salzen vor. Als Bestandteil zahlreicher natürlicher Mineralien, wie Gips oder Alaun, ist Sulfat in der Natur allgegenwärtig.

Sulfat liegt auch häufig natürlicherweise in Gewässern vor, wo es durch die Auflösung von Gesteinen und Mineralien entsteht. In Deutschland gilt ein Grenzwert von 250 mg/L SO₄²⁻ für Trinkwasser, da höhere Gehalte Korrosion befördern und zu einem bitteren Geschmack führen.

In der Industrie finden Schwefelsäure und Sulfate vielfältige Anwendungen, beispielsweise in der Düngemittelproduktion, wo sie als wichtige Nährstoffe für Pflanzen dienen. Auch in der chemischen Industrie spielen Sulfate eine zentrale Rolle, da sie als Ausgangsstoffe für die Herstellung von verschiedenen Chemikalien genutzt werden. Darüber hinaus werden Sulfate in der Wasseraufbereitung eingesetzt, um Verunreinigungen zu entfernen und die Wasserqualität zu verbessern. In der Bauindustrie sind sie ebenfalls von Bedeutung, da sie in Zement und anderen Baustoffen verwendet werden.

Eine hohe Sulfatkonzentration kann somit auf eine mögliche Verschmutzung des Wassers hinweisen, die durch industrielle Abwässer oder landwirtschaftliche Praktiken verursacht werden kann. Sulfate in hohen Konzentrationen sind schädlich für die Umwelt. Somit hilft die Überwachung von Sulfatkonzentrationen bei der Gewässerbewirtschaftung und beim Schutz von Ökosystemen, um die Auswirkungen menschlicher Aktivitäten auf natürliche Wasserressourcen zu bewerten. Auf Kläranlagen können Sulfate in Abwasser zu chemischen Reaktionen führen, die die Effizienz der Anlage beeinträchtigen und die Bildung von schädlichen Nebenprodukten fördern können.

4.3.5.1 Reaktionsgrundlage

Die Sulfatkonzentration wird bei *NANOCOLOR*[®] und *VISOCOLOR*[®] durch die Fällung mit Barium(II) und anschließender Trübungsmessung bestimmt. Nachgewiesen wird nur frei gelöstes Sulfat.

Um eine präzise und sichere Bestimmung zu gewährleisten, ist es wichtig, dass das Bariumsulfat in der richtigen Partikelgröße fein verteilt in der Küvette ausfällt. Eine genaue Befolgung der Anleitung beugt diesen Fehlern vor. Insbesondere die Reaktionszeit ist streng einzuhalten, um verlässliche Ergebnisse zu erhalten.



Die hochpräzise *NANOCOLOR*[®] Reihe deckt mit *NANOCOLOR*[®] Sulfat LR 200, *NANOCOLOR*[®] Sulfat MR 400, *NANOCOLOR*[®] Sulfat HR 1000 einen breiten Konzentrationsbereich ab, alle analog zur Norm APHA 4500-SO₄²⁻ E. *NANOCOLOR*[®] Sulfat HR 1000 enthält eine nach EP3346269B1 patentierte Rezeptur.

Zur internen Qualitätskontrolle bieten wir verschiedene Standards an: *NANOCONTROL* Multistandard Trinkwasser, *NANOCONTROL* Multistandard Metalle 1 und speziell *NANOCONTROL* Sulfat LR 200.

4.3.5.2 Probenkonservierung

Durch Lagerung bei +1 bis +5 °C ist die Probe bis maximal 7 Tage haltbar. Am besten erfolgt die Lagerung im Dunkeln in einer Glas- oder Polyethylen-Flasche. Das Einstellen des pH-Wertes ist nicht notwendig.

4.3.5.3 Tipps und Tricks

Hintergrundinformationen

- Besteht Unklarheit über die Größenordnung der Konzentration in der zu untersuchenden Probe, so gibt ein Vortest mit QUANTOFIX® Sulfat (REF 91329) schnell Auskunft. Daraus kann die erforderliche Verdünnung für die Bestimmung erkannt und direkt angesetzt werden.

Aufschluss

- Es wird nur frei gelöstes Sulfat bestimmt. Ein Aufschluss ist nicht vorgesehen.

Meerwasseranalytik

- Bei geeigneter Verdünnung in den Messbereich auch zur Bestimmung von Sulfat in Meerwasser geeignet.

pH-Wert

- Die in den Testanleitungen angegebenen pH-Werte der Probelösung müssen eingehalten werden. Gegebenenfalls sollte der pH-Wert mit Salpetersäure oder Natronlauge eingestellt werden.

Störungen

- Trübungen stören den Trübungsnachweis besonders empfindlich.
- Hohe Calcium- und Carbonatgehalte können ebenfalls zur Trübungsbildung führen.
- Weitere störende Ionen sind in den Testanleitungen aufgeführt.

Trübung

- Trübe Proben führen zu falschen Messergebnissen und müssen vor Durchführung des Testes filtriert werden. Die Bildung von Trübungen bei der Reagenzienzugabe ist hingegen erwünscht, da es sich um einen Trübungsnachweis handelt.

Filtration

- Bei grobdispersen Trübungen mit qualitativem Filtrierpapier (z. B. MN 615), bei mitteldispersen Trübungen mit Glasfaserpapieren (z. B. MN 85/70 BF) oder Membranfiltrationssatz GF/PET 0,45 µm, bei feindispersen Trübungen mit Membranfiltrationssatz 0,45 µm oder GF/PET 0,45 µm filtrieren.

4.3.6 Kjeldahl-Stickstoff (TKN)

Der Kjeldahl-Stickstoff (TKN, Total Kjeldahl Nitrogen) ist eine wichtige Kenngröße zur Bestimmung des organischen Stickstoffs sowie des Ammoniumstickstoffs in Wasser, Boden und Lebensmittelproben. Die Kjeldahl-Methode wurde 1883 von Johan Kjeldahl entwickelt.

Die klassische Methode umfasst drei Hauptschritte:

1. Aufschluss: Die organischen Stickstoffverbindungen werden unter Zugabe von konzentrierter Schwefelsäure („Naßveraschung“) sowie eines Katalysators (z. B. Selen, Kupfer oder Titan) zu Ammonium (NH_4^+) umgesetzt.
2. Destillation: Das entstehende Ammonium wird durch Zugabe von Lauge in Ammoniak (NH_3) umgewandelt und durch Destillation in eine Absorptionslösung überführt.
3. Bestimmung: Die quantitative Analyse erfolgt entweder titrimetrisch oder photometrisch.

Bei der von uns genutzten Methode handelt es sich um ein vereinfachtes Verfahren, welche speziell auf die Analyse von kommunalem Abwasser sowie Oberflächen-, Grund und Trinkwasser ausgelegt ist. Dieses Verfahren verzichtet auf die aufwendige Destillation und legt zu Grunde das die Proben nur Spuren an Nitrit beinhalten.

Reaktionsgrundlage

Zur vereinfachten Stickstoff-Bestimmung nach Kjeldahl werden sowohl der Gesamtstickstoffgehalt (TN_b -Wert) als auch der Nitratgehalt (NO_3 N-Wert) der Probe bestimmt. Der TN_b -Wert wird durch einen oxidativen Aufschluss und anschließende photometrische Auswertung nach Reaktion mit 2,6 Dimethylphenol in einer Schwefelsäure-Phosphorsäure-Mischung bestimmt. Zur Ermittlung des NO_3 N-Wertes wird analog ohne Aufschluss verfahren. Der gesamt-Kjeldahl-Stickstoff-Wert (TKN-Wert) ergibt sich durch Differenzbildung von TN_b und NO_3 -N.

Probenkonservierung

Die Probe kann nach Stabilisierung des pH-Wertes mit H_2SO_4 auf pH 1 – 2 max. 7 Tage bis zu Analysebeginn gelagert werden (Aufbewahrungsgefäß: PE- oder Glas-Flasche).

Die entnommene Probe sollte für die TKN-Bestimmung des zu untersuchenden Wassers möglichst repräsentativ sein und somit gründlich vermischt oder einem Dispergiergerät homogenisiert werden.

4.3.7 Tipps und Tricks

Meerwasseranalytik

- Der Teste *NANOCOLOR*[®] gesamt -Kjeldahl-Stickstoff TKN 16 ist für die Meerwasseranalytik nicht geeignet.

pH-Wert

- Der pH-Wert der jeweils aufzuschließenden Probe muss zwischen pH 5 und 9 liegen. Gegebenenfalls den pH-Wert mit Schwefelsäure oder Natronlauge einstellen.

Störungen

- Stickstoffkonzentrationen außerhalb des doppelten Messbereiches können Messwerte simulieren, die innerhalb des einfachen Messbereiches liegen und somit falsch gedeutet werden können.
- Bei Proben, die große Mengen an Oxidationsmittel verbrauchen (z. B. bei CSB-Werten über 500 mg/L O₂), besteht die Gefahr eines unvollständigen Aufschlusses. In diesen Fällen ist der Aufschluss mit der zuvor verdünnten Originalprobe zu wiederholen.
- Chlorid kann in hohen Konzentrationen (> 500 mg/L Cl⁻) sowohl den Aufschluss, als auch die inkludierte Nitratbestimmung stören. In diesen Fällen ist die Bestimmung mit einer entsprechend verdünnten Originalprobe zu wiederholen.
- Nitrit wird bei der inkludierten Nitratbestimmung miterfasst. Daraus resultieren bei Nitritkonzentrationen ab 2 mg/L NO₂-N ein Unterbefund bei der TKN-Bestimmung.

Trübung

- Trübungen führen zu höheren Messwerten

5. Absicherung der Analyseergebnisse

Ein Messergebnis an sich muss nicht unbedingt richtig sein. Zahlreiche Faktoren beeinflussen die Messung. Deshalb ist es umso wichtiger, Messergebnisse abzusichern. Welche Faktoren die Messung beeinflussen und wie man das Messergebnis absichert, ist in diesem Kapitel erläutert.

5.1 Fehlerquellen in der Photometrie

In der Photometrie wird die Konzentration der Probelösung mit Hilfe des Lichtes gemessen. Das Messergebnis ist der ermittelte Wert der Messgröße Extinktion, der durch Auswertung der Messung erhalten wird. Praxisbedingt unterliegt diese Methode Störungen. Viele dieser Störungen sind in der Natur der Messmethode begründet, aber auch das Handling und die praktische Durchführung können zu Fehlern führen.

Fehler in der Analytik werden nach der ISO/TS 13530:2009-03: Wasserbeschaffenheit – Richtlinie zur Qualitätssicherung für die chemische und physikalisch-chemische Wasseruntersuchung beschrieben. Bei chemischen Analysen von Wässern und Abwässern sind alle Messverfahren mit gewissen Fehlern behaftet. Das heißt, alle gemessenen Konzentrationen können von ihrem wahren Wert abweichen.

! Alle Messverfahren sind mit gewissen Fehlern behaftet.

Zu unterscheiden sind dabei zufällige Fehler und systematische Fehler. Zufällige Fehler werden durch unbeeinflussbare Änderungen während der Analysen hervorgerufen. Sie streuen in ihrem Betrag und auch in ihrem Vorzeichen. Es ist keine Tendenz der Fehler erkennbar, das heißt, bei jeder Messung wird ein anderer Wert erhalten. Mit Hilfe von statistischen Methoden, meistens in Form von Fehlerrechnungen, lassen sich zufällige Fehler rechnerisch abschätzen. Je mehr Messwerte der Fehlerrechnung zu Grunde liegen, umso besser kann die Abschätzung erfolgen. Systematische Fehler liegen hingegen immer dann vor, wenn die Ergebnisse eine Tendenz aufweisen, unabhängig davon, ob die erzielten Messergebnisse größer oder kleiner sind. Charakteristisch ist, dass systematische Fehler bei jeder Messung auftreten. Demzufolge können systematische Fehler nicht einfach durch Wiederholungsmessungen entdeckt werden. Zur Aufklärung systematischer Fehler bedarf es je nach Fehlerursache zum Beispiel einer anderen Analytik, einem anderen Messgerät oder einer anderen Probenvorbereitung.

Die Unterschiede zwischen systematischen und zufälligen Fehlern sowie den Qualitätsparametern Richtigkeit und Präzision sind in Abbildung 28 veranschaulicht.

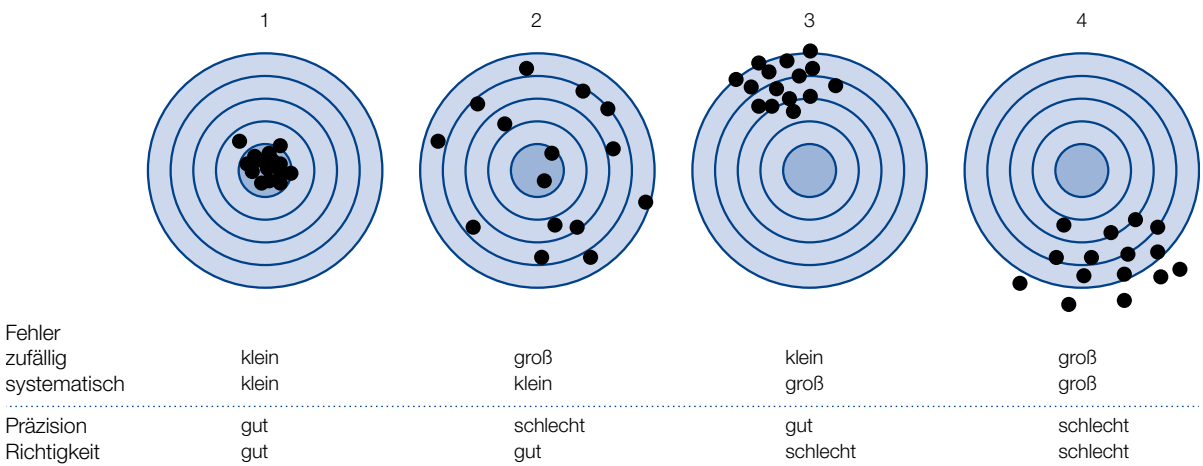


Abbildung 28: Fehler in der Analytik

1. Fall: Alle Treffer liegen mittig beieinander, es handelt sich um eine gute Präzision. Der statistische Fehler ist klein, der systematische Fehler null. Das Ergebnis ist richtig.
2. Fall: Die Treffer liegen weit verstreut um den Mittelpunkt. Die Präzision ist schlecht, aber das Ergebnis ist im Mittelwert richtig. Der statistische Fehler ist groß, der systematische Fehler null. Das Ergebnis ist unsicher.

3. Fall: Die Treffer liegen dicht beieinander, aber nicht mittig. Die Präzision ist gut, aber das Ergebnis ist falsch. Der zufällige Fehler ist klein, der systematischer Fehler groß.
 4. Fall: Die Treffer sind weit verstreut und in eine Richtung verschoben. Das Ergebnis ist unpräzise und falsch.

Eine Messung kann demnach zwar präzise, aber trotzdem falsch sein.

5.1.1 Trübungen

Trübung ist eine optische Eigenschaft einer flüssigen Probe, welche die Klarheit beschreibt. Trübung wird durch kleine suspendierte (ungelöste) Partikel verursacht, die eine vom Medium abweichende Brechzahl aufweisen. Hieraus resultieren Absorption, Streuung und Reflexion des eingestrahlenen Lichtes.

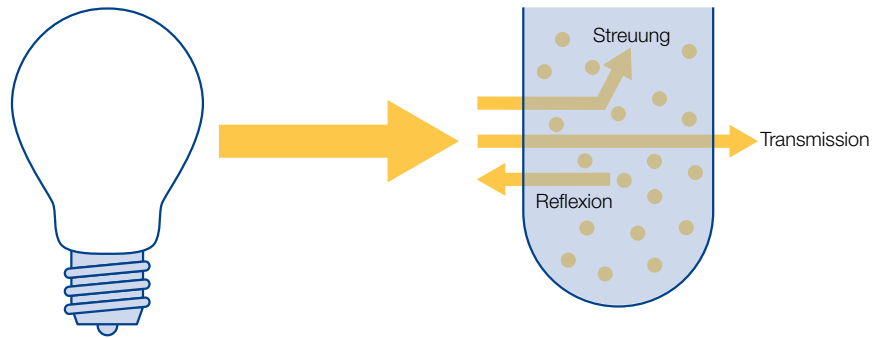


Abbildung 29: Verhalten von Licht an suspendierten Teilchen

Generell gilt, je höher die Trübung, desto intensiver ist das resultierende Streulicht. Faktoren, die diese Intensität beeinflussen, sind zum Beispiel die Wellenlänge des einstrahlenden Lichtes, die Partikelgröße bzw. -form, der Brechungsindex oder auch die Farbe der Messlösung. Um eine bessere Vergleichbarkeit von Trübungen gewährleisten zu können, wird auf die Photometrie als objektives Messverfahren zurückgegriffen. Bei starken Trübungen empfiehlt sich die sogenannte Durchlichtmessung in einem Messwinkel von 180° (Extinktionsmessung). Liegt hingegen eine niedrige Trübung in der Probe vor, eignet sich eine Messung im Winkel von 90° (nephelometrische Trübungsmessung).

In der Photometrie sind Trübungen eine häufig unterschätzte Fehlerquelle. Sie beeinflussen den Messwert und sind visuell nicht immer einfach zu erkennen. Bereits geringe, mit dem Auge nicht wahrnehmbare Trübungen können analytische Ergebnisse extrem verfälschen.

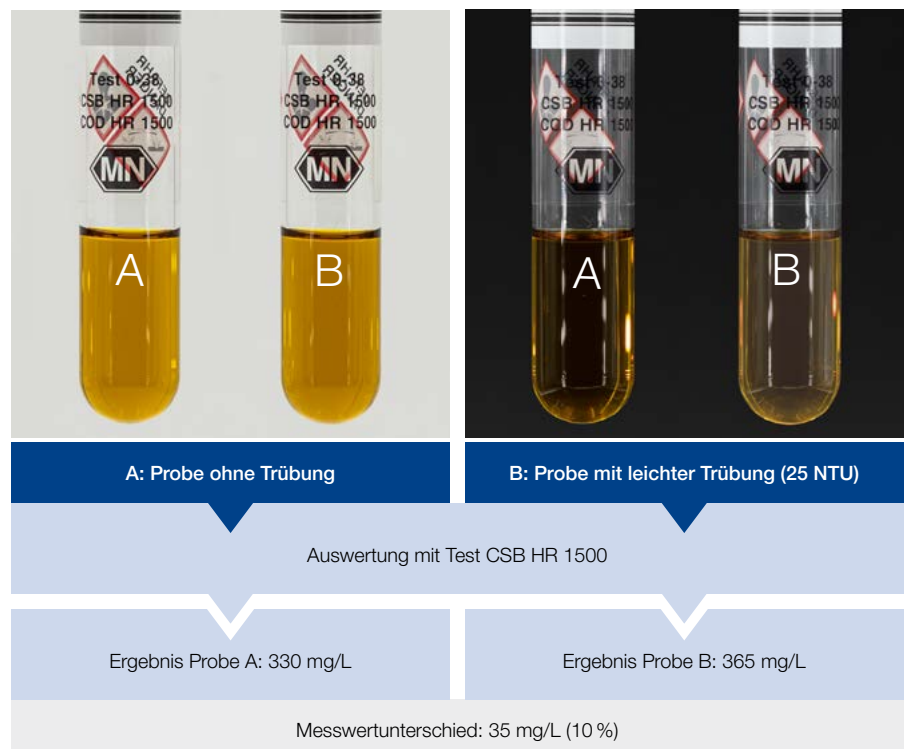


Abbildung 30: Messwertabweichungen durch kaum sichtbare Trübungen in der Probe

Ob eine Trübung zu Mehr- oder Minderbefunden führt, hängt vom eingesetzten Rundküvettentest ab, die Messwertabweichung hingegen von verschiedenen Faktoren wie zum Beispiel Wellenlänge, Faktor des Testes, etc.

Messmethoden

Als Trübungsstandard wird in der Regel Formazin verwendet.

Trübungen können einerseits mit halbquantitativen Verfahren bestimmt werden, wie zum Beispiel mit Durchsichtigkeitszylindern oder Sichtscheiben. Zudem besteht die Möglichkeit, Trübungen quantitativ mit optischen Messungen zu ermitteln.

Messmethoden: Nephelometrie (Streulichtmessung)

Empfohlener Messbereich: 0–40 FNU (DIN EN ISO 7027) Lichtquelle und Detektor sind in einem 90°-Winkel zueinander ausgerichtet. Gemessen wird die Lichtintensität, die von in der Probe ungelösten Partikeln gestreut wird.

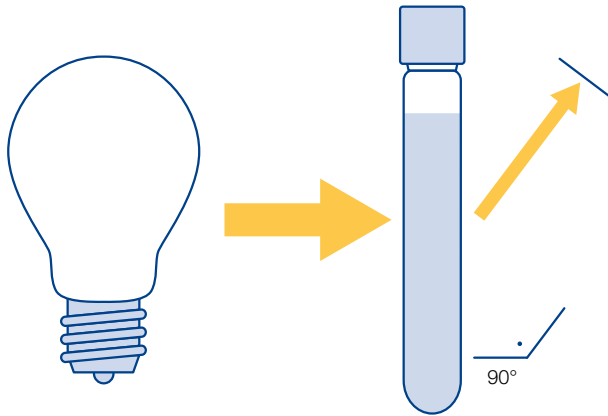


Abbildung 31: Streulichtmessung

Die internationale Einheit ist die nephelometrische Trübungseinheit NTU (nephelometric turbidity unit). Weitere Einheiten sind FTU (formazine turbidity unit), FNU (formazine nephelometric unit) und TE/F (Trübungseinheit Formazin).

Messmethoden: Extinktionsmessung (Durchlicht- bzw. Absorptionsmessung)

Empfohlener Messbereich: 40–4000 FAU (DIN EN ISO 7027) Lichtquelle und Detektor befinden sich auf derselben Achse (180°-Winkel). Gemessen wird die reduzierte Lichtintensität, die nach Durchdringen der Probe verbleibt.

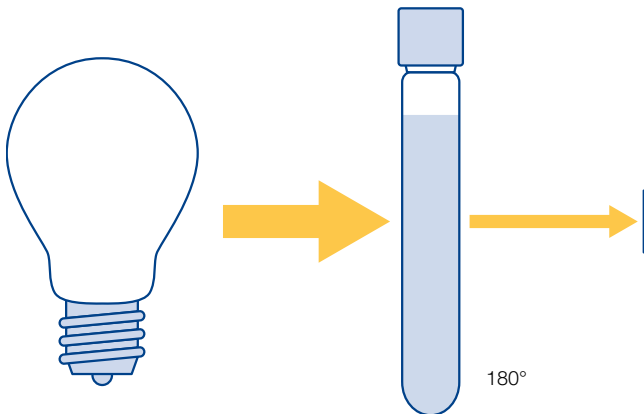


Abbildung 32: Durchlichtmessung

Die internationale Einheit ist FAU (formazine attenuation unit). In Deutschland wird auch der spektrale Absorptionskoeffizient SAK [1/m] angegeben.

Wahl der Messmethode

Zur richtigen Wahl der Messmethode ist eine Vorkenntnis der Partikelgröße bzw. -konzentration hilfreich. Generell gilt:

- Durchlichtmessung bei mittlerer bis hoher Trübungskonzentration (ca. 40 bis 4000 FAU). Wird zum Beispiel bei der Bestimmung des Feststoffgehaltes in Belebtschlamm verwendet.
- Streulichtmessung bei niedriger Trübungskonzentration (ca. 1–40 FNU). Wird zum Beispiel bei gereinigtem Abwasser eingesetzt.

Wahl der Wellenlänge

Trübungspartikel absorbieren aufgrund ihrer dreidimensionalen Struktur nahezu bei allen Frequenzen. Eine zusätzliche Absorption von Farben im sichtbaren Bereich kann im Infrarot (IR)- bzw. Nahinfrarot (NIR)-Bereich umgangen werden. Die Abschwächung der Transmission ist entsprechend ein Maß für die trübungsverursachende Feststoffkonzentration. Die photometrische Auswertung von Trübungen erfolgt in der Regel bei einer Wellenlänge von 860 nm (DIN EN ISO 7027).

Typische Trübungswerte

Die Trübung spielt bei der Beurteilung verschiedenster Wässer wie zum Beispiel bei Trinkwasser, industriellen Abwässern und Kesselspeisewasser eine wichtige Rolle. Eine besondere Bedeutung kommt der Trübung bei der Qualitätskontrolle in der Getränkeindustrie zu, etwa bei der Herstellung von Fruchtsäften oder Bieren. Im Abwasserbereich bietet die Trübungsmessung eine gute Möglichkeit zur Beurteilung der Effizienz von Filterung und Reinigung. Typische Trübungswerte können der folgenden Tabelle entnommen werden.

Probe Trübung	NTU
Trinkwasser	0,02 – 0,5
Formazin-Stammlösung	4000
Kläranlagenzulauf	70 – 2000
Kläranlagenablauf	2 – 40

Tabelle 12: Typische Trübungswerte

NTU Check Automatische Trübungskontrolle bei Rundküvettentesten



Maximale Messwertsicherheit

- Weltweit einzigartige Lösung bei Trübungsproblemen
- Automatische Trübungskontrolle für Rundküvettenteste
- Direkte Trübungsanzeige in NTU gemäß DIN ISO 7027
- Warnung vor potentiellen Störungen



Mit Hilfe unserer Filter- und Spektralphotometer können sowohl Streulicht- als auch Durchlichtmessungen zur Trübungsmessung angewendet werden.

Die Durchlichtmessung erfolgt in 50 mm Rechteckküvetten und ist mit Filterphotometern sowie Spektralphotometern durchführbar (Ausnahme sind Filterphotometer die lediglich über einen runden Küvetenschicht verfügen, wie zum Beispiel das Kompaktphotometer PF-12^{Plus}).

Photometer	Messmethode	Methodennummer	Trübungseinheit [Wellenlänge]
NANOCOLOR [®] VIS NANOCOLOR [®] uv/vis PF-12 ^{Plus}	Nephelometrie	3-07	1 – 1000 NTU / FNU [λ = 860 nm]
NANOCOLOR [®] uv/vis II	Nephelometrie	3-07	0,1 – 1000 NTU / FNU [λ = 860 nm]
NANOCOLOR [®] VIS NANOCOLOR [®] uv/vis NANOCOLOR [®] uv/vis II	Durchlichtmessung	3-05 [50 mm ReKT]	2 – 400 FAU [λ = 860 nm]
		3-06 [50 mm ReKT]	1 – 100 FAU [λ = 550 nm]
		1-92 [50 mm ReKT]	1 – 100 FAU 0,5 – 40 1/m [λ = 620 nm]
		3-10	0 – 750 mg/L TSS [λ = 860 nm]
NANOCOLOR [®] 350 D NANOCOLOR [®] 400 D NANOCOLOR [®] 500 D	Durchlichtmessung	1-92 [50 mm ReKT]	1 – 100 FAU 0,5 – 40 1/m [λ = 620 nm]
		3-10	70 – 750 mg/L TSS [λ = 690 nm]

Tabelle 13: Trübungsmessungen mit NANOCOLOR[®] Photometern

Automatische Trübungsmessung für Rundküvetteneste – NTU-Check

Die NANOCOLOR[®] Spektralphotometer sowie das neueste Kompaktphotometer PF-12^{Plus} bieten die Möglichkeit bei der Durchführung von NANOCOLOR[®] Rundküvettenesten automatisch die Trübung der Probe in NTU zu bestimmen und anzeigen zu lassen. Mit dieser Funktion werden Messfehler aufgrund von Trübungen der Probe sicher erkannt. So wird die Messwertsicherheit erhöht. Wenn Sie den NTU-Check aktivieren wird bei jeder Rundküvettenmessung die nephelometrische Trübung zusätzlich bestimmt.

Der NTU-Wert wird im Display angezeigt. Durch ein individuell einstellbares NTU-Limit werden Messwert und NTU-Ergebnis als visuelle Warnung in rot dargestellt. In den Einstellungen (Menü) des Photometers kann der NTU-Check aktiviert bzw. deaktiviert werden.

Welche Faktoren beeinflussen Trübung?

1) Matrix

Partikelart und -größe nehmen ebenfalls Einfluss auf die Intensität des austretenden Lichtstrahls. Um hier eine möglichst hohe Vergleichbarkeit zu gewährleisten, sollten trübe Proben vor einer Messung mit einem Magnetrührer aufgerührt werden.

2) Wellenlänge

Allgemein lässt sich der Zusammenhang zwischen der gemessenen Extinktion trüber Proben und der Messwellenlänge in Abbildung 33 erkennen. Für den Wellenlängenscan wurde ein 50-NTU-Trübungsstandard verwendet.

E = Extinktion
 λ = Wellenlänge [nm]

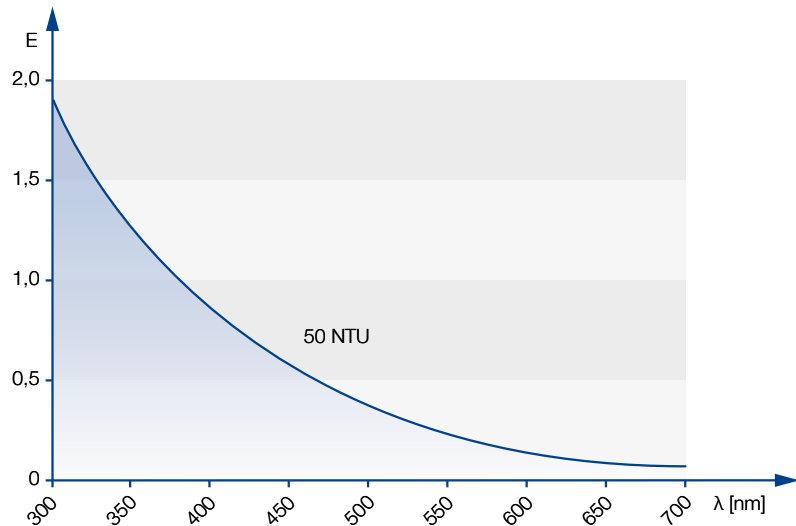


Abbildung 33: Zusammenhang zwischen Wellenlänge und Extinktion bei 50 NTU

Die Extinktion der trüben Probe nimmt mit zunehmender Wellenlänge ab. Bei der Messung eines NANOCOLOR® Rundküvettentestes bei verschiedenen Wellenlängen werden demnach auch unterschiedliche Messwerte erhalten.

3) Faktor

Bei Vorliegen trüber Proben kommt es aufgrund der zusätzlichen Partikel zu einer Verfälschung des Messergebnisses. Je nach Messrichtung des Testes resultieren hierbei Mehr- oder Minderbefunde. In welchem Ausmaß dieses Messergebnis vom wahren Wert (ohne Trübung) abweicht, hängt, neben der Wellenlänge, ebenfalls vom jeweiligen Faktor ab.

Das folgende Beispiel soll dies verdeutlichen:

Die Trübung einer CSB-Probe macht bei einer Wellenlänge von 620 nm einen zusätzlichen Extinktionswert von 10 mE aus. Nun wird diese Probe mit 2 verschiedenen Testen, CSB 4000 (Test 0-11) bzw. CSB 1500 (Test 0-29), ausgewertet. Folgende Faktoren sind für diese Teste hinterlegt:

Test 0-11 F = 5600
Test 0-29 F = 1740

Die Konzentrationsberechnung der Probe erfolgt über die Formel

$$c = F \times E$$

Die Trübung würde somit zu folgenden Messfehlern in Form von Mehrbefunden führen:

Test 0-11 F = 5600 $\Rightarrow \Delta c = 0,01 \times 5600 = + 56,0$ mg/L

Test 0-29 F = 1740 $\Rightarrow \Delta c = 0,01 \times 1740 = + 17,4$ mg/L

Je höher der testspezifische Faktor ist, umso größer ist die Messwertabweichung.

Als Grenzwert empfehlen wir für die integrierte NTU-Check-Funktion einen Wert von 10 NTU. Damit ist eine maximale Sicherheit für alle NANOCOLOR® Rundküvettenteste gegeben.

Vorgehensweise bei Trübungen

- Verdünnungen sind für alle Wasserproben und Teste ein geeignetes Mittel zur Verringerung des Einflusses von Störsubstanzen und Trübungen. Prinzipiell sollte immer die Möglichkeit einer Probenverdünnung in Erwägung gezogen werden. Weitere Informationen finden Sie im Abschnitt 5.3.3 IQK-Karte 5: Plausibilitätsprüfung durch Verdünnung und Aufstockung, Seite 104.
- Eine Filtration kann vor der Bestimmung von Einzelparametern eingesetzt werden. Bei der Bestimmung von Summenparametern (z. B. CSB, gesamt-N und gesamt-P) ist eine Filtration im Allgemeinen nicht zulässig. Der Vorgang der Filtration ist genauer im Abschnitt. 5.2.1 Filtration, Seite 99 erläutert.
- Eine Korrekturwertermittlung ist erforderlich, wenn die Trübung durch Reagenzienzugabe während der Nachweisreaktion entsteht oder die Probe nicht durch eine Filtration vorbehandelt werden darf (z. B. bei Summenparametern). Weitere Informationen zu der Korrekturwertermittlung finden Sie im Abschnitt 5.2.2 Korrekturwert, Seite 100.

c = Konzentration
E = Extinktion
F = Faktor



In der Regel werden bei Bestimmungen mit vorausgehendem Aufschluss im Thermoblock alle Farben und Trübungen unter den Aufschlussbedingungen zerstört. Trübungen, die zum Beispiel nach einem CSB-Aufschluss verbleiben, sind meist auf ausgefallenes Quecksilberchlorid zurückzuführen. Diese Trübung kann bei zu schnellem Messen zu Messdiskrepanzen führen. Bei Werten > 10 NTU empfehlen wir mit der Messung zu warten, bis sich diese Partikel abgesetzt haben. Bei der CSB-Bestimmung können zu hohe Chloridkonzentrationen ebenfalls zu feindispersen Trübungen führen, da diese nicht ausreichend maskiert wurden. Durch eine erneute kurze Temperaturerhöhung setzt sich diese Trübung schneller ab. Wir empfehlen die Küvette für 1 Minute in den ca. 50 °C warmen Thermoblock zu stellen.

5.1.1.1 Tipps und Tricks

Kalibrierung

· Die Geräte müssen regelmäßig kalibriert werden. Wir empfehlen dies mit Hilfe unseres Trübungsstandards *NANOCONTROL NANOTURB* vierteljährlich durchzuführen.

Konservierung

· Eine Konservierung ist nicht möglich, Trübungsmessungen müssen möglichst direkt nach der Probenahme erfolgen. Bei zu langer Wartezeit kann es zu einem Herabsetzen oder zum Ausflocken der Trübungspartikel kommen, die Folge ist ein verfälschter Messwert.

Messküvette

· Die Küvette muss frei von Kratzern und Fingerabdrücken sein.
· Je nach Trübungsmessung muss zwischen der Küvetten-Art unterschieden werden. Bei Extinktionsmessungen können sowohl Rund- als auch Rechteckküvetten eingesetzt werden (180°-Messung). Für die nephelometrische Trübungsmessung kommt ausschließlich die Rundküvette zum Einsatz (90°-Messung).

Störungen

· Die Probe muss zum Zeitpunkt der Trübungsmessung komplett frei von Luftblasen sein, da es sonst zu erhöhten Messergebnissen kommen kann. Luftbläschen können zum Beispiel durch Erwärmen der Messprobe auf etwa 30 °C oder durch Verwenden eines Ultraschallbades beseitigt werden.

Umrechnungsfaktoren

· Es gibt keine Beziehung zwischen dem Trübungswert und dem Feststoffgehalt in mg/L oder ppm. Hierfür müssten optische Eigenschaften, Größe und Form der im Wasser suspendierten Feststoffe bekannt sein. Eine Umrechnung ist also nicht einfach möglich.

5.1.2 Färbungen

Wie auch Trübungen haben Färbungen einen großen Einfluss auf die Photometrie. Ist die Probelösung bereits intensiv eigengefärbt oder entwickeln sich im Laufe der Reaktion durch störende Ionen andere Färbungen, so kann kein richtiges Ergebnis erhalten werden. Färbungen schwächen das Licht zusätzlich (erhöhte Extinktion) und führen zu abweichenden Messwerten.

Aus diesem Grund muss die Probelösung idealerweise so vorbereitet werden, dass keine Färbung mehr vorhanden ist. Eine Möglichkeit besteht in einem oxidativen Aufschluss, bei dem komplexierte Verbindungen, die meist farbgebend sind, zerstört werden. Welche Aufschlussverfahren für welchen Parameter zur Verfügung stehen, finden Sie unter dem jeweiligen Parameter in Kapitel 4. Wichtige Parameter in der Wasser- und Abwasseranalytik, Seite 35 und in Kapitel 3. Aufschlussverfahren, Seite 27.

Ist ein Aufschluss nicht möglich oder gewünscht, da nicht der Gesamtgehalt eines Parameters in der Probe, sondern nur der gelöste Anteil bestimmt werden soll, so kann mit einem Korrekturwert gearbeitet werden. Weitere Erläuterungen zum Korrekturwert finden Sie im Abschnitt 5.2.2 Korrekturwert, Seite 100.

5.1.3 Probenvorbereitung

Die Probenvorbereitung ist genauso wichtig wie die nachfolgende Analytik. Wird die Probe falsch konserviert (Verwendung falscher Säuren oder Basen, falsche Lagertemperatur, falsches Probengefäß) und falsch vorbereitet (Aufschluss, Filtration), so können keine richtigen Resultate erhalten werden. Prüfen Sie deshalb parameterspezifisch, wie die korrekte Probenvorbereitung aussieht. Weitere Informationen dazu erhalten Sie auch in dem Kapitel 2. Probenahme, Konservierung und Probenvorbereitung, Seite 19.



Beurteilung von Trübung oder Färbung

Wenn Sie sich nicht sicher sind, ob eine störende Trübung oder Färbung vorhanden ist, so kann einfach ein Nullabgleich der Probelösung mit destilliertem Wasser durchgeführt werden. Bei Trübungen kann auch der NTU-Check genutzt werden.



Färbungen schwächen das Licht und führen zu abweichenden Messwerten.

5.1.4 Stör-Ionen

Alle Teste basieren auf chemischen Reaktionen, welche die Ionen in farbige Komplexe überführen. Nur sehr wenige Reaktionen sind in der Chemie selektiv, das heißt, sie werden von anderen Ionen nicht gestört.

In der Praxis reagieren neben der gesuchten Verbindung andere Ionen mit den Reagenzien zu dem gleichen Komplex, zu einem Komplex mit anderer Farbe oder behindern gar den Ablauf der Reaktion. Deshalb ist es wichtig, die Zusammensetzung der Probelösung zu kennen und auf Stör-Ionen zu achten. In den Testanleitungen der Teste sind die störenden Ionen sowie die Konzentration, ab der eine Störung auftritt, angegeben.

Die einfachste Möglichkeit Störungen zu umgehen sind Verdünnungen. Bei Verdünnungen muss jedoch immer der Messbereich des Testes berücksichtigt werden. Eine Verdünnung macht keinen Sinn, wenn der Messbereich des Testes unterschritten wird. Die Konzentration des zu bestimmenden Parameters muss weiterhin im Messbereich liegen, im Idealfall innerhalb des mittleren 20–80 %-Messbereiches. Unterstützend haben alle NANOCOLOR® Photometer einen integrierten Verdünnungsrechner.

Einige Stör-Ionen können durch entsprechende Probenvorbereitung maskiert oder eliminiert werden. Beispielsweise kann Nitrit, welches bei der Nitratbestimmung zu Mehrbefunden führt, durch Zugabe von Amidoschwefelsäure beseitigt werden. Calciumstörungen bei den Metallparametern Kupfer, Nickel sowie Zink können mit Hilfe eines speziellen Reagenzes zur Kalkfällung (REF 918939) umgangen werden.

Im Falle der CSB-Teste ist das Reagenz zur Maskierung von Chlorid-Ionen bereits in den Rundküvetten enthalten. Allerdings kann das Reagenz nur eine gewisse Menge an Chlorid kompensieren, bei größeren Chloridkonzentrationen muss die Probe wiederum vorbehandelt werden (z. B. mit Chlorid-Maskierungsmittel REF 918911 oder Chlorid-Eliminierungskartuschen REF 963911). Weitere Informationen sind der jeweiligen Testanleitung zu entnehmen.

Neben störenden Ionen ist auch immer auf den korrekten pH-Wert zu achten!

5.1.5 Homogenisierung

Die Analytik sollte für eine Probe möglichst repräsentativ sein. Ist dies nicht der Fall, so kann es passieren, dass nur eine Momentaufnahme an der Stelle der Probenahme erfolgt, aber keine eigentliche Aussage über die Konzentration des gesuchten Parameters für die gesamte Probe gemacht werden kann.

Eine Homogenisierung der Probe vor der Analytik ist deswegen ratsam und gerade bei Summenparametern unabdingbar. Bei Summenparametern sollte die Homogenisierung als fester Schritt in der Probenvorbereitung durch einen Mixer oder ein sogenanntes Aufschlaggerät erfolgen. Homogenisierte Proben sollten unverzüglich analysiert werden.

Bei einigen Parametern ist jedoch auch darauf zu achten, dass die Homogenisierung nicht zu lange dauert. Ein langes Rühren ist bei Stickstoffparametern zu vermeiden, da dies zu abweichenden Ergebnissen führt (beispielsweise durch Austreiben von Ammoniak aus der Probe).

5.1.6 Einheit

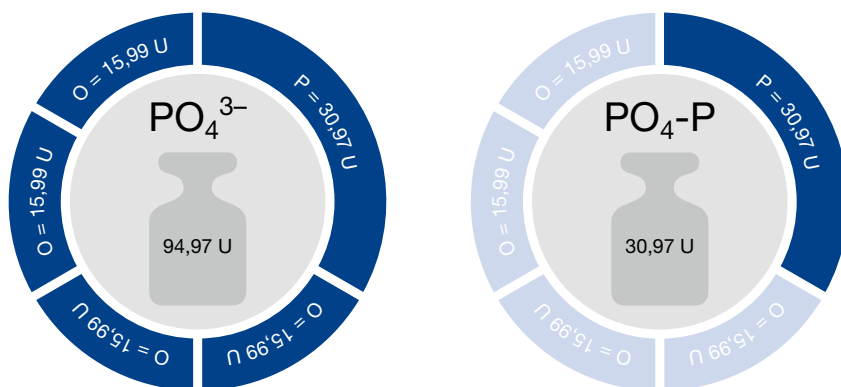
Der Unterschied in den einzelnen Einheiten ergibt sich aus der Differenz der molaren Massen.

Beispielhaft soll dieser Unterschied an Phosphat erläutert werden. Das Phosphat-Ion PO_4^{3-} setzt sich aus einem Phosphoratom und vier Sauerstoffatomen zusammen. Wird die Einheit PO_4^{3-} verwendet, so wird die Konzentration des gesamten Phosphat-Ions (inklusive der Sauerstoffatome) bestimmt.



Auf www.mn-net.com können alle Anleitungen kostenlos heruntergeladen werden.

Wird jedoch PO₄-P als Einheit genommen, so wird lediglich der P-Anteil, also ohne die vier Sauerstoffatome, zur Auswertung herangezogen. Ohne die vier Sauerstoffatome ist das Ion wesentlich leichter und damit auch der Messwert kleiner. Die nachstehende Abbildung 34 verdeutlicht dies noch einmal:



U = g/mol 

Abbildung 34: Unterschied PO₄³⁻ und PO₄-P

Ermittlung der Umrechnungsfaktoren:

$$\frac{\text{PO}_4\text{-P}}{\text{PO}_4^{3-}} = \frac{30,97 \text{ U}}{94,97 \text{ U}} = 0,33 \text{ und } \frac{\text{PO}_4^{3-}}{\text{PO}_4\text{-P}} = \frac{94,97 \text{ U}}{30,97 \text{ U}} = 3,07$$

Zum Beispiel:

$$1,5 \text{ mg/L PO}_4^{3-} \times 0,33 = 0,5 \text{ mg/L PO}_4\text{-P}$$

$$0,5 \text{ mg/L PO}_4\text{-P} \times 3,07 = 1,5 \text{ mg/L PO}_4^{3-}$$

In den Photometern können Sie die gewünschte Einheit direkt nach Auswahl des Testes durch Wahl der entsprechenden Untermethode einstellen. Achten Sie immer auf die im Display angezeigte Einheit, um eventuelle Fehler durch eine falsche Einheit zu vermeiden. In den Photometerhandbüchern und Piktogrammen sind alle programmierten Untermethoden zu den einzelnen Testen aufgeführt.

Aus den unterschiedlichen Massen ergeben sich Faktoren, mit denen die Messwerte in die unterschiedlichen Dimensionen umgerechnet werden können (siehe Tabelle 14).

Elemente	Umrechnung
Ammonium (NH ₄ ⁺)	NH ₄ ⁺ $\xrightarrow{\times 0,78}$ NH ₄ -N
	NH ₄ -N $\xrightarrow{\times 1,29}$ NH ₄ ⁺
Chromat (CrO ₄ ²⁻)	CrO ₄ ²⁻ $\xrightarrow{\times 0,45}$ Cr(VI)
	Cr(VI) $\xrightarrow{\times 2,23}$ CrO ₄ ²⁻
Nitrat (NO ₃ ⁻)	NO ₃ ⁻ $\xrightarrow{\times 0,23}$ NO ₃ -N
	NO ₃ -N $\xrightarrow{\times 4,43}$ NO ₃ ⁻
Nitrit (NO ₂ ⁻)	NO ₂ ⁻ $\xrightarrow{\times 0,30}$ NO ₂ -N
	NO ₂ -N $\xrightarrow{\times 3,28}$ NO ₂ ⁻
Phosphat (PO ₄ ³⁻)	PO ₄ ³⁻ $\xrightarrow{\times 0,33}$ PO ₄ -P
	PO ₄ ³⁻ $\xrightarrow{\times 0,75}$ P ₂ O ₅
	PO ₄ -P $\xrightarrow{\times 3,07}$ PO ₄ ³⁻
	PO ₄ -P $\xrightarrow{\times 2,29}$ P ₂ O ₅
	P ₂ O ₅ $\xrightarrow{\times 1,34}$ PO ₄ ³⁻
	P ₂ O ₅ $\xrightarrow{\times 0,44}$ PO ₄ -P

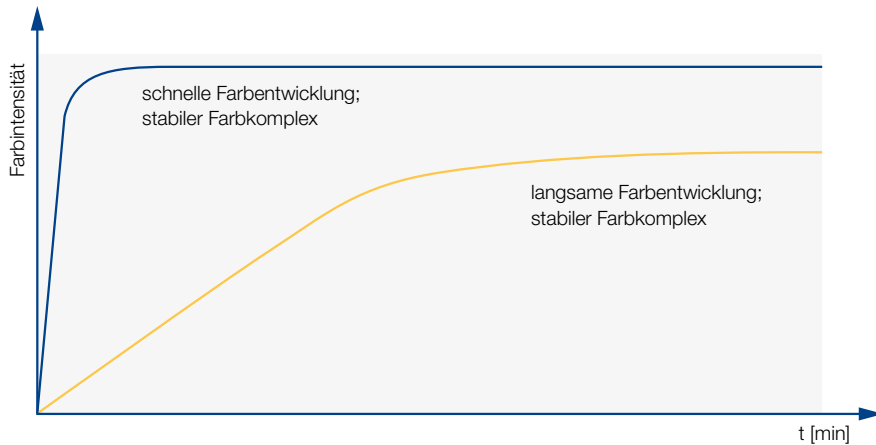
Tabelle 14: Umrechnung verschiedener Dimensionen

5.1.7 Reaktionszeit und Temperatur

Wie bereits erläutert wird bei der Photometrie die Farbigkeit chemischer Verbindungen mit Hilfe von Licht gemessen. Je nach zu bestimmendem Parameter und Reaktionsgrundlage müssen unterschiedliche Reaktionszeiten eingehalten werden. Die Reaktionszeiten finden Sie in den Testanleitungen aufgeführt.

In einigen Fällen bleibt die Farbigkeit auf dem Absorptionsmaximum konstant, bei anderen Verbindungen hingegen steigt die Absorption weiter an oder nimmt wieder ab. Alle Teste sind speziell auf die angegebene Reaktionszeit kalibriert. Wird diese nicht eingehalten, so führt dies zu abweichenden Ergebnissen (Über- oder Unterbefunde, je nachdem ob die Absorption weiter steigt oder abnimmt). Ausnahme sind in diesem Fall die wenigen Teste, deren Absorption auch nach einer gewissen Zeit stabil bleibt, wie zum Beispiel bei CSB-Testen.

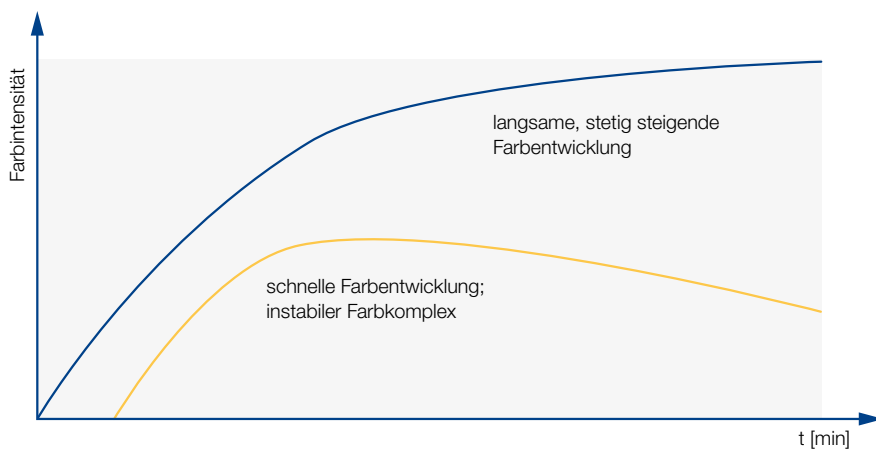
Eine Übersicht über die Farbentwicklung einiger Tests geben Abbildung 35 und Abbildung 36.



t = Zeit [min]



Abbildung 35: Entwicklung der Farbintensität in Abhängigkeit von der Reaktionszeit



t = Zeit [min]



Abbildung 36: Entwicklung der Farbintensität in Abhängigkeit von der Reaktionszeit

Alle Tests sind für eine bestimmte Reaktionstemperatur kalibriert. Im Allgemeinen gilt (Gesetz von Arrhenius): Je höher die Reaktionstemperatur, desto höher die Reaktionsgeschwindigkeit und je niedriger die Temperatur, desto langsamer der Reaktionsverlauf. Wird die Probe nicht auf die in der Testanleitung angegebene Temperatur gebracht, so kann das je nach Test zu Über- oder Unterbefunden führen.

5.1.8 Kalibrierung

Alle Tests werden werksseitig mit Hilfe von Standardlösungen kalibriert.

Wir empfehlen eine regelmäßige Kalibrierung der Photometer (viertel- oder halbjährlich). Die Kalibrierung wird mit Hilfe der mitgelieferten Kalibrierküvette durchgeführt, die genaue Anleitung finden Sie in dem jeweiligen Photometerhandbuch beschrieben.

Neben den Photometern müssen auch die verwendeten Pipetten regelmäßig auf ihre Funktionsweise getestet werden, da diese sich im Laufe der Zeit oftmals verstellen. Die Kalibrierung kann einfach durch Pipettieren von Wasser und anschließendem Auswiegen erfolgen. Entsprechend des Gewichtes wird die Pipette nachjustiert.

Der Fehler bei falsch eingestellten Pipetten ist nicht zu unterschätzen, da alle Tests auf ein bestimmtes Probevolumen eingestellt werden. Wird das Probevolumen oder auch die Reagenzienzugabe nicht korrekt eingehalten, kommt es zu deutlich abweichenden Ergebnissen. Weitere Erläuterungen zur Pipettenkalibrierung finden Sie im Abschnitt 5.3.6 IQK-Karte 9: Prüfmittelüberwachung, Seite 110.

Wir empfehlen eine viertel- oder halbjährliche Kalibrierung.



Die EN ISO 9001:2008 Zertifizierung garantiert konstant hohe Qualität.



5.1.9 Teste

Der Test ist ein wichtiges Glied in der Photometrie. Nur mit korrekter Funktionsweise des Testes können verlässliche Werte erhalten werden.

Die Produktion unserer Teste ist ISO-zertifiziert (EN ISO 9001:2008), so dass eine konstant hohe Qualität gewährleistet wird. Zudem werden alle Teste in unserem Hause einer gründlichen Qualitätskontrolle unterzogen. Dennoch kann es in seltenen Fällen vorkommen, dass ein Testkit fehlerhaft ist. Prüfen Sie deshalb immer vor Testbeginn, ob die Reagenzien und Chemikalien optisch in einem einwandfreien Zustand sind (Kratzer auf der Küvette, ausgelaufene Chemikalien, Verklumpung von Feststoffen etc.).

Bitte achten Sie immer auf die richtige Lagerung der Teste. Bei falscher Lagerung kann keine korrekte Funktionsweise mehr garantiert werden. Die Angaben zur Lagerung finden Sie immer auf dem Außenetikett der Packung.

Alle Teste haben ein gewisses Haltbarkeitsdatum. Nach Ablauf dieses Datums kann wie auch bei falscher Lagerung keine Garantie für die korrekte Funktionsweise mehr gegeben werden.

Im Zweifel kann durch eine Standardmessung das Reaktionsverhalten überprüft werden.

5.1.10 Sauberkeit

Eine saubere Arbeitsweise ist Grundvoraussetzung für korrekte Ergebnisse in der Analytik. Es sollte immer auf einen ordentlichen Arbeitsplatz und gereinigte Geräte geachtet werden. Der Küvettenschacht kann bei Verunreinigungen mit einem weichen Tuch und Wasser oder Isopropanol gereinigt werden. Bitte verwenden Sie keine aggressiven Reinigungsmittel.

Vor dem Messvorgang sollte jede Küvette mit einem Tuch abgewischt werden. Fingerabdrücke und Verunreinigungen beeinflussen den Strahlengang und führen zu abweichenden Resultaten.

Die Pipettenspitze muss sauber sein. Wechseln Sie diese bei der Zugabe verschiedener Reagenzien oder wenn Sie verschiedene Parameter durchführen möchten. Eine Verschleppung durch störende Ionen kann sehr leicht passieren und wird oft unterschätzt.

Ein typisches Beispiel ist die parallele Analytik von Phosphat und Nitrat, zwei wichtigen Kläranlagen-Parametern. Oft wird mit derselben Pipettenspitze die Probelösung erst in die Nitratküvette und anschließend in die Phosphatküvette pipettiert. Selbst wenn Sie mit der Pipettenspitze nur den obersten Rand der Nitratküvette berühren, führt dies zu abweichenden Ergebnissen bei der Phosphatbestimmung. In der Nitratküvette ist Phosphorsäure enthalten, die aufgrund Ihrer Viskosität an der Glaswand nach oben kriecht und so an die Pipettenspitze gelangt.

Bei jedem Parameter und jedem Reagenz sollte die Pipettenspitze gewechselt werden.



5.1.11 Testdurchführung

Die eigene Arbeitsweise bei der Testdurchführung ist ebenfalls ein entscheidendes Kriterium für richtige Analysenergebnisse. Selbst wenn alle zuvor aufgelisteten Punkte beachtet wurden, aber der Test falsch durchgeführt wird, können keine verlässlichen Ergebnisse erzielt werden.

Achten Sie deshalb immer darauf, dass alle Arbeitsschritte in der richtigen Reihenfolge durchgeführt wurden und ob alle Reaktionszeiten und Probe- beziehungsweise Reagenzienzugaben korrekt erfolgt sind.

Auch die richtige Arbeitsweise mit den Pipetten (Druckpunkt, Blasen in der Pipettenspitze) und der Umgang mit den Geräten ist zu beachten.

Um sich sicher zu sein, dass der Messwert richtig ist, ist ein kritisches Hinterfragen der eigenen Arbeitsweise unerlässlich.

Durch Standardmessungen kann die eigene Arbeitsweise jederzeit schnell und einfach überprüft werden. Weitere Informationen zur Absicherung der Analysenergebnisse finden Sie im Abschnitt 5.3 Interne Qualitätskontrolle nach Arbeitsblatt DWA-A 704, Seite 101.

Mögliche Fehler in der Photometrie			
<p>Fehler in der Analysenvorbereitung und Durchführung</p> <ul style="list-style-type: none"> · Fehler in der Probenahme (Homogenisierung, Entnahmegerate, Ort, usw.) · Nichtbeachten von Trübungen, Eigenfarbe, eventuell notwendige Filtrationen · Ungenauigkeiten bei der Reagenzienzugabe, bei der Anfertigung von Verdünnung und Korrekturwerten, Verschleppung von Probelösung · Nichtbeachten des vorgeschriebenen pH-Wertes, starke Pufferkonzentrationen · Zu heftiges Schütteln der Reagenzien · Wahl einer falschen Dimension · Nichtbeachten der Störgrenzkonzentrationen · Nichtbeachten von Ausfällungen · Unsachgemäße Konservierung von Proben · Messungen an den Messbereichsgrenzen · Fehler beim Aufschluss der Probelösung 	<p>Fehler in der Handhabung der Arbeitsmittel</p> <ul style="list-style-type: none"> · Abweichung von der Analysenvorschrift (Reaktionszeit, Temperatur, Blindwert, Faktor, pH-Wert) · Ungenau pipettieren (Druckpunkt, Justierung, Luftblasen, nasse Spitzen) · Unsauberkeiten (Glaseräte, Fingerabdrücke, Staub, Rauch) · Verwendung einer falschen Null-Lösung (andere Charge) · Verwendung überlagerter Tests, falsche Aufbewahrung · Verwendung der gleichen Pipettenspitze · Falsche Kalibrierung des Photometers (unsaubere Lösung / Küvette) 	<p>Fehler durch additive Störungen</p> <ul style="list-style-type: none"> · Andere Substanzen in der Pufferlösung erzeugen ebenfalls eine Farbreaktion · Die Prüflösung ist gefärbt oder getrübt (Korrekturwert notwendig) · Ein Teil der gesuchten Substanz ist der Analyse nicht zugänglich; sie liegt in ungelöster Form vor oder ist komplex oder durch Adsorption gebunden (ein Aufschluss ist notwendig) · Mögliches Erkennen durch die Ermittlung eines Korrekturwertes! Nicht erfassbar durch die Standardaddition! 	<p>Fehler durch proportionale Störungen</p> <ul style="list-style-type: none"> · Fremdsubstanzen unterdrücken oder verstärken die Nachweisreaktion · Starke Säure-, Alkali- oder Pufferkonzentrationen verhindern die Einstellung des für die Reaktion notwendigen pH-Wertes · Konkurrenzreaktionen von Störsubstanzen führen zu Minderbefunden · Falsches Probe- oder Reagenz Volumen (fehlerhafte Pipette) · Mögliche Kontrolle durch eine Standardaddition mit <i>NANOCONTROL</i>

Abbildung 37: Mögliche Fehler in der Photometrie

5.2 Vorgehen bei Störungen

Um vorhandene Störungen zu entfernen und eine sichere Analytik zu gewährleisten, können verschiedene Verfahren, wie zum Beispiel Filtration oder das Ansetzen eines Korrekturwertes, genutzt werden.

5.2.1 Filtration

Eine Filtration kann vor der Bestimmung von Einzelparametern durchgeführt werden. Bei der Bestimmung von Summenparametern (wie zum Beispiel CSB, gesamt-N und gesamt-P) ist eine Filtration im Allgemeinen nicht zulässig.

Bei der Filtration handelt es sich um ein mechanisches Trennverfahren zur Trennung oder Reinigung eines Mediums. Die zu trennende Probelösung läuft bei der Filtration durch einen Filter, der individuell auf die Probelösung angepasst wird.

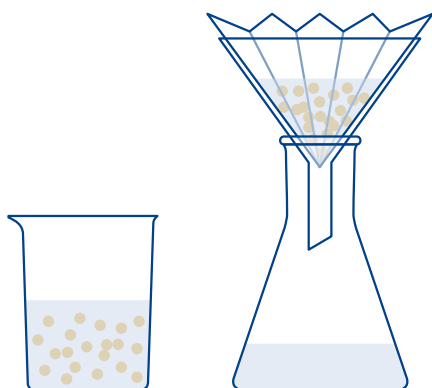


Abbildung 38: Filtration

Die Filtration ist ein mechanisches Trennverfahren zur Trennung oder Reinigung eines Mediums.

Verschiedenste Filtermaterialien stehen zur Verfügung. Am Häufigsten werden Papierfilter verwendet, des Weiteren kommen Glasfaserpapiere, Quarzfaserpapiere, Metallfilter oder auch Membranfilter zum Einsatz. Wichtig ist es, immer einen passenden Filter für die Applikation zu verwenden.

Filterpapiere werden durch Kenngrößen wie dem Flächengewicht, der Dicke und der Filtriergeschwindigkeit charakterisiert, bei Membranen kann auf Grund des Herstellungsprozesses eine genaue Porengröße angegeben werden.

Papierfilter sind als Rund- und Faltenfilter, als qualitative oder aschefreie quantitative Papiere erhältlich. Glasfaserpapiere zeichnen sich durch erhöhte Temperaturstabilität und hoher Filtriergeschwindigkeit trotz hohem Rückhaltevermögen im Vergleich zu Papierfiltern aus.

Sollen ausschließlich gelöste Substanzen bestimmt werden, so bietet sich bei Vorliegen starker Trübungen eine Vorfiltration der Probe an. Hier muss je nach Trübungsgrad beziehungsweise Größe der Partikel unterschieden werden.

Feindisperse Trübungen:

- Mit Membranfiltrationssatz 0,45 µm
- Mit Membranfiltrationssatz GF/PET 0,45 µm

Mitteldisperse Trübungen:

- Mit Glasfaserpapier, z. B. MN 85/90 B
- Membranfiltrationssatz GF/PET 0,45 µm

Grobdisperse Trübungen:

- Mit qualitativem Filterpapier, z. B. MN 615. Falls notwendig, anschließend eine Feinfiltration mit 0,45 µm Spritzenvorsatzfilter durchführen.

5.2.2 Korrekturwert

Trübungen und Färbungen schwächen das Licht zusätzlich und führen zu erhöhten Extinktionen.

Ist ein Aufschluss nicht möglich oder gewünscht (z. B. bei der Bestimmung von gelösten Substanzen), so kann mit einem Korrekturwert gearbeitet werden.

Auch bei Summenparametern, bei denen definitionsgemäß keine Vorfiltration erlaubt ist, ist ein Korrekturwert eine geeignete Möglichkeit.

Die Korrekturwerte verlangen für jeden Test ein spezielles Vorgehen. Es genügt beispielsweise nicht, einfach die Eigenfarbe der Probe ohne Reagenzien zu messen und vom Messwert abzuziehen. In vielen Fällen verändern die Reagenzien die Eigenfarbe oder Trübung der Probe. Es müssen alle Veränderungen der Probe wie Verdünnung, Zugabe von pH- oder Redoxpotential-beeinflussenden Chemikalien wie bei der Originalanalyse nachvollzogen werden. Nur das Hauptreagenz, das den für die Analyse erforderlichen Farbkörper bildet, wird nicht zugegeben.

Grundsätzliche Verfahrensweise:

Messwert nach Originalvorschrift ermitteln = A

Korrekturwert nach Sondervorschrift ermitteln = B

Analysenwert = A – B

Ausnahmen: Methoden, bei denen abnehmende Extinktionen gegen einen Reagenziennullwert gemessen werden. Dann gilt: Analysenwert = A + B Bei den entsprechenden Testen wird darauf hingewiesen.

Es ist sehr wichtig, dass nur Werte gleicher Dimension voneinander abgezogen werden (z. B. mg/L N; mg/L NH₄; mmol/m³; E).

Sollte in gleicher Matrix bei mehreren Proben der Korrekturfaktor so gering sein, dass er für das anstehende Messproblem zu vernachlässigen ist, kann man auf die Ermittlung verzichten. Das ergibt sich aber nur aus der praktischen Erprobung und ist vorher nicht ersichtlich!

Wie die Korrekturwerte für die einzelnen Teste angesetzt werden und in welchem Fall Ausnahmen zu befolgen sind, finden Sie im jeweiligen Photometer-Handbuch erläutert.

Die Korrekturwerte verlangen für jeden Test ein spezielles Vorgehen.



Der Genauigkeitsanspruch einer photometrischen Analyse erfordert, dass nur die Lichtschwächung gemessen wird, die durch die Reaktionsfarbe des gesuchten Stoffes/Farbkomplexes hervorgerufen wird. Lichtschwächungen, die durch den Filter, die Küvette oder Reagenzien in Form von Eigenfärbung oder Trübung auftreten, müssen kompensiert werden.

Genau diesem Zweck dienen sogenannte Nullwerte. Mit einer Nulllösung wird das Photometer in eine Grund bzw. Nullstellung gebracht. Nullwerte können sein:

- a) Probelösung ohne Reagenzien
- b) Probelösung mit mehreren Reagenzien
- c) Destilliertes Wasser mit allen Reagenzien
- d) Eine dem Reagenziensatz beiliegende und speziell für diese Charge angefertigte Null-Lösung

In den *NANOCOLOR*[®] Photometern sind für fast alle Rundküvettenteste die Nullwerte bereits hinterlegt. Ausnahmen bilden Tests, deren NULL chargenabhängig angepasst werden muss.

Nullwerte kompensieren alle reaktionsspezifischen Einflüsse, während Korrekturwerte probenspezifische Einflüsse ausgleichen.

5.3 Interne Qualitätskontrolle nach Arbeitsblatt DWA-A 704

Betriebsmethoden haben sich als ein anerkanntes Mittel der Anlagensteuerung und –überwachung bewiesen. Als grundlegender Vorzug dieser Methoden wird die rasche Information gegenüber zeitlich und instrumentell aufwendigen genormten Analysemethoden beschrieben. Als weitere Vorteile werden ein geringer Bedarf an Reagenzien, niedrige Kosten und schnelle Durchführbarkeit genannt.

Der Einsatz der Betriebsmethoden kann den Einsatz von Referenzverfahren deutlich reduzieren. Viele rechtliche Regelungen sehen die Betriebsanalytik als eine Schlüssel-funktion in der Anlagenüberwachung. Die Erfüllung dieser Funktion erfordert definierte Randbedingungen. Diese Randbedingungen liefert das Arbeitsblatt DWA-A 704. Dem Anwender bietet das Arbeitsblatt die Möglichkeit, seine Betriebsanalytik qualitätsgesichert und ausführlich dokumentiert durchzuführen. Im Vordergrund steht dabei, dass bei einem minimalen Aufwand maximale Qualität erzielt wird.

Bei der Auswahl von Betriebsmethoden sollte das erwartete Ergebnis im mittleren Messbereich des Testes liegen, im sogenannten 20–80 %-Messbereich, Verdünnungsschritte sind dabei zulässig, um in diesen Messbereich zu gelangen. Eine Übersicht zu den 20–80 %-Messbereichen der *NANOCOLOR*[®] Tests finden Sie auf Seite 106.



Unterschied Nullwert und Korrekturwert:

Nullwerte kompensieren alle reaktionsspezifischen Einflüsse, während Korrekturwerte probenspezifische Einflüsse ausgleichen.



E = Extinktion
c = Konzentration [mg/L]

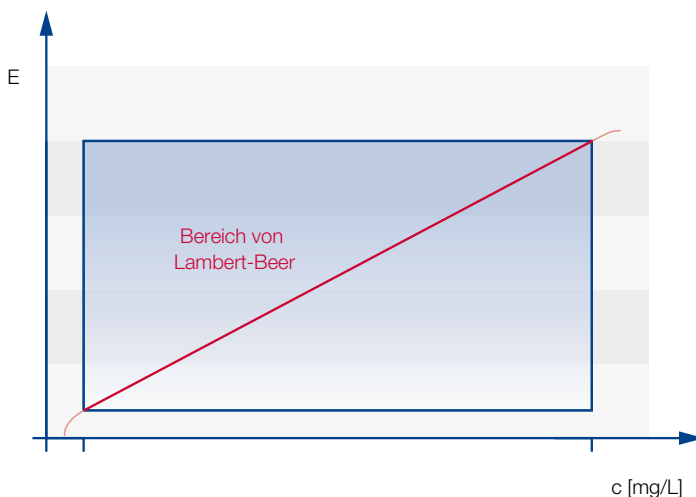


Abbildung 39: Diagramm zum Lambert-Beer'schen Gesetz

Innerhalb des 20–80 %-Messbereiches liegt weniger Streuung vor, die Zuverlässigkeit ist am größten. Verdeutlicht wird dies in Abbildung 39. Die Interne Qualitätskontrolle (IQK) ist ein entscheidender Aspekt mit steigender Wichtigkeit in jedem Labor. Im Arbeitsblatt DWA-A 704 wird ausführlich auf die Notwendigkeit der Ergebnisabsicherung



Das Arbeitsblatt DWA-A 704 ist ein wichtiges Hilfsmittel zur zuverlässigen und sicheren Anwendung der Betriebsmethoden.

hingewiesen. Der entscheidende Punkt für den Anwender ergibt sich aus der Fragestellung der Richtigkeit der gemessenen Analysenergebnisse und den Möglichkeiten, seine Ergebnisse abzusichern.

Alle Komponenten eines Analysensystems, wie Reagenzien und Teste, die verwendeten Messgeräte und die persönliche Handhabung, müssen in den meisten Laboren regelmäßig überwacht und geprüft werden. Dies ist wichtig, um richtige Ergebnisse sicherzustellen und Validierungen zu erfüllen.

Es gibt verschiedene interne sowie externe Möglichkeiten das Analysensystem, als auch die eigene Arbeitsweise zu überprüfen. Das Arbeitsblatt DWA-A 704 stellt dabei eine wichtige Hilfe für das Personal öffentlicher und betrieblicher Abwasseranlagen zur zuverlässigen und sicheren Anwendung der Betriebsmethoden dar.

Die IQK-Karten 1, 2, 8, 10, 11 und 12 haben allgemeinen, übergreifenden Charakter. Die IQK-Karten 3–7 und 9 sind methodenspezifisch zu führen, d. h. bei mehreren zu kontrollierenden Parametern sind auch mehrere IQK-Karten zu führen.

Die konsequente Durchführung der Dokumentation in den Bereichen Messergebnisse, Qualitätskontrolle und Qualifikation führt zum objektiven Beweis der Qualität der Analytik und der Messergebnisse. Analytische Qualitätssicherung und Dokumentation bilden eine Einheit. Nur durch eine ordnungsgemäße Dokumentation kann nachgewiesen werden, wann durch wen welche Maßnahmen durchgeführt wurden, wer diese Tätigkeit kontrolliert hat und welcher Stand in der Betriebsanalytik erreicht wurde. Die exakte Dokumentation aller wichtigen Aspekte, angefangen bei der Probenahme bis hin zur Analytik, wird in der IQK-Karte 8 beschrieben. Einen Fokus auf Abweichungen und Maßnahmen legt die IQK-Karte 11. Alle abweichenden Ergebnisse und korrektiven Maßnahmen werden hier gebündelt, so dass auf einen Blick ersichtlich ist, wo Probleme in der Betriebsanalytik auftraten und ob diese gelöst wurden. Die Karte hilft dem Anwender Muster zu erkennen und ganz gezielt Abhilfe zu schaffen.

Auf einige wichtige Maßnahmen der analytischen Qualitätssicherung soll besonders verwiesen werden. Es muss betont werden, dass nur eine Maßnahme der IQK nicht ausreichen kann, deshalb sollte im Idealfall das ganze Spektrum von Qualitätssicherungsmaßnahmen zum Einsatz gebracht werden.

Allgemein, übergreifend	Methodenbezogen, d. h. für jeden Parameter muss eine Karte geführt werden
-------------------------	---

IQK-Karte 1: Zusammenfassende Darstellung der durchgeführten Qualitätssicherungsmaßnahmen	
IQK-Karte 2: Festlegung von Kontrollhäufigkeiten, Toleranzen und Qualitätszielen	
	IQK-Karte 3: Regelmäßige Mehrfachbestimmungen einer Probe
	IQK-Karte 4: Messungen von Standardlösungen
	IQK-Karte 5: Überprüfung der Plausibilität durch Verdünnung und Aufstockung
	IQK-Karte 6: Vergleichsmessungen mit Betriebsmethoden anderer Abwasserbehandlungsanlagen
	IQK-Karte 7: Parallelmessungen zum Referenzverfahren
IQK-Karte 8: Dokumentation aller Randbedingungen zur Probenahme, Probenvorbehandlung und Messung	
	IQK-Karte 9: Kontrolle und Wartung der Geräte, Kontrolle der Reagenzien
IQK-Karte 10: Führung einer ständig aktuellen Übersicht über die Qualifikation des Personals	
IQK-Karte 11: Bewertung der Ergebnisse der Qualitätskontrolle, Dokumentation von Auffälligkeiten	
IQK-Karte 12: Übersicht der betriebenen Prozessmessgeräte und der durchgeführten Tätigkeiten pro Messgerät	

Tabelle 15: Übersicht der IQK-Karten, DWA-A 704 „Betriebsmethoden für die Abwasseranalytik“

5.3.1 IQK-Karte 3: Mehrfachbestimmungen

Die Mehrfachbestimmung einer vorhandenen Probe ist die einfachste Möglichkeit, um sich von der Präzision eines Messwertes zu überzeugen. Auch die Wiederholung einzelner entscheidender Schritte wie der Probenahme, Filtration oder Aufschluss sind möglich.

Der Vorzug der Mehrfachbestimmung liegt darin, dass Ausreißer sofort erkannt werden oder zumindest die Tendenz beziehungsweise Streuung der Messwertentwicklung sichtbar wird. Üblich ist beispielsweise die parallele Durchführung von zwei Testen in Form einer Doppelbestimmung oder von drei Testen bei einer Dreifachbestimmung, um nicht unnötig Zeit, z. B. durch einen Aufschluss, zu verlieren.

Eine Mehrfachbestimmung sollte regelmäßig, bei unbekanntem Proben und wichtigen Messungen immer erfolgen.

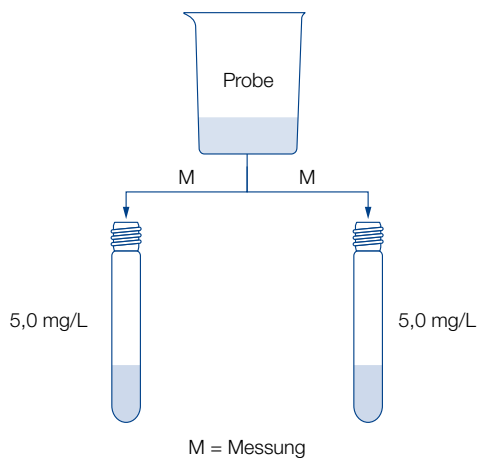


Abbildung 40: Prinzip der Mehrfachbestimmung

5.3.2 IQK-Karte 4: Standardmessungen

Mit Hilfe von Standardmessungen kann das komplette analytische System überprüft werden.

Das Prinzip einer Standardmessung ist einfach: An Stelle der realen Probe wird eine Standardlösung des Parameters mit bekannter Konzentration eingesetzt. Der Test wird dabei wie üblich nach der Testanleitung durchgeführt.

Wird der vorgegebene Messwert erreicht – Abweichungen im Vertrauensbereich können dabei toleriert werden – dann funktionieren alle Einzelkomponenten des Analysensystems. Auch kann so die eigene Arbeitsweise kontrolliert werden. Ideal ist das genaue Treffen des vorgegebenen Messwertes.

Es muss beim Einsatz von Standardlösungen jedoch berücksichtigt werden, dass diese keine störenden Inhaltsstoffe aufweisen. Mit der realen Probe kann es deshalb immer noch zu Problemen bei der Analytik kommen.

Für die meisten Parameter sind bereits gebrauchsfertige Standardlösungen im Handel erhältlich. Bei Standardlösungen ist immer darauf zu achten, dass die Konzentration der Standardlösung für den Messbereich geeignet ist oder ob eventuell vor dem Einsatz eine Verdünnung erfolgen muss. Prinzipiell können Standards auch selbst aus geeigneten Verbindungen angesetzt werden.



Die Mehrfachbestimmung ist die einfachste Möglichkeit, um sich von der Präzision eines Messwertes zu überzeugen.



Bei einer Standardmessung wird anstatt der realen Probe eine Standardlösung mit bekannter Konzentration eingesetzt.

Auf das korrekte Ansetzen, die Konzentration des Messbereiches und Lagerbedingungen der Standardlösungen ist unbedingt zu achten.

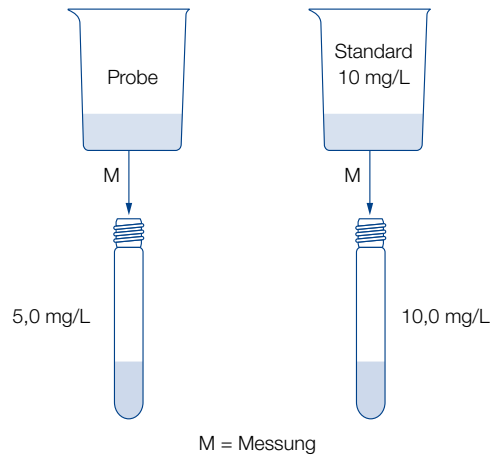
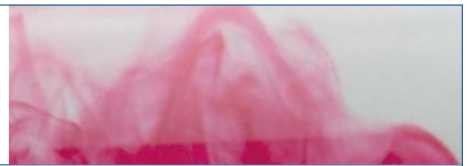


Abbildung 41: Prinzip der Standardmessung

NANOCONTROL Standards

Maximale Kontrolle für Ihren Messwert



Analytische Qualitätskontrolle

- Definierte Konzentration bestimmter Parameter
- Überprüfung des Betriebssystems nach DWA-A 704
- Große Produktpalette speziell für verschiedene Applikationen



5.3.3 IQK-Karte 5: Plausibilitätsprüfung durch Verdünnung und Aufstockung

Verdünnungen sind für alle Wasserproben und Teste ein geeignetes Mittel zur Ergebnisabsicherung und Verringerung des Einflusses von Störsubstanzen sowie Trübungen. Verdünnungen werden angewendet, wenn der Messbereich überschritten wird, wenn generelle Zweifel an der Richtigkeit des Analysenergebnisses bestehen oder Stör-Ionen beziehungsweise Trübungen in der Probelösung vorliegen, die Einfluss auf das Ergebnis nehmen. Oft werden Verdünnungen auch nur zur Absicherung des Ergebnisses genutzt.

Prinzipiell sollte immer die Möglichkeit einer Probenverdünnung in Erwägung gezogen werden.

Zum Verdünnen wird in der Regel destilliertes Wasser verwendet. Eine Ausnahme bildet der Parameter CSB (Chemischer Sauerstoffbedarf), für dessen Bestimmung CSB-freies Wasser verwendet wird sowie der Parameter Kieselsäure, bei dem die Probe mit kiesel-säurefreiem Wasser verdünnt wird.

Nach der Verdünnung sollte der erwartete Messwert idealerweise in der Mitte des Messbereiches liegen, im sogenannten 20–80 %-Messbereich, keinesfalls außerhalb des Messbereiches. Sollte der Messwert aus dem Messbereich herausfallen, so muss ein Test mit einem kleineren Messbereich oder eine geringere Verdünnung gewählt werden. Unterstützend haben alle **NANOCOLOR®** Photometer einen integrierten Verdünnungs-rechner.

Je nach Probevolumina kann die Verdünnung in einem 100 mL Messkolben oder direkt in den Küvetten angesetzt werden. Die nachstehenden Tabellen geben eine Übersicht über verschiedene Verdünnungen je nach Probevolumina.

mL Wasserprobe	mL dest. Wasser	Messergebnis (und Messbereich) multiplizieren mit
50	50	2
25	75	4
10	90	10
5	95	20
2	98	50
1	99	100

Tabelle 16: Im 100 mL Kolben bei 0,2–1,0–2,0–4,0 mL Probevolumina

mL Wasserprobe	mL dest. Wasser	Messergebnis (und Messbereich) multiplizieren mit
10	10	2
5	15	4
2	18	10
1	19	20
0,5	19,5	40
0,2	19,8	100

Tabelle 17: Bei 20 mL Probevolumina (direkt im Messkolben ansetzen)

mL Wasserprobe	mL dest. Wasser	Messergebnis (und Messbereich) multiplizieren mit
25	25	2
10	40	5
5	45	10
2,5	47,5	20
1	49	50
0,5	49,5	100

Tabelle 18: Bei 50 mL Probevolumina-Ausschüttelmethode (direkt im Schütteltrichter ansetzen)



Zum Verdünnen wird destilliertes Wasser, CSB-freies oder kiesel-säurefreies Wasser verwendet.



Die Eingabe von Verdünnungen im Photometer erfolgt in der Form 1 Teil Probe + x Teile dest. Wasser

- z. B. 1 + 9 (Verdünnung 1:10)
- 1 + 24 (Verdünnung 1:25)
- 1 + 99 (Verdünnung 1:100)

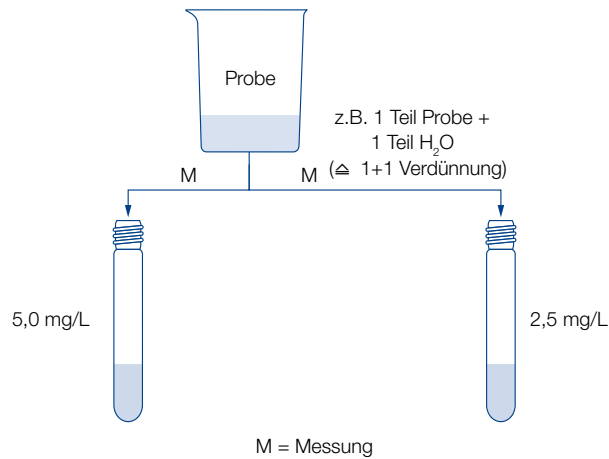


Abbildung 42: Prinzip der Verdünnung

Genau wie die Konzentration einer Probe verdünnt werden kann, so kann die Konzentration eines oder mehrerer Parameter durch eine sogenannte Addition oder auch Aufstockung erhöht werden.

Entscheidend ist, dass eine bekannte Konzentration des zu bestimmenden Parameters zu der realen Probe hinzugefügt wird und anschließend genau diese Erhöhung wiedergefunden werden muss. Die Bestimmung der Wiederfindungsrate erfolgt durch eine Bestimmung vor der Addition und eine Bestimmung nach der Addition. Mit der Anzahl der Additionsschritte steigt die Sicherheit der Aussage.

Nach einer Standardaddition können drei verschiedene Ergebnisse erhalten werden:

- 1) Die Konzentrationserhöhungen entsprechen dem Wert der Addition, es liegt keine proportionale Störung vor.
- 2) Die Konzentrationserhöhungen fallen proportional höher oder niedriger aus. Dies könnte ein Hinweis auf Matrixstörungen sein. Weitere Untersuchungen der Problemlösung sind hier ratsam, es könnte beispielsweise sein, dass Inhaltsstoffe ähnlich dem gesuchten Stoff mit reagieren oder Inhaltsstoffe den Parameter maskieren.
- 3) Die Konzentrationserhöhungen sind untereinander stark abweichend, mitunter über und unter dem erwarteten Wert. In diesen seltenen Fällen liegen unproportionale Störungen vor, deren Lösung möglicherweise in einer fehlerhaften Probenvorbereitung liegen kann.

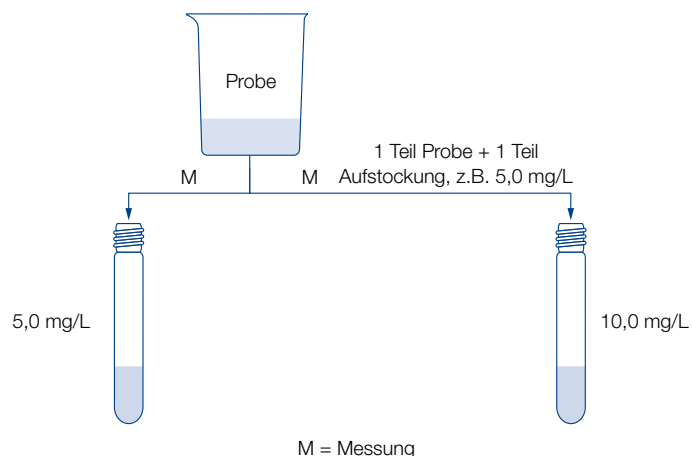


Abbildung 43: Prinzip der Aufstockung

Bei Testen mit einem Probenvolumen $\geq 2,0$ mL besteht zusätzlich die Möglichkeit, die Aufstockung direkt in der Messküvette (20 μ L Additionslösung bei 2 mL Probenvolumen, 40 μ L Additionslösung bei 4 mL Probenvolumen etc.) durchzuführen

Durch Aufstockungen können sehr leicht Matrixeffekte festgestellt werden, die Einfluss auf die Analytik nehmen. Solche Matrixeffekte können beispielsweise Komplexbildner oder Ionen, die zusammen mit der zu bestimmenden Substanz schwerlösliche Substanzen bilden, sein und auf diese Art die Parameter nicht mehr der Analytik zugänglich machen.

Wird eine Aufstockung nicht wiedergefunden, sollten weitere Probenvorbereitungen und Untersuchungen zur Probenbeschaffenheit unternommen werden. Des Weiteren besteht die Möglichkeit den wahrscheinlich richtigen Analysenwert zu berechnen. Wie die Berechnung des wahrscheinlichen Analysenwertes an Hand einer Standardaddition erfolgt, wird in Abbildung 44 verdeutlicht.

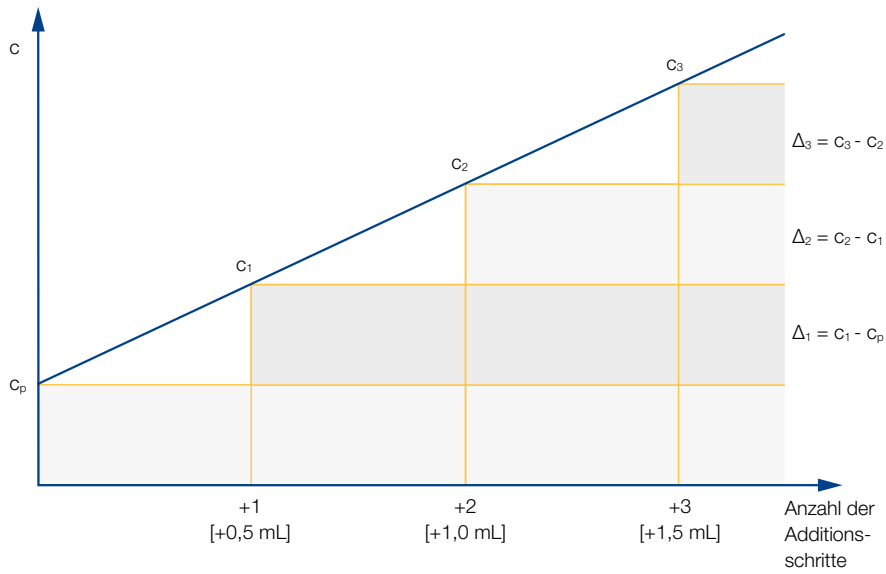



Abbildung 44: Auswertung einer Standardaddition



c_p = Konzentration der Originalprobe
 c_{1-3} = Konzentration nach Zugabe von Additionslösung
 Δ_{1-3} = Konzentrationsdifferenz

5.3.4 IQK-Karte 6: Vergleichsmessungen: Ringversuche

Die Teilnahme an einem Ringversuch ist eine der wichtigsten Maßnahmen zur Qualitätssicherung. Die Besonderheit eines Ringversuches besteht darin, dass alle Teilnehmer eine Probe mit einer unbekanntem Konzentration bestimmter Parameter erhalten und diese mit der eigenen Betriebsmethode sowie den verfügbaren Testen unabhängig voneinander untersuchen. Nach Rückmeldung an den Veranstalter des Ringversuches werden die Messergebnisse gemäß DIN 38402 Teil 41 und 42 einer Bewertung unterzogen. Die Teilnahme an einem solchen Ringversuch sollte einmal pro Jahr sein, wobei die Abweichung der eigenen Analysenergebnisse bei maximal 20 % liegen darf.

Ablauf eines NANOCONTROL Ringversuches

- 1) Der Kunde bekommt zwei Ringversuchslösungen. Diese Ringversuchslösungen wurden durch ein neutrales DIN-Labor bezüglich seiner Konzentrationen geprüft.
- 2) Die Ringversuchslösungen wurden den Messbereichen der aufgeführten NANOCONTROL® Teste angepasst; es bedarf also keiner weiteren Vorbereitung. Die Lösungen können direkt ohne Verdünnung eingesetzt werden.
- 3) Mit den Ringversuchslösungen erhält der Kunde ein vorgedrucktes Auswerteprotokoll, eine Arbeitsanleitung und einen Briefumschlag zur Rücksendung des Protokolls mit den Analysenergebnissen.
- 4) Bei MACHEREY-NAGEL erfolgt eine objektive Bewertung aller eingegangenen Protokolle.
- 5) Jeder Teilnehmer erhält eine individuelle Auswertung in Form eines Prüfberichtes zu jedem eingereichten Messergebnis, eine Gesamtauswertung und eine Teilnahmebestätigung. Bei größeren Abweichungen werden Hinweise gegeben und Hilfen angeboten.

NANOCONTROL Ringversuche Für eine externe Systemprüfung



Objektive Bewertung

- Bewertung der Messergebnisse gemäß DIN 38402 Teil 41 und 42
- Überprüfung der eigenen Arbeitsweise
- Lösungen sofort einsetzbar
- Individuelle Auswertung, Gesamtbewertung und Teilnahmebestätigung




5.3.5 IQK-Karte 7: Parallelmessungen


Die IQK-Karte 7 beschreibt die parallele Messung einer Probe mit der verwendeten Betriebsmethode als auch mit der entsprechenden Referenzmethode in einem Auftragslabor. Parallelmessungen ermöglichen den direkten parameterweisen Vergleich der Probelösung.

Voraussetzung einer solchen Parallelmessung ist, dass die Messung mit beiden Methoden aus derselben, geteilten Probe erfolgt. Meist erfolgt die Probenahme sowie Teilung der Probe durch das Referenzlabor. Die anschließende Probenvorbereitung und/oder Konservierung sollte mit dem Labor abgestimmt werden, um Fehler oder Abweichungen zu vermeiden. Wegen der bestehenden Gefahr der Probenveränderung sollten die Analysen so zeitnah wie möglich und von allen für den Betreiber relevanten Probenahmestellen erfolgen.

Messergebnisse sollten grundsätzlich durch Doppelbestimmungen und Plausibilitätsprüfungen abgesichert werden.

In der IQK-Karte 7 sind die Ergebnisse der Betriebsmethode und des Referenzlabores sowie die Abweichungen festzuhalten.

 Messergebnisse sollten grundsätzlich durch Doppelbestimmungen und Plausibilitätsprüfungen abgesichert werden.

 c = Konzentration [mg/L]
VB = Vertrauensbereich
SOLL = Sollwert

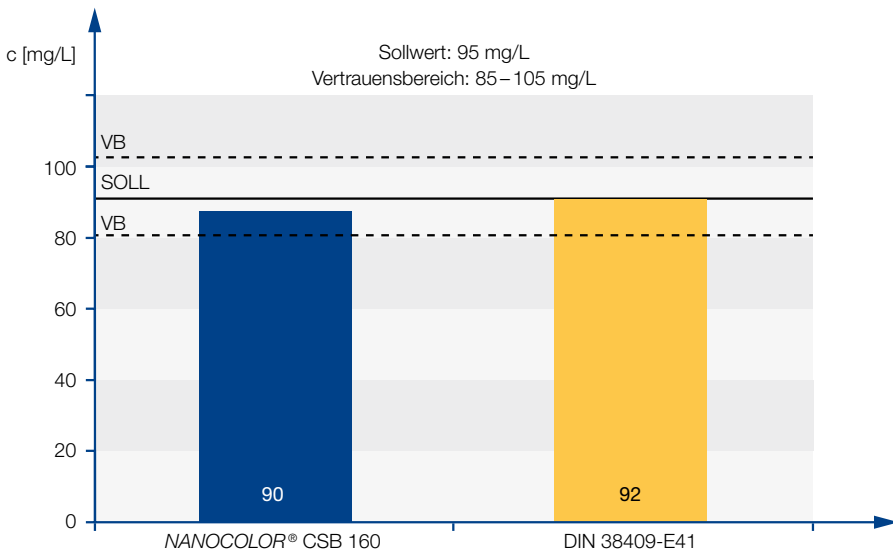



Abbildung 45: Vergleichbarkeit NANOCOLOR® und DIN

 c = Konzentration [mg/L]
VB = Vertrauensbereich
SOLL = Sollwert

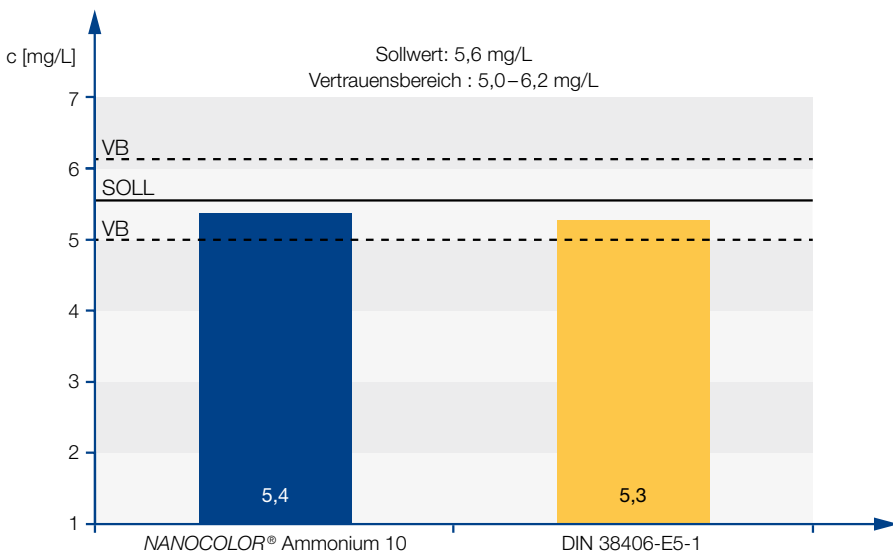


Abbildung 46: Vergleichbarkeit NANOCOLOR® und DIN

5.3.6 IQK-Karte 9: Prüfmittelüberwachung

Unter Prüfmittel versteht man grundsätzlich alle Geräte und Reagenzien, die in der Betriebsanalytik zum Einsatz kommen, wie zum Beispiel Photometer, Thermoblöcke, Pipetten und Waagen.

Nur wenn die Betriebsmittel stetig überprüft werden, kann man sich sicher sein, dass diese den geforderten und benötigten Arbeitsbedingungen gerecht werden. Nicht ordentlich geprüfte Betriebsmittel können direkt oder indirekt falsche Messwerte erzeugen. Fehlerhafte Messwerte können auf verschiedene Weise entstehen, zum Beispiel durch verstellte Pipetten, durch Verunreinigungen im Küvetenschacht oder auch einen unzureichenden Aufschluss bei der Bestimmung von Summenparametern.

Wie die Betriebsmittel-Überprüfung detailliert aussehen soll, gibt die IQK-Karte 9 in Form von Empfehlungen und Hinweisen zur Häufigkeit sowie der expliziten Durchführung und Dokumentation der Prüfung an. Auf die wichtigsten Prüfmittel und deren Überwachung soll hier kurz eingegangen werden.

Photometer

Der sicherlich wichtigste Aspekt in der Reihe der Prüfmittel ist das Photometer. Ohne Photometer erfolgt keine Analytik. Die Überprüfung sollte nach Vorgaben der DWA zweimal jährlich entsprechend den Herstellerangaben und geräteabhängig erfolgen. Entscheidend ist die Frage nach der Richtigkeit der erhaltenen Messergebnisse, also: „Kann ich den gemessenen Werten Vertrauen schenken unter der Annahme, dass alle anderen auf den Messwert Einfluss nehmenden Faktoren geprüft wurden und keine Fehler verursachen?“.

Die Richtigkeit der Photometer wird oftmals durch den Hersteller selbst überprüft und ein entsprechender Prüfbericht ausgestellt. Die Prüfung kann unter gewissen Voraussetzungen aber auch eigenständig erfolgen. Der Vorteil der eigenständigen Überprüfung liegt darin, dass diese individuell in den Betriebsalltag integriert werden kann. Entscheidend ist, dass der Anwender selbst keinen Einfluss auf die Überprüfung nehmen, eventuell die Ergebnisse verändern, aber dennoch die Durchführung auf einfachsten Weg (ohne beispielsweise das Gerät öffnen zu müssen) bewerkstelligen kann.

NANOCONTROL NANOCHECK 2.0

Prüflösungen zur Kontrolle der photometrischen Richtigkeit



Einfache und sichere Prüfmittelüberwachung

- Sekundärstandard gemäß ISO 9001 und ISO 14001
- Überwachung durch Primärstandards (NIST)
- Erfüllung der DWA-A 704 Anforderungen

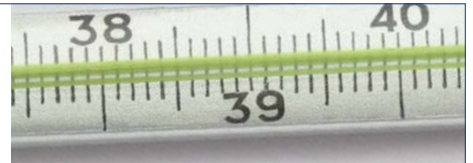


Thermoblöcke

Thermoblöcke oder Heizgeräte sollten einmal pro Jahr hinsichtlich der Reaktionstemperatur getestet werden. Nur wenn die Reaktionstemperatur stimmt, kann ein vollständiger Aufschluss garantiert werden. Die Abweichung der Aufschlusstemperatur sollte maximal $\pm 3\text{ °C}$ betragen.

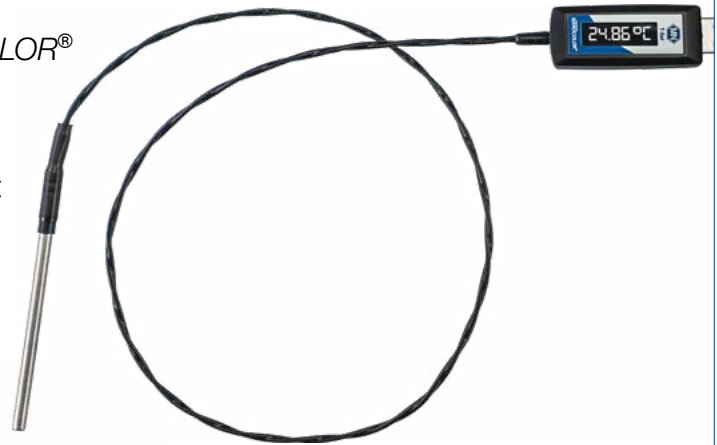
Die Überprüfung findet mit speziell kalibrierten, externen Temperaturfühlern oder Thermometern statt. Wie bei den Photometern wird die Prüfung meist von den Herstellern der Geräte übernommen. Aber auch hier gibt es Möglichkeiten der eigenständigen Überprüfung der Geräte. Wie bereits bei dem Photometer erwähnt, liegt der Vorteil der eigenständigen Überprüfung darin, dass diese individuell in den Betriebsalltag integriert werden kann. Zur Überwachung der Thermoblöcke kann das *NANOCOLOR®* T-Set, ein kalibrierter Thermofühler, genutzt werden.

NANOCOLOR® T-Set Thermoblock-Kontrolle



Temperaturkontrolle und Kalibrierung

- Kalibrierter Thermofühler zur automatischen Temperaturkontrolle
- Automatische Kalibrierung aller *NANOCOLOR®* Thermoblöcke
- GLP-konforme Dokumentation gemäß DWA-A 704 mit der *NANOCOLOR®* T-Set Software



Pipetten

Die Betriebsanalytik wird in den meisten Fällen mit photometrischen Testen durchgeführt. Als eine typische Fehlerursache stark abweichender Analysenergebnisse muss unbedingt die Pipette genannt werden. Die Pipette ist ein messwertentscheidendes Präzisionsinstrument und deshalb genauso regelmäßig zu überprüfen wie Photometer oder Thermoblock. Eine Waage mit der Genauigkeit von 0,01 g erfüllt alle Voraussetzungen zur Überprüfung und Kalibrierung der in der Photometrie eingesetzten Pipetten. Es ist empfehlenswert, die am meisten verwendeten Volumina gesondert zu überprüfen.

· Je kleiner das Aufnahmevolumen einer Pipette, umso sensibler sind diese. Digitalkolbenhubpipetten besitzen einen mechanischen Verstellmechanismus. Diese Pipetten sind besonders sorgfältig zu behandeln, ein Überdrehen der Einstellung kann zu ernsthaften Schäden führen.

Hinweise zur Kalibrierung:

· Die Pipette sollte viermal jährlich überprüft werden. Sollte unbeabsichtigt Flüssigkeit in das Innere der Pipette eingedrungen sein, ist sie sofort gründlich zu säubern, zu überprüfen und gegebenenfalls neu zu kalibrieren.

- In jeder Pipette befinden sich funktionelle Dichtelemente, die altern. Sie sollten rechtzeitig als Ersatzteil zur Verfügung stehen.
- Prüfbedingungen (siehe auch DIN 12650, Teil 6): Raumtemperatur: 20–25 °C, kalibrierte Waage mit entsprechender Anzeigegenauigkeit von 1/100 g. Als Prüfflüssigkeit eignet sich auf Raumtemperatur temperiertes, destilliertes Wasser. Im Ausnahmefall kann auch anderes, aber vollständig entgastes Wasser verwendet werden.
- Ermittlung der Genauigkeit: Bei variablen Pipetten sollte das maximale Volumen sowie 50 % und 10 % des Volumens überprüft werden.
100–1000 µL Pipettenvolumen < 2 %
200 µL Pipettenvolumen < 1 %
- Ermittlung der Dichtigkeit: Mit einem etwa 20 cm langen auf die Pipette geschobenen Kunststoffschlauch die Flüssigkeitsmenge aufnehmen und den Meniskus markieren. Innerhalb 1 Minute darf sich dieser nicht verändern.
- Mögliche Ursachen für Pipettenfehler: Verschmutzungen, Rückstände im Inneren der Pipette, lose oder falsche Spitzen, Konus zur Spitzenaufnahme beschädigt, gequollene Dichtungen, Undichtigkeiten, poröse Dichtringe und/oder mechanische Beschädigungen durch Überdrehungen oder Gewaltanwendung.

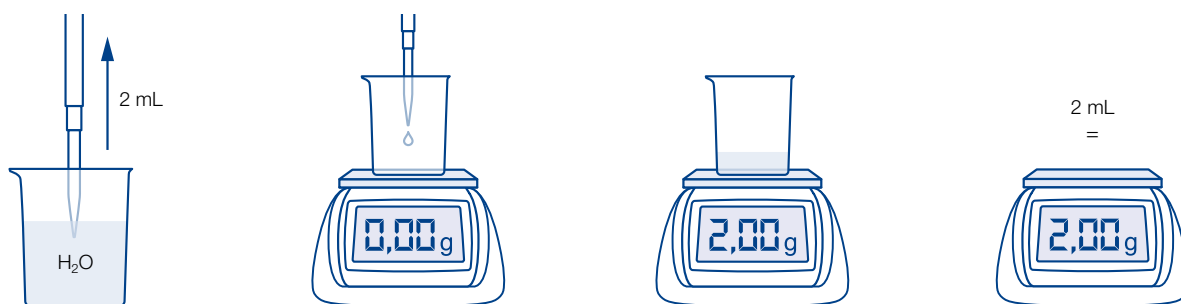


Abbildung 47: Kalibrieren von Pipetten

5.3.7 IQK-Karte 10: Personalbogen

Einen hohen Stellenwert in den neuen Gesetzen hat die Aus- und Weiterbildung des Labpersonals erhalten. Die IQK-Karte 10 stellt die Qualifikation und den Erhalt geeigneter Schulungsmaßnahmen der Anwender für die eingesetzten Betriebsmethoden sicher. Schwerpunkt in der Fortbildung ist das Verstehen analytischer Zusammenhänge, die Aufdeckung möglicher Fehlerquellen und die richtige Interpretation und Bewertung der Messergebnisse.

Die Aus- und Weiterbildung kann betriebsintern oder durch Teilnahme an externen Veranstaltungen wie Seminaren, Messen oder Ausstellungen erfolgen.

5.4 Hilfe! Mein Messwert stimmt nicht

Wenn die Vermutung nahe liegt, dass der erhaltene Messwert fehlerhaft ist, gibt es einige Möglichkeiten den Messwert zu überprüfen. Nachstehende Fragen sollten dabei beachtet werden:

Durchführung

- Wie wurde der Test durchgeführt?
- Haben Sie die Testanleitung exakt eingehalten?
- Haben Sie die richtigen Volumina verwendet?
- Wurden die Reaktionszeiten eingehalten?
- Haben Sie die richtige Reaktionstemperatur eingehalten?
- Wurde die Probe auf Raumtemperatur gebracht?

Geräte

- Was für ein Photometer / Thermoblock verwenden Sie?
- Wann haben Sie zuletzt Ihr Photometer kalibriert? (ggf. Photometer kalibrieren!)
- Welche Unter Methode haben Sie eingestellt?
- Sind Ihre Pipette überprüft und in Ordnung? (Volumenkontrolle wie in der DWA-A 704 beschrieben)
- Erreicht Ihr Thermoblock noch die benötigte Temperatur? (10 °C Temperaturerhöhung verdoppelt die Reaktionsgeschwindigkeit!)

Das aktuelle Seminarprogramm finden Sie auf unserer Homepage www.mn-net.com/Seminare



IQK

- Haben Sie eine Doppelbestimmung durchgeführt? Sind beide Werte vergleichbar?
- Haben Sie den Test mit einem Standard überprüft? Welchen Standard haben Sie verwendet und wie sind die Ergebnisse?
- Haben Sie eine Verdünnung / Aufstockung durchgeführt? Finden Sie die erwarteten Werte? (Absicherung das keine Matrixeffekte auftreten)
- Vergleich mit anderen Messmethoden? (Behörde, DIN-Labor, anderes Photometer etc.)

Probe

- Welche Art von Probe analysieren Sie?
- Sieht die Probe wie immer aus?
- Wie sieht die Probe aus? (Gefärbte Probe? Trübung vorhanden?)
- Wie sind pH-Wert und Temperatur der Probe?
- Wie wurde die Probe für die Messung vorbereitet? (Filtriert, homogenisiert, konserviert etc.)
- Können in der Probe störende Ionen vorliegen?
- Welches Messergebnis erwarten Sie?
- Warum erwarten Sie das Messergebnis? (Erfahrungswerte, Aussehen der Probe etc.)

Test

- Welcher Test ist betroffen?
- Welche LOT-Nummer wird eingesetzt?
- Wie lange ist der Test haltbar?
- Sehen die Küvetten bzw. Chemikalien anders aus als normal?

MACHEREY-NAGEL

20 – 80 % Messbereiche

Für die typischen Wasser- und Abwasserparameter stehen uns eine Vielzahl von Testen mit verschiedenen Messbereichen zur Verfügung. Für jede Anwendung ein Test mit dem optimalen Messbereich. Die Wahl des für den Anwender geeigneten Testes ist entscheidend für eine erfolgreiche Analytik. Der entsprechende Messbereich sollte so gewählt werden, dass sich das zu erwartende Ergebnis im 20 - 80 %-Bereich des verwendeten Testes befindet. In diesem Bereich ist die analytische Sicherheit am Größten. Der Anwender erhält zuverlässige Ergebnisse und ist abgesichert gegenüber Vorgesetzten und übergeordneten Behörden.



Ammonium [mg/L NH ₄ -N]	
Ammonium 3	0,04 0,49 1,85 2,30
Ammonium 10	0,2 1,8 6,4 8,0
Ammonium 50	1,0 8,8 32,2 40,0
Ammonium 100	4 19 65 80
Ammonium 200	30 56 134 160
Ammonium 2000	300 560 1340 1600
CSB [mg/L O ₂]	
CSB 40	2 10 32 40
CSB 60	5 16 49 60
CSB 60 in Salzwasser	5 16 49 60
CSB LR 150	3 32 121 150
CSB 160	15 44 131 160
CSB 300	50 100 250 300
CSB 600	50 160 490 600
CSB 1500	100 380 1220 1500
CSB HR 1500	20 316 1204 1500
CSB 4000	400 1120 3280 4000
CSB 10000	1000 2800 8200 10000
CSB 15000	1000 3800 12200 15000
CSB 60000	5000 16000 49000 60000
Nitrat [mg/L NO ₃ -N]	
Nitrat 8	0,30 1,84 6,46 8,00
Nitrat 50	0,3 4,6 17,7 22,0
Nitrat 250	4 15 49 60
Nitrit [mg/L NO ₂ -N]	
Nitrit 2	0,003 0,094 0,369 0,460
Nitrit 4	0,1 0,9 3,2 4,0
Ortho- und gesamt-Phosphat [mg/L P]	
Ortho- und gesamt-Phosphat LR 1	0,05 0,14 0,41 0,50
Ortho- und gesamt-Phosphat 1	0,05 0,34 1,21 1,50
Ortho- und gesamt-Phosphat 5	0,20 1,16 4,04 5,00
Ortho- und gesamt-Phosphat 15	0,30 3,24 12,06 15,00
Ortho- und gesamt-Phosphat 45	5,0 14,0 41,0 50,0
Ortho- und gesamt-Phosphat 50	10,0 18,0 42,0 50,0
Gesamt-Stickstoff [mg/L N]	
Gesamt-Stickstoff TN ₀ 22	0,5 4,8 17,7 22,0
Gesamt-Stickstoff TN ₀ 60	3 14 49 60
Gesamt-Stickstoff TN ₀ 220	5 48 177 220

www.mn-net.com

MACHEREY-NAGEL



Management System
EN ISO 13485:2016
ISO 9001:2015

www.tuv.com
ID 0000056401



MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG · Valenciener Str. 11 · 52355 Düren · Deutschland

DE +49 24 21 969-0 info@mn-net.com

CH +41 62 388 55 00 sales-ch@mn-net.com

FR +33 388 68 22 68 sales-fr@mn-net.com

US +1 888 321 62 24 sales-us@mn-net.com

6. Gesetzliche Grundlagen

Der vorsorgende Schutz der Gewässer als Bestandteil des Naturhaushaltes sowie die Sicherstellung der öffentlichen Wasserversorgung und Abwasserentsorgung sind zentrale Aufgaben der Umweltpolitik von Bund, Ländern und Gemeinden.

In den Aufbaujahren nach dem 2. Weltkrieg konnte der Gewässerschutz mit der Ausweitung der industriellen Entwicklung nicht Schritt halten, so dass Ende der 60er, Anfang der 70er Jahre die Gewässerverschmutzung ein besorgniserregendes Ausmaß angenommen hatte.

Bund und Länder haben daher den Gewässerschutz zu einem Schwerpunkt ihrer Arbeit gemacht. Durch eine Vielzahl von Maßnahmen konnte die Gewässerqualität rasch und nachhaltig verbessert werden. Insbesondere die industriellen Verursacher von Gewässerbelastrungen wurden zu weit reichenden Gewässerschutzmaßnahmen gezwungen.

Die hohen Investitionen haben zwar deutliche Verbesserungen gebracht, gleichwohl bleibt der Gewässerschutz eine Daueraufgabe. Die Rahmenbedingungen Deutschlands, das heißt seine geographische Lage in der Mitte Europas, seine hohe Bevölkerungsdichte und Industrialisierung, erfordern weiterhin besondere Anstrengungen im Gewässerschutz.

Durch strenge Anforderungen an kommunale und industrielle Kläranlagen der Abwasserabgabenregelung, hat die Bundesregierung die Weichen für eine maßgebliche Reduzierung der Einträge von gefährlichen Stoffen und Nährstoffen in die Gewässer gestellt. Die betroffenen Verursacher müssen in den nächsten Jahren unvermindert große Anstrengungen leisten, um die Ziele der EG-Wasserrahmenrichtlinie (WRRL) und der EG-Meeressstrategie-Rahmenrichtlinie (MSRL) zu erreichen. Dies betrifft insbesondere die Reduzierung der erheblichen Nährstoffeinträge aus der Landwirtschaft und die Verbesserung der Oberflächengewässer und des Grundwassers.

6.1 Europäische Ebene

Betrachtet man die europäische Ebene, so ist die Wasserrahmenrichtlinie (WRRL) wichtig. Diese Richtlinie gibt den rechtlichen Rahmen für die Wasserpolitik innerhalb der EU vor. Sie bezweckt, die Wasserpolitik stärker auf eine nachhaltige und umweltverträgliche Wassernutzung auszurichten. Die EG-Wasserrahmenrichtlinie wurde in nationales Recht in Form des deutschen Wasserhaushaltsgesetzes (WHG) umgesetzt. Das WHG stellt das Leitgesetz des deutschen Wasserrechts dar.

6.1.1 EG-Wasserrahmenrichtlinie 2000/60/EG

Der Beginn einer aktiven europäischen Umweltpolitik reicht bis ins Jahr 1973 zurück. Seit dieser Zeit wurde eine Reihe von Einzelrichtlinien zum Gewässerschutz verabschiedet. Nachdem in der Europäischen Union immer wieder Einzelfragen aus dem Wassersektor aufkamen, erkannte man die Notwendigkeit, eine umfassende Rahmenrichtlinie zu erarbeiten. Diese neue Richtlinie sollte sämtliche Einzelrichtlinien zu einem kohärenten Gesamtkonzept bündeln.

Anfang der 90er Jahre entwickelte die EU-Kommission die Idee einer ökologisch orientierten Gewässerschutzrichtlinie, die die Verbesserung der ökologischen Gewässerbeschaffenheit und ein nachhaltiges Wassernutzen erreichen sollte. Bis 1999 wurde die Rahmenrichtlinie mehrfach überarbeitet und erweitert, bis die Europäische Wasserrahmenrichtlinie (RL 2000/60/EG WRRL) letztlich am 22.12.2000 in Kraft trat.

Die Wasserrahmenrichtlinie hat folgende Hauptziele:

- Flüsse, Seen, Grundwasser und Küstengewässer sind bis zum Jahr 2015 in einem „guten“ ökologischen und chemischen Zustand.
- Die Bewirtschaftung von Oberflächengewässern erfolgt auf der Grundlage von definierten Flusseinzugsgebieten.
- Die Wasserversorgung muss ab 2010 kostendeckend arbeiten und darf nicht subventioniert werden.

Um die Hauptziele zu erreichen, schreibt die WRRL den Mitgliedstaaten einen ambitionierten Zeitplan vor:

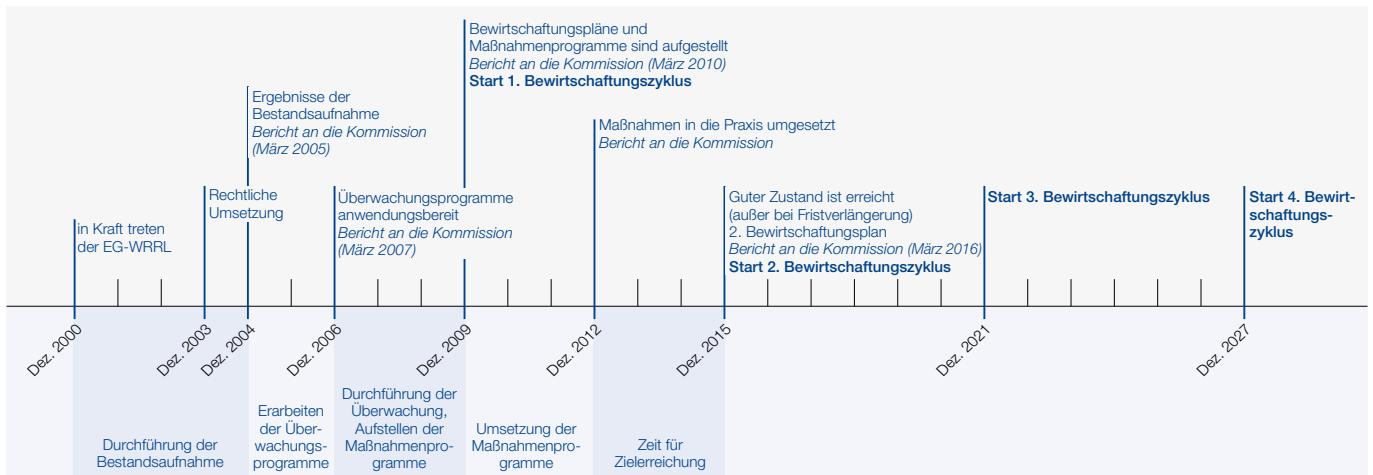


Abbildung 48: Zeitplan der EG-Wasserrahmenrichtlinie

6.1.2 Weitere relevante europäische Richtlinien

Neben der EG-Wasserrahmenrichtlinie gibt es viele weitere europäische Richtlinien, die im Bereich der Wasser- und Abwasseranalytik von Bedeutung sind. Die Wichtigsten sind nachstehend aufgeführt:

6.1.2.1 Richtlinie (EU) 2024/3019 Behandlung von kommunalem Abwasser

Die EU-Richtlinie 2024/3019 Behandlung von kommunalem Abwasser (kurz Karl) wurde am 27.11.2024 verabschiedet. Sie ersetzt mit Wirkung vom 1. August 2027 die Richtlinie 91/271/EWG (Kommunale Abwasserrichtlinie).

Sie verfolgt das Ziel, die Wasserqualität weiter zu verbessern und effizientere Ressourcennutzung zu fördern. Sie ist somit ein Teil des Null-Schadstoff-Aktionsplans der EU und legt besonderen Wert auf die Eliminierung von Spurenstoffen, wie Mikroschadstoffen und Mikroplastik, die bisher nicht ausreichend geregelt sind.

Ein wichtiger Aspekt der neuen Richtlinie ist die Einführung einer vierten Reinigungsstufe für Kläranlagen, die über eine bestimmte Größe (mindestens 150.000 Einwohnergleichwerte) hinausgehen. Die Kommission plant, diese vierte Reinigungsstufe stufenweise bis Ende 2045 für alle großen Kläranlagen zu verpflichten. Bei Kläranlagen zwischen 10.000 und 150.000 EW wird im Einzelfall über einen risikobasierten Ansatz ermittelt, ob eine 4. Reinigungsstufe erforderlich ist.

Ein weiteres wichtiges Ziel ist, die Nährstoffeinträge in die Gewässer mittels verschärfter Grenzwerte von Stickstoff und Phosphor weiter zu reduzieren. Für N-Gesamt wird der Grenzwert bei Anlagen größer 150.000 EW auf 8 mg/L sinken. Bei Anlagen zwischen 10.000 EW bis 150.000 EW gilt zukünftig ein Grenzwert von 10 mg/L. Für P-Gesamt liegen die Grenzwerte zukünftig bei 0,5 mg/L für Anlagen größer 150.000 EW und 0,7 mg/L für Anlagen zwischen 10.000 EW – 150.000 EW.

Besonders hervorzuheben ist die Einführung der erweiterten Herstellerverantwortung. Unternehmen, die pharmazeutische Produkte oder Körperpflegeprodukte herstellen, werden künftig verpflichtet, mindestens 80 % der Kosten für die zusätzliche Reinigungsmaßnahme in Kläranlagen zu übernehmen. Dies soll sicherstellen, dass die Verursacher von Umweltbelastungen stärker an den Kosten beteiligt werden.

Diese Maßnahmen sollen langfristig die Qualität der Oberflächengewässer verbessern und die Belastung durch anthropogene Schadstoffe reduzieren.

6.1.2.2 Industrieemissionsrichtlinie IED (2010/75/EU)

Diese EU-Richtlinie regelt den vollständigen Ablauf in Industrieunternehmen, von der Genehmigung bis hin zur Stilllegung. Sie vereint dabei sieben Vorgänger-Richtlinien, die einen Bezug zu Industrieemissionen hatten (unter anderem die IVU Richtlinie 2008/1/EG). Die Richtlinie wurde 2010 verabschiedet und musste bis Januar 2013 in nationales Recht umgesetzt werden.

Die Industrieemissionsrichtlinie IED (2010/75/EU) wurde im Jahr 2024 überarbeitet, um den Umweltschutz weiter zu stärken und den europäischen Green Deal zu unterstützen. Die Änderungen wurden am 15. Juli 2024 (2024/1785/EU) veröffentlicht und traten am 4. August 2024 in Kraft. Die Mitgliedstaaten haben nun bis zum 1. Juli 2026 Zeit, diese Neuerungen in nationales Recht umzusetzen.

6.1.2.3 Meeresstrategie-Rahmenrichtlinie, MSRL (2008/56/EG)

Im Rahmen der Umsetzung des 6. Umweltaktionsprogramms hatte die Europäische Kommission am 24.10.2005 eine thematische Strategie für den Schutz und die Erhaltung der Meeresumwelt zusammen mit einem Vorschlag für eine Richtlinie zur Schaffung eines Ordnungsrahmens für Maßnahmen der Gemeinschaft im Bereich der Meeresumwelt vorgelegt.

Durch diese Richtlinie sollen die europäischen Meeresgewässer (Ostsee, Nordatlantik, Mittelmeer, Schwarzes Meer) bis zum Jahr 2020 einen guten Umweltzustand erreichen.

Die Meeresstrategie-Rahmenrichtlinie trat am 15. Juli 2008 in Kraft.

Zur Umsetzung dieser Richtlinie gibt es einen detaillierten Zeitplan:

Zeitplan	Umsetzung
bis 2010	Umsetzung in nationales Recht
Oktober 2011	Start der Öffentlichkeitsbeteiligung für die ersten Berichte
Juli 2012	<ul style="list-style-type: none"> · Abgabe der ersten Berichte an die Europäische Kommission · Anfangsbewertung zur Erfassung des aktuellen Umweltzustandes der Meere · Beschreibung eines guten Umweltzustandes, Festlegung von Umweltzielen
bis 2013	Veröffentlichung von Informationen über Schutzgebiete
bis Juli 2014	Erstellen und Durchführen von Überwachungsprogrammen
bis 2015	Erstellen eines Maßnahmenprogramms zur Erreichung bzw. Erhaltung eines guten Umweltzustands
bis 2016	Praktische Umsetzung des Maßnahmenprogramms
bis 2018	Zwischenberichte über die Maßnahmenprogramme an die Europäische Kommission
bis 2020	Erreichen eines guten Umweltzustandes der Meeresumwelt

Tabelle 19: Umsetzung der Meeresstrategie-Rahmenrichtlinie

Im März 2025 veröffentlichte die Europäische Kommission einen Bericht über die aktualisierten Maßnahmenprogramme der Mitgliedstaaten zur Umsetzung der MSRL. Der Bericht stellt fest, dass trotz der entwickelten Meeresstrategien der EU-Mitgliedstaaten die derzeitige Nutzung der europäischen Meere nicht nachhaltig ist und der anhaltende Druck auf die Meeresökosysteme deren Zustand verschlechtert.

Eine Überarbeitung der aktuellen Richtlinie steht aus.

6.1.2.4 Richtlinie über die Qualität von Wasser für den menschlichen Gebrauch (98/83/EG)

Die Europäische Union (EU) legt grundlegende Wasserqualitätsstandards für den menschlichen Gebrauch fest.

Ziel der Richtlinie ist es, die menschliche Gesundheit vor nachteiligen Einflüssen, die sich aus verunreinigtem Wasser ergeben, durch Gewährleistung seiner Genusstauglichkeit und Reinheit zu schützen. Die Richtlinie trat am 25. Dezember 1998 in Kraft.

Durch diese Richtlinie werden Mindeststandards bei Trinkwasser für mikrobiologische Parameter, chemische Parameter und Radioaktivität festgelegt.

Zum 21. Mai 2001 wurde die Richtlinie durch die Trinkwasserverordnung (TrinkwV 2001) in bundesdeutsches Recht übernommen.

6.1.2.5 Neuregelung zur Wasserwiederverwendung in der Landwirtschaft (2020/741/EU)

Aufgrund zunehmender Wasserknappheit und des Klimawandels hat die Europäische Union neue Mindestanforderungen für die Wiederverwendung von behandeltem Abwasser in der Landwirtschaft eingeführt. Diese Verordnung ist seit dem 26.06.2023 in Kraft und zielt darauf ab, die Wasserressourcen effizienter zu nutzen.

6.2 Nationale Ebene

Grundsatzfragen der Wasserwirtschaft, als auch die grenzüberschreitende Zusammenarbeit in der Wasserwirtschaft, werden in Deutschland vom Bundesumweltministerium (BMU) wahrgenommen. Dem BMU obliegt unter anderem die Federführung für das Wasserhaushaltsgesetz, das Abwasserabgabengesetz, das Wasch- und Reinigungsmittelgesetz sowie für das Bundesboden- und das Bundesnaturschutzgesetz. Ferner begleitet das BMU die Gewässerschutzregelungen der Europäischen Union, die Vorschriften für den Meeresumweltschutz und für Flussgebietskonventionen an grenzüberschreitenden Gewässern.

In Bezug auf das Wasserrecht sind für die Bundesrepublik Deutschland vorwiegend das europäische und nationale Umweltrecht von Bedeutung.

Wegen des föderativen Staatsaufbaus ist der Wasserhaushalt gesetzgebend und verwaltungstechnisch Aufgabe der einzelnen Bundesländer. Aus diesem Grund haben die einzelnen Bundesländer ihre eigenen Landeswassergesetze.

Das WHG ist gültig für Oberflächen-, Grund- und Küstengewässer.



6.2.1 Gesetz zur Ordnung des Wasserhaushalts (Wasserhaushaltsgesetz WHG)

Vor der Föderalismusreform war das WHG ein Rahmengesetz des Bundes. Durch diese Kodifizierung wurde das bis dato gültige Rahmengesetz zum abschließenden Wasserhaushaltsgesetz, welches am 01. März 2010 in Kraft trat. Das WHG ist gültig für Oberflächen-, Grund- und Küstengewässer.

Die bisher in den einzelnen Landesrechten normierten Bereiche der Wasserwirtschaft wurden durch die Reform in Bundesrecht überführt und verbindliche EG-Richtlinien in nationales Bundesrecht umgesetzt. Darüber hinaus strukturiert und vereinheitlicht das neue WHG das komplexe deutsche Wasserrecht mit dem Ziel, die praktische Umsetzung der Wasserrechtsordnung zu verbessern.

Das WHG enthält grundlegende Bestimmungen über den Schutz sowie die Nutzung von Oberflächengewässern und des Grundwassers. Außerdem beinhaltet es Vorschriften über den Ausbau von Gewässern, die wasserwirtschaftliche Planung und den Hochwasserschutz.

Somit stellt das neue WHG das Leitgesetz des deutschen Wasserrechts dar, welches zum ersten Mal bundeseinheitliche Vorgaben zur Bewirtschaftung von Oberflächengewässern, Küstengewässern und Grundwasser geschaffen hat.

Die bisher sehr verstreuten Regelungen zum Gewässerschutz wurden zusammengefasst und finden sich im WHG nunmehr in den §§ 54 bis 61. Im Dezember 2022 wurde das WHG geändert, um die Vorgaben der EU-Trinkwasserrichtlinie (2020/2184/EU) umzusetzen. Diese Änderungen zielen darauf ab, die Qualität von Wasser für den menschlichen Gebrauch zu sichern und den Zugang zu Trinkwasser zu verbessern.

6.2.2 Abwasserverordnung AbwV

Die Abwasserverordnung regelt das Einleiten von Abwasser in natürliche Gewässer (Direkteinleiter) oder in öffentliche Abwasseranlagen (Indirekteinleiter). Das Einleiten darf nur erfolgen, wenn die Schadstofffracht des Abwassers durch Maßnahmen, die dem Stand der Technik entsprechen, so gering wie möglich gehalten wird.

Die Abwasserverordnung konkretisiert für 57 Branchen den Stand der Technik durch Mindestanforderungen für das Einleiten von Abwasser. Zudem werden Anforderungen an die Errichtung, den Betrieb und die Benutzung von Abwasseranlagen definiert.

Die Anforderungen beziehen sich auf die Einleitungsstelle des Abwassers in das Gewässer, zum Beispiel der Ablauf der Abwasseranlage.

Die Abwasserverordnung trat am 1. April 1997 in Kraft und löste damit die Abwasserherkunftsverordnung vom 3. Juli 1987 und die Rahmen-Abwasser-Verwaltungsvorschrift (Rahmen-AbwasserVwV) ab. Die letzte Überarbeitung der Verordnung trat im März 2024 in Kraft. Sie brachte insbesondere Änderungen in den Anhängen mit sich, die spezifische Anforderungen an verschiedene Herkunftsbereiche des Abwassers regeln.

Das WHG stellt das Leitgesetz des deutschen Wasserrechts dar.



6.2.3 Abwasserabgabengesetz AbwAG

Das Abwasserabgabengesetz wurde erstmals im Jahr 1976 veröffentlicht und wird seitdem stetig erweitert. Die letzte Änderung trat im August 2018 in Kraft. Mit diesem Gesetz wurde erstmals in der Bundesrepublik Deutschland der Versuch unternommen, den Schutz der Gewässer vor Schadstoffabgaben durch ökonomisch wirkende Instrumente zu verbessern. Das Abwasserabgabengesetz regelt damit die Pflicht des Einleiters, für das Einleiten von Schmutz- oder Abwasser zu zahlen. Die Höhe der Abgabe ist dabei von der Schädlichkeit des Abwassers abhängig.

Das Abwasserabgabengesetz ist unmittelbar für alle Direkteinleiter gültig.

6.2.4 Landeswassergesetze

Die Landeswassergesetze sind Gesetze der jeweiligen Bundesländer in Deutschland. Sie regeln alle wichtigen Punkte rund um die Gewässernutzung und den Gewässerschutz: Den Schutz, die Nutzung, die Wasserversorgung und -entsorgung sowie die Gewässereinteilung. Sie ergänzen und konkretisieren die Vorschriften und Gesetze des Bundes.

Durch das seit dem 1. März 2010 in Kraft getretene Wasserhaushaltsgesetz (welches eine Vollregelung darstellt), können die Länder im Rahmen der konkurrierenden Gesetzgebung in den Landeswassergesetzen (LWG) nur noch teilweise Abweichungen festlegen und Öffnungsklauseln des WHG nutzen. Zuvor war das WHG ein Rahmengesetz, das von den Landeswassergesetzen detaillierter ausgefüllt wurde.

6.3 Global Harmonisiertes System zur Einstufung und Kennzeichnung von Chemikalien (GHS)

GHS steht für Globally Harmonized System of Classification and Labelling of Chemicals, einem weltweit einheitlichem System der Vereinten Nationen zur Einstufung und Kennzeichnung von Chemikalien.

Alle Chemikalien sowie Chemikaliengemische unterliegen vor der Herstellung und dem Verschicken der Einstufungs- und Kennzeichnungspflicht. Alle gefährlichen Stoffeigenschaften müssen bewertet und durch Gefahrensymbole gekennzeichnet werden, so dass Mensch und Umwelt beim Umgang mit Stoffen vor nachteiligen Auswirkungen geschützt werden.

Weltweit gab es unterschiedliche Systeme zur Einstufung und Kennzeichnung von Chemikalien. Die Folge war, dass ein Stoff oder Stoffgemisch in einem Land als gefährlich eingestuft und behandelt wurde, in einem anderen Land wiederum nicht, was zu Problemen im Transport, im Handel, bei den Verbrauchern und im Arbeitsschutz führte. Ziel der neuen GHS-Verordnung ist es, die unterschiedlichen Systeme weltweit zu vereinheitlichen und somit das Schutzniveau für Mensch und Umwelt transparenter und vergleichbarer zu machen.

Die GHS-Verordnung regelt dabei weltweit die einheitliche Einstufung und Kennzeichnung für das Inverkehrbringen von und den Umgang mit Gefahrstoffen am Arbeitsplatz, beim Transport von gefährlichen Gütern sowie die Erstellung von Sicherheitsdatenblättern.

6.3.1 Entstehung und Entwicklung

Während des Weltgipfels für Nachhaltigkeit 1992 in Rio de Janeiro forderten die beteiligten Staaten erstmals, dass weltweit eine Harmonisierung der Einstufung und Kennzeichnung von Chemikalien eingeführt wird.


“A globally harmonized hazard classification and compatible labelling system, including material safety data sheets and easily understandable symbols, should be available, if feasible, by the year 2000” (UNCED Agenda 21, Chapter 19).

2003 wurden die Inhalte von GHS mit dem sogenannten „purple book“ erstmals vorgelegt. Es wird seitdem kontinuierlich erweitert und verbessert, wobei im Schnitt etwa alle zwei Jahre eine aktualisierte Fassung erscheint. Seit 2008 ist das neue Einstufungs- und Kennzeichnungssystem weltweit anzuwenden.

Die Umsetzung der GHS-Verordnung in die europäische Chemikalienpolitik wurde in der neuen Verordnung (EG) Nr. 1272/2008 geregelt. Diese neue Verordnung, auch CLP-Verordnung (Classification, Labelling und Packaging) genannt, ist am 20. Januar 2009 in Kraft getreten.



GHS = Globally Harmonized System of Classification and Labelling of Chemicals.



Alle Chemikalien sowie Chemikaliengemische unterliegen vor der Herstellung und dem Verschicken der Einstufungs- und Kennzeichnungspflicht.

Die CLP-Verordnung legt beispielsweise die Kriterien fest, nach denen ein Stoff oder ein Gemisch einzustufen ist, aber auch wie als gefährlich gekennzeichnete Stoffe oder Gemische zu verpacken und entsprechend zu kennzeichnen sind.

Sie ersetzt schrittweise die bis dato gültige Stoffrichtlinie (67/548/EWG) und Zubereitungsrichtlinie (1999/45/EG). Zum 1. Juni 2015 werden diese beiden Richtlinien aufgehoben. Für die Umstellung auf die neue Regelung sind lange Übergangsfristen vorgesehen. So ist die CLP-Verordnung für Stoffe seit dem 1. Dezember 2010 verbindlich anzuwenden, für Gemische ab dem 1. Juni 2015.

Etikett	Alte Kennzeichnung	Neue Kennzeichnung
Stoffe	Zwischenzeitlich verboten	Erlaubt seit 20.01.2009, zwingend seit 01.12.2010
Gemische	Erlaubt bis 01.06.2015 (Lagerbestände: + 2 Jahre)	Erlaubt seit 20.01.2009, zwingend ab 01.06.2015

Sicherheitsdatenblatt	Alte Einstufung	Neue Einstufung
Stoffe	Zwingend bis 01.06.2015	Erlaubt seit 20.01.2009, zwingend seit 01.12.2010
Gemische	Zwingend bis 01.06.2015	Erlaubt seit 20.01.2009, zwingend ab 01.06.2015

Tabelle 20: Übergangsphasen gemäß CLP-Verordnung

Bis zum Ablauf der Übergangsfristen ist eine Kennzeichnung nach der alten Richtlinie oder schon nach der neuen CLP-Verordnung möglich. Eine doppelte Kennzeichnung ist jedoch verboten und nicht zulässig.

6.3.2 Gefahrenklassen: Zuordnung gefährlicher Eigenschaften

Im Unterschied zu der alten Stoffrichtlinie werden gefährliche Eigenschaften nach GHS in 28 Gefahrenklassen bewertet. Zuvor erfolgte die Bewertung in 15 sogenannte Gefahrenmerkmale. Durch die Erweiterung auf 28 Gefahrenklassen ist eine wesentlich differenziertere Unterscheidung von Gefahren möglich. Die Gefahrenklassen werden unterschieden in physikalisch-chemische Gefahren, Gefahren für die menschliche Gesundheit und nach Gefahren für die Umwelt.

Gefahren	Stoffrichtlinie Gefahrenmerkmale	GHS Gefahrenklassen
Physikalisch-chemische	5	16
Gesundheit	9	10
Umwelt	1	2

Tabelle 21: Gegenüberstellung Gefahrenmerkmale nach Stoffrichtlinie und Gefahrenklasse nach GHS

Ein wichtiger Aspekt ist, dass die Schwere der Gefahr nicht mehr direkt mit dem Gefahrenmerkmal gekoppelt ist. Stattdessen sind die Gefahrenklassen in bis zu vier Kategorien beziehungsweise Unterklassen oder sieben Typen untergliedert. Die Gefahr nimmt mit steigender Nummerierung oder mit fortlaufendem Buchstaben ab.

Die höchste Gefahr geht demnach von der Kategorie 1 aus. Die alten Gefahrenmerkmale „sehr giftig“, „giftig“ sowie „gesundheitsschädlich“ sind nach GHS alle in die Gefahrenklasse „Akute Toxizität“ implementiert. Unterschieden wird durch die einzelnen Unterkategorien. Vergleichbares gilt auch für die früheren Gefahrenmerkmale „hoch entzündlich“, „leicht entzündlich“ und „entzündlich“, Unterschieden wird zukünftig zusätzlich nach dem Aggregatzustand und nach Gefahrenstärke durch die Unterkategorien.

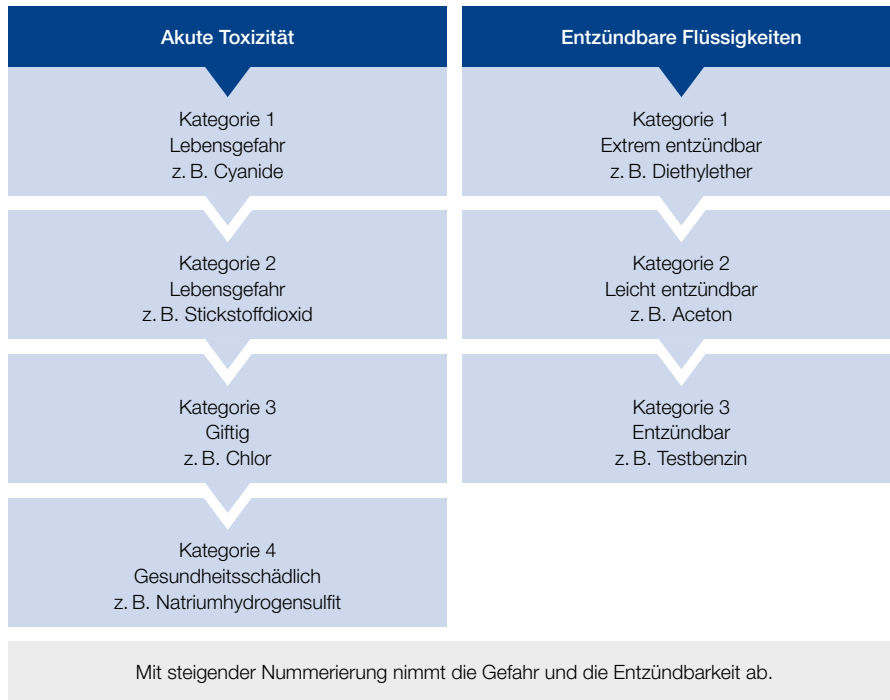


Abbildung 49: Zusammenhang Nummerierung und Gefahr

Wie die einzelnen Gefahrenklassen nach GHS heißen und ob es sich um eine physikalisch-chemische, eine Gesundheits- oder eine Umweltgefahr handelt, ist in der nachfolgenden Tabelle aufgeführt.

Englische Abkürzung	Art der Gefahr	Deutsche Bezeichnung
Expl.	Physikalische Gefahr	Explosive Stoffe / Gemische und Erzeugnisse mit Explosivstoff
Flam. Gas	Physikalische Gefahr	Entzündbare Gase
Flam. Aerosol	Physikalische Gefahr	Entzündbare Aerosole
Ox. Gas	Physikalische Gefahr	Oxidierende (entzündend wirkende) Gase
Press. Gas	Physikalische Gefahr	Gase unter Druck
Flam. Liq.	Physikalische Gefahr	Entzündbare Flüssigkeiten
Flam. Sol.	Physikalische Gefahr	Entzündbare Feststoffe
Self-react.	Physikalische Gefahr	Selbstzersetzliche Stoffe und Gemische
Pyr. Liq.	Physikalische Gefahr	Pyrophore Flüssigkeiten
Pyr. Sol.	Physikalische Gefahr	Pyrophore Feststoffe
Self-heat.	Physikalische Gefahr	Selbsterhitzungsfähige Stoffe und Gemische
Water-react.	Physikalische Gefahr	Stoffe und Gemische, die in Berührung mit Wasser entzündbare Gase entwickeln
Ox. Liq.	Physikalische Gefahr	Oxidierende (entzündend wirkende) Flüssigkeiten
Ox. Sol.	Physikalische Gefahr	Oxidierende (entzündend wirkende) Feststoffe
Org. Perox.	Physikalische Gefahr	Organische Peroxide
Met. Corr.	Physikalische Gefahr	Korrosiv gegenüber Metallen
Acute Tox.	Gesundheitsgefahr	Akute Toxizität
Skin Corr. Skin Irrit.	Gesundheitsgefahr	Ätz-/Reizwirkung auf die Haut
Eye Dam. Eye Irrit.	Gesundheitsgefahr	Schwere Augenschädigung / Augenreizung
Resp. Sens. Skin Sens.	Gesundheitsgefahr	Sensibilisierung der Atemwege oder der Haut
Muta.	Gesundheitsgefahr	Keimzellmutagenität
Carc.	Gesundheitsgefahr	Karzinogenität
Repr.	Gesundheitsgefahr	Reproduktionstoxizität
STOT SE	Gesundheitsgefahr	Spezifische Zielorgan-Toxizität (einmalige Exposition)
STOT RE	Gesundheitsgefahr	Spezifische Zielorgan-Toxizität (wiederholte Exposition)
Asp. Tox.	Gesundheitsgefahr	Aspirationsgefahr
Aquatic Acute Aquatic Chronic	Umweltgefahr	Gewässergefährdend
Ozone	Umweltgefahr	Schädigt die Ozonschicht, zusätzliche EU-Gefahrenklasse

Tabelle 22: Gefahrenklassen nach GHS

6.3.3 Signalwörter

Bei den Signalwörtern handelt es sich um ein neues Kennzeichnungselement nach der GHS-Verordnung. Laut GHS-Verordnung gibt es zwei Signalwörter:

- GEFAHR (für schwerwiegende Gefahrenkategorien)
- ACHTUNG (für weniger schwerwiegende Gefahrenkategorien)

Signalwörter informieren über den relativen Gefährdungsgrad. Personen, die mit diesem Stoff oder Gemisch umgehen, sollen auf die Gefahr aufmerksam gemacht werden. Das Signalwort „GEFAHR“ beschreibt die schwerwiegenden Gefahren und ersetzt den Hinweis „ACHTUNG“, wenn beide Gefahrenklassen oder Differenzierungen vorliegen. Das Signalwort „ACHTUNG“ wird für die Gefahrenkategorien mit geringerer Gefahr eingesetzt.

6.3.4 GHS Piktogramme

Die GHS-Verordnung schreibt neun Gefahrstoffpiktogramme vor. Diese Piktogramme werden durch schwarze Symbole in einem roten Quadrat symbolisiert und lösen die alten Gefahrensymbole mit deren Gefahrenbezeichnungen ab.

Piktogramm	Bezeichnung	Kodierung	Signalwort
	Explosierende Bombe	GHS01	GEFAHR / ACHTUNG
	Flamme	GHS02	GEFAHR / ACHTUNG
	Flamme über einem Kreis	GHS03	GEFAHR / ACHTUNG
	Gasflasche	GHS04	ACHTUNG
	Ätzwirkung	GHS05	GEFAHR / ACHTUNG
	Totenkopf mit gekreuzten Knochen	GHS06	GEFAHR
	Ausrufezeichen	GHS07	ACHTUNG
	Gesundheitsgefahr	GHS08	GEFAHR / ACHTUNG
	Umwelt	GHS09	ACHTUNG

Tabelle 23: Piktogramme nach GHS

6.3.5 Gefahrenhinweise (H-Sätze) nach GHS

Die Gefahrenhinweise (hazard statements) sind mit den bisherigen R-Sätzen aus der Stoff- und Zubereitungsrichtlinie vergleichbar. Diese standardisierten Textbausteine beschreiben die Art und den Schweregrad der Gefährdung. Sie werden mit auf das Kennzeichnungsschild aufgebracht. Innenverpackungen und Verpackungen für Produkte mit Flaschen von nicht mehr als 125 mL und minderen Gefahren benötigen keine Gefahrenhinweise.

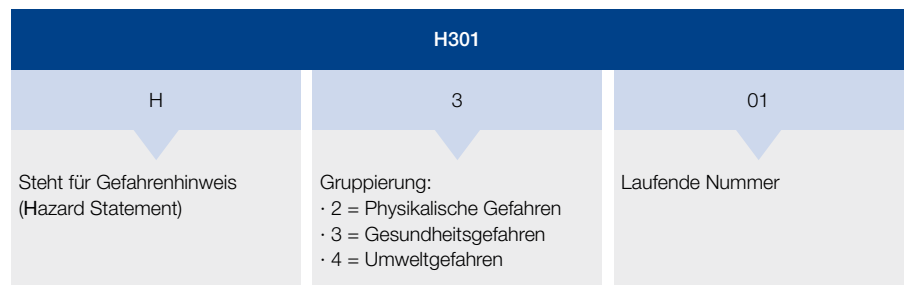


Abbildung 50: Zusammensetzung H-Satz

Einige R-Sätze und weitere Kennzeichnungselemente, die vom GHS-System der UN nicht erfasst sind, wurden in europäische H-Sätze (EUH-Sätze) überführt, um das Schutzniveau der EU zu erhalten. Sie führen nicht zu einer Einstufung in eine Gefahrenklasse und stehen deshalb nicht in Rubrik 2 des Sicherheitsdatenblatts.

6.3.6 Sicherheitshinweise (P-Sätze) nach GHS

Anhand dieser Sicherheitshinweise werden (precautionary statements) die empfohlenen Maßnahmen zur Begrenzung oder Vermeidung schädlicher Wirkungen von Chemikalien während der Verwendung formuliert. Diese standardisierten Inhalte sind vergleichbar mit den S-Sätzen aus der Stoff- und Zubereitungsrichtlinie. Im Anhang IV, Teil 1 der GHS-Verordnung, sind die Kriterien für die Sicherheitshinweise festgelegt. So sollen beispielsweise maximal sechs Sicherheitshinweise verwendet werden, es sei denn, dass eine größere Anzahl aufgrund des Gefährdungsgrades notwendig ist. Auch hier gilt die Kleinmengenregelung.

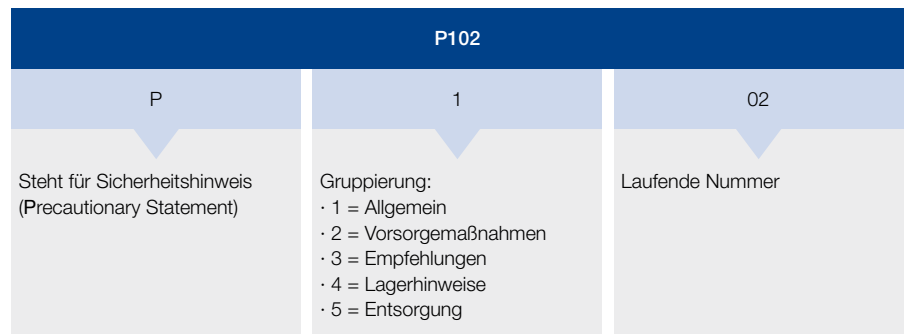


Abbildung 51: Zusammensetzung P-Satz

6.3.7 Kennzeichnungssystem

Die Kennzeichnung soll Personen, die mit einem Stoff oder einem Gemisch umgehen, Hinweise auf die damit verbundenen Gefahren geben. Die Auswahl der Kennzeichnungselemente richtet sich in erster Linie nach den Einstufungsergebnissen.

Zu jeder Gefahrenkategorie gehören ein Piktogramm, ein Signalwort, ein H-Satz und mehrere P-Sätze.

Ein Stoff oder Stoffgemisch kann jedoch unterschiedliche gefährliche Eigenschaften haben. Das bedeutet, dass einem Stoff oder Stoffgemisch mehrere Gefahrenklassen bzw. Gefahrenkategorien zugeordnet werden können, was durch mehrere Piktogramme, Signalwörter, H- und P-Sätze deutlich wird.

Die Piktogramme werden jeweils nur einmal aufgeführt. Für die Signalwörter wird nur das mit der höchsten Priorität verwendet. Die H-Sätze werden immer angegeben, da diese die Gefahrenhinweise die jeweilige Gefahrenkategorie charakterisieren. Meistens ist eine große Anzahl an P-Sätzen anzuführen. Daher soll pro Stoff oder Stoffgemisch die Anzahl auf möglichst maximal sechs P-Sätzen reduziert werden. Die P-Sätze müs-

sen durch die Hersteller oder Versender selber ausgewählt werden. Da diese nicht vorgeschrieben sind, können die Sicherheitsdatenblätter der einzelnen Firmen in diesem Punkt variieren.

6.4 Registration, Evaluation, Authorisation of Chemicals (REACH)

Bei REACH (Verordnung (EG) 1907/2006) handelt es sich um eine EU-Chemikalienverordnung, die am 1. Juni 2007 in Kraft trat. REACH ist die englische Abkürzung für **R**egistration, **E**valuation, **A**uthorisation of **C**hemicals (Registrierung, Bewertung, Zulassung und Beschränkung von Chemikalien).

Die REACH-Verordnung soll ein hohes Schutzniveau sowohl für den Mensch, als auch für die Umwelt beim Umgang mit Chemikalien sicherstellen. Gleichzeitig soll REACH den freien Verkehr von Chemikalien auf dem Binnenmarkt gewährleisten und so Wettbewerbsfähigkeit sowie Innovation fördern.

Hersteller, Importeure und Anwender müssen nach REACH selbst Verantwortung für Chemikalien übernehmen. Sie müssen sicherstellen, dass die hergestellten und in Verkehr gebrachten Chemikalien sicher verwendet werden (Grundsatz der Eigenverantwortung).

Die REACH-Verordnung gilt als eines der strengsten Chemikaliengesetze der Welt und hat als EU-Verordnung in allen Mitgliedsstaaten Gültigkeit.

6.4.1 Warum REACH?

REACH baut auf alten Chemikalienrechten auf und harmonisiert sowie vereinfacht das bisher bestehende Chemikalienrecht.

Durch die Einführung von REACH sollen die Schwächen der bis dato bestehenden Chemikaliengesetze beseitigt werden. Bisher prüften Behörden die Sicherheit von Chemikalien. Schwächen lagen vor allem darin, dass zu Chemikalien, die vor 1981 in den Markt gebracht wurden („Altstoffe“), keine systematisch erhobenen Informationen zu ihrer Gefährlichkeit für Mensch und Umwelt vorlagen. Altstoffe sollten erst nach und nach getestet werden oder wenn eine Stoffbewertung der Behörden Lücken aufwies beziehungsweise die Annahme zur Gefährlichkeit bestand.

Die Registrierung von Neustoffen hingegen zog eine aufwendige Anmeldung mit sich, so dass oftmals auf unzureichend geprüfte Altstoffe zurückgegriffen wurde. Insgesamt war das bestehende Verfahren langsam und damit nicht praktikabel.

REACH schafft ein einheitliches System: Hersteller und Importeure sind mit dem Einbringen von Chemikalien auf den Markt dazu verpflichtet, diese zu registrieren und die Risiken eigenständig zu bewerten. Die Registrierung ist notwendig, wenn mindestens eine Tonne pro Jahr der Chemikalie hergestellt oder eingeführt wird.

Die Aufgaben der Behörden liegen nun in der Unterstützung bei der Registrierung, in der Prüfung der Registrierungen und in der Regulierung von Stoffen mit besonders besorgniserregenden Eigenschaften oder die besonders gefährlich für die Mensch und Umwelt sind.

6.4.2 Umsetzung von REACH

Die Umsetzung von REACH erfolgt in drei Schritten:

- Registrierung
- Evaluierung
- Zulassung

6.4.2.1 Registrierung

Die Hauptaufgabe für die Hersteller und Importeure liegt in der Bewertung der chemischen Stoffe und der Registrierung bei der ECHA (Europäische Chemikalienagentur). Die Registrierungsphase erfolgt in drei Phasen: die erste Phase endete im November 2010, die zweite im November 2013 und die dritte Phase muss Mitte 2018 abgeschlossen sein.

REACH = Registration, Evaluation, Authorisation of Chemicals



„Ohne Daten kein Markt“

Zeitplan	Umsetzung
1. Juni 2007	Inkrafttreten von REACH
1. Juni 2008	Beginn der Vorregistrierung
1. Dezember 2008	Ende der Vorregistrierung
1. Januar 2009	Veröffentlichung der vorregistrierten Stoffe
1. Juni 2009	ECHA schlägt Stoffe für Anhang XIV vor
1. Dezember 2010	Ende der Registrierung für <ul style="list-style-type: none"> · Stoffe ≥ 1.000 t/a · CMR-Stoffe ≥ 1 t/a · Umweltgefährliche Stoffe ≥ 100 t/a
1. Dezember 2011	Erster Arbeitsplan für die Bewertung ist fertiggestellt
1. Juni 2013	Ende der Registrierungsfrist für Stoffe ≥ 100 t/a
1. Juni 2018	Ende der Registrierungsfrist für Stoffe ≥ 1 t/a

Tabelle 24: Umsetzung der REACH-Verordnung

Bei der Registrierung müssen ausreichend Daten eingereicht werden, so dass eine Bewertung des Stoffes erfolgen kann. Ab einer Menge von 10 Tonnen pro Jahr muss ein Stoffsicherheitsbericht vom Hersteller oder Importeur erstellt werden, in dem Gefährlichkeit und Expositionsszenarien erläutert sind.

Wie viele Daten eingereicht werden müssen, hängt von der hergestellten bzw. importierten Menge der Chemikalie ab. Für die Registrierung von Stoffen in Gemischen gelten gesonderte Regelungen.

6.4.2.2 Evaluierung

Die Evaluierung der Registrierungen erfolgt von den Behörden. Dabei prüft die ECHA sämtliche Registrierungen auf ihre Vollständigkeit. Zugleich werden ausgewählte Chemikalien auf besonders besorgniserregende Eigenschaften sowie Risiken für Mensch und Umwelt bewertet.

Als besonders besorgniserregend gelten Stoffe (SVHC), die mindestens eines der nachfolgenden Kriterien erfüllen:

- Krebserregend, erbgutverändernd oder fortpflanzungsgefährdend oder
- Giftig und langlebig in der Umwelt und in Organismen anreichernd oder
- Sehr langlebig in der Umwelt und sehr stark in Organismen anreichernd oder
- Ähnlich besorgniserregende Eigenschaften (z. B. hormonelle Wirkung)

6.4.2.3 Zulassung

Zulassungen beziehen sich auf besonders besorgniserregende Stoffe. Ziel von REACH ist es, diese Chemikalien auf lange Sicht durch weniger besorgniserregende Stoffe zu ersetzen, sofern die Alternativstoffe wirtschaftlich und technisch qualifiziert sind.

Solche gefährlichen Stoffe werden unter REACH in eine „Kandidatenliste“ aufgenommen, aus der die EU-Kommission wiederum Stoffe für die Zulassungspflicht priorisiert. Im Hinblick auf eine mögliche Substitution durch einen mindergefährlichen Alternativstoff wird ein Datum angegeben, bis wann der Stoff noch in bestimmten Bereichen verwendet werden darf. Neben Zulassungen können Beschränkungen erlassen werden, die sich nicht nur auf besonders besorgniserregende Stoffe beziehen.

7. Anhang

7.1 Umrechnungstabellen und Einheiten

Basisgröße	Formelzeichen	Dimensionssymbol	Basiseinheit	Einheitszeichen
Elektrische Stromstärke	I	I	Ampere	A
Länge	l	L	Meter	m
Lichtstärke	I_v	J	Candela	cd
Masse	m	M	Kilogramm	kg
Stoffmenge	n	N	Mol	mol
Temperatur	T	Θ	Kelvin	K
Zeit	t	T	Sekunde	s

Tabelle 25: SI-Basisgrößen und Einheiten

Größenart	Physikalische Größe	Formelzeichen	Dimension	SI-Einheit	Andere mögliche Einheiten
Energie	Arbeit Energie	W, E	$M L^2 T^{-2}$	J (Joule)	Nm (Newtonmeter) kWh (Kilowattstunde) cal (Kalorie)
Fläche	Flächeninhalt	A, S	L^2	m^2	A (Ar) ha (Hektar)
Länge	Länge Durchmesser Breite Höhe, Tiefe Wellenlänge	L d b h λ	L L	m m	mm cm Å (Ångström) nm (Nanometer) Å (Ångström)
Leistung	Leistung	P	$M L^2 T^{-3}$	W (Watt)	PS
Stoffmenge	Stoffmenge	n	N	mol	val
Masse	Gewicht	m	M	kg	g t (Tonne)
Molare Masse	Molare Masse	M	$M N^{-1}$	$g \text{ mol}^{-1}$	
Temperatur	Temperaturdifferenz	ΔT	Θ	K	°C °F
Volumen	Volumen, Rauminhalt	V	L^3	m^3	L (Liter)
Molares Volumen	Molares Volumen	V_m	$L^3 N^{-1}$	$m^3 \text{ mol}^{-1}$	
Zeit	Zeitspanne, Dauer	t	T	s	min h (Stunde) d (Tag) a (Jahr)

Tabelle 26: Wichtige Größen und Einheiten

Einheit	Umrechnung
1 μg	$1 \times 10^{-6} \text{ g} = 10^{-9} \text{ kg}$
1 mg	0,001 g
1 kg	1000 g
1 mL	0,001 L = 1000 μL
1 ppb	0,001 $\mu\text{g/mL}$
1000 ppb	1 $\mu\text{g/mL}$
1 ppm	1 $\mu\text{g/mL} = 1 \text{ mg/L}$
1000 ppm	1 g/L

Tabelle 27: Häufig benötigte Umrechnungen

7.2 Lexikon

Lexikon Wasseranalytik	
A	
AAS	Atom-Absorptionsspektroskopie, Analyseverfahren
Abbaubarkeit	Der Grad der biologisch oder chemisch bewirkten Zersetzung organischer Verbindungen, die vor allem auf Stoffwechselfvorgängen von Mikroorganismen beruhen.
Absetzprobe, absetzbare Stoffe	Bestimmung der Schwebstoffe innerhalb einer festgelegten Zeit im Imhoff-Trichter.
Absorption	Allgemein: Die Aufnahme eines Stoffes. In der Photometrie wird durch eine Farblösung in der Küvette Licht absorbiert.
Abwasser	Durch Gebrauch verändertes abfließendes Wasser und jedes in die Kanalisation gelangende Wasser. Dazu zählt Schmutzwasser, Regenwasser, Fremdwasser, Mischwasser und Kühlwasser.
Abwasserabgabengesetz (AbwAG)	Bundesgesetz vom 13.09.1976, nach dem bei der Einleitung von Abwasser in ein Gewässer je nach Menge und Verschmutzung eine Gebühr zu entrichten ist.
Acidität (Basenkapazität bis pH 8,3)	Säuregrad oder Säuregehalt einer Lösung. Sie steigt mit der Zunahme der H_3O^+ -Ionen. Ausdruck der Fähigkeit einer Verbindung, Wasserstoff-Ionen abzugeben. Im Wasser verursacht durch Mineralsäuren und freies CO_2 .
ACRON	Programm zur Analyse und Auswertung historischer Daten. Auch gerne bei Kläranlagen zur komfortablen Messwertprotokollierung oder zur Erstellung von Monats- und Jahresberichten für Behörden genutzt. Die Übertragung der Messdaten von NANOCOLOR® Spektralphotometern nach ACRON erfolgt mittels PC-Software.
Aerob	An die Anwesenheit von gelöstem Sauerstoff gebunden. Oft auf den Stoffwechsel bzw. die Lebensweise von Organismen bezogen, die elementaren Sauerstoff benötigen. In der Abwassertechnik z. B. das Belebungsverfahren.
Adsorption, adsorbieren, adsorptiv	Anlagerung eines Stoffes an einer Oberfläche, z. B. an Aktivkohle durch Molekularkräfte
Aktivkohle	Hochporöser reiner Kohlenstoff mit großer Oberfläche (300–2000 m ² pro Gramm). Besonders geeignet als Adsorptionsmittel. Dient zur Gasreinigung (z.B. in Atemschutzgeräten) oder zum Klären von Flüssigkeiten.
Alkalität, Alkalinität (Säurekapazität bis pH 4,3)	Stellt ein Maß für die Pufferkapazität eines Wassers dar. Gehalt an Carbonaten, Bicarbonaten, Hydroxiden, gelösten Salzen in einer Lösung. Ebenfalls eine summarische Wirkungs- und Stoffkenngroße. Ist die Restsäurekapazität zu niedrig, fällt der pH-Wert in den sauren Bereich.
Ammonifikation	Umsetzung von Stickstoffverbindungen durch Bakterien zu Ammonium
Ammonium	Ionische Stickstoff-Wasserstoffverbindung (NH_4^+), bei der Stickstoff in der Oxidationsstufe -3 vorliegt. Ammonium steht im Gleichgewicht zum fischgiftigen Ammoniak (NH_3), welches bei pH-Verschiebung ins Basische gebildet wird.
Anaerob	Vorgänge unter Sauerstoffausschluss
Anoxisch	Vorgänge ohne gelösten aber mit gebundenem Sauerstoff
Analytik	Als analytische Chemie bezeichnet man ein Teilgebiet der angewandten Chemie. Sie befasst sich mit der Bestimmung der Art (qualitative Analyse) und der Menge (quantitative Analyse) eines Stoffes oder Stoffgemisches. Im Allgemeinen werden dazu Analyseverfahren angewendet, die Probenahme, Probenvorbereitung, Stofftrennung, Bestimmung und Dokumentation beinhalten.
Analyse	Systematische Untersuchung, bei dem die chemische Verbindung, bzw. Probe, in seine Bestandteile zerlegt wird.
Analysenmethode	Vollständige Beschreibung der Anwendung einer chemischen Reaktion oder eines physikalischen Prinzips zur Ermittlung und/oder Bestimmung von Merkmalen eines Stoffes oder Gemisches
Analysenverfahren	Nach vorgegebenen Regeln exakt beschriebene Durchführung einer Analysenmethode, die ein geübter Anwender ausführen kann. Kennwerte die ein Analysenverfahren beschreiben sind: Selektivität / Spezifität, Linearität, Robustheit, Wiederfindung und Wiederholbarkeit = Voraussetzungen für eine Validierung.
Anionen	Elektrisch negativ geladene Atome oder Atomgruppen wie z. B. Cl^- , ClO_2^- , CrO_4^{2-} , CN^- , F^- , NO_3^- , NO_2^-
AOX/EOX	Summe der adsorbierbaren bzw. extrahierbaren organischen Halogenverbindungen, die unter Umwelt- und toxikologischen Aspekten besonders wichtig sind.
ATP	Abkürzung für Adenosintriphosphat. Enzyme, die die Synthese von Adenosindiphosphat und anorganischen Phosphat katalysieren. Bedeutsam als Überträger chemischer Energie im Stoffwechsel. ATP-Messungen sind mit dem MN-Luminometer durchführbar.
Aufschluss, chem.	Chemisches Verfahren zur Überführung von ungelösten oder komplex gebundenen Stoffen in eine der Analyse zugängliche ionogene Form
Aufstockung	Begriff aus dem Standardadditionsverfahren. Einer realen Probe wird ein- oder mehrmals eine bekannte Konzentration des gesuchten Stoffes zugesetzt. Durch die Wiederfindungsrate können systematische bzw. proportionale Fehler erkannt werden.
Ausschütteln / Extraktion	Methode zum Isolieren eines Stoffes aus einer Lösung. Dazu wird ein organisches Lösemittel verwendet, welches sich mit dem ursprünglichen Lösemittel nicht oder nur wenig mischt. Die Ausschüttelmethode findet Anwendung bei: <ul style="list-style-type: none"> · wasserunlöslichen Farbkomplexen · zur Erhöhung der Farbintensität des Farbkomplexes · zur Erhöhung der Selektivität des gesuchten Stoffes · zur Konzentrierung des Farbkomplexes

Ausfällen	Gelöste Stoffe werden durch Zusätze geeigneter Substanzen aus einer Lösung ausgeschieden, z. B. Calcium-Fällung in der Metallanalytik durch Natriumsulfat; Klärungsfällung nitrithaltiger Proben durch Carrez-Lösung.
B	
bar	Physikalische Druckeinheit (1 bar entspricht 10^5 Pa)
Belebungsverfahren	Biologische Abwasserreinigung, bei dem Abwasser mit Belebtschlamm durchmischt und belüftet wird. Der belebte Schlamm wird im Anschluss in der Nachklärung von dem gereinigten Abwasser getrennt und als Rücklaufschlamm dem Belebungsbecken zugeführt
Bestimmungsgrenze	Ist der minimale Gehalt eines Analyten, aus dessen Messwert mit hoher statistischer Wahrscheinlichkeit auf die Anwesenheit des Analyten geschlossen werden kann. Die Bestimmungsgrenze entspricht der unteren Messbereichsgrenze.
Betriebsmethode	Vereinfachte Analysenmethode, die mit analytisch-chemischen Grundkenntnissen angewandt werden kann, um künftig Messergebnisse zu erhalten, die den genormten Verfahren gleichgestellt werden können. Betriebsmethoden sind keine Näherungsverfahren!
Biologische Mineralisation	Abbau organischer Stoffe zu Wasser, Mineralstoffen und Kohlendioxid
Biologischer Rasen	Bewuchs oder Film von Mikroorganismen auf Oberflächen vom Trägermaterial
Blindwert	„Leerwert“ zur Nullstellung eines Photometers. Der Blindwert ist testabhängig, z. B. eine Probelösung ohne Reagenzien, Probelösung mit mehreren Reagenzien, destilliertes Wasser mit allen Reagenzien, eine dem Test beiliegende „synthetische“ Nulllösung. In den neuen <i>NANOCOLOR</i> [®] Photometern sind die meisten Nullwerte bereits hinterlegt.
BSB ₅ (BOD ₅)	Biochemischer oder biologischer Sauerstoffbedarf (Biochemical Oxygen Demand), Summenparameter (Wirkparameter). Menge an Sauerstoff in mg/L Wasser bei 20 °C, der von den Mikroorganismen in 5 Tagen verbraucht wird, um die enthaltenen organischen Inhaltsstoffe / Verschmutzungen oxidativ abzubauen. Der BSB ₅ -Wert erlaubt eine Aussage über die organische Belastung des Wassers oder das biochemisch nutzbare Abbauverhalten. Typisch für häusliche Abwässer sind etwa 300 mg/L O ₂ , reine Flusswässer besitzen etwa 1–3 mg/L O ₂ .
C	
Carbonathärte	Teil der Gesamthärte, der dem im Wasser enthaltenen Hydrogencarbonat und Carbonat äquivalent ist.
CE-Kennzeichnung	Ein EU-Zeichen als „Pass für Industrieprodukte“ bzw. Kennzeichnung von Industrieprodukten zum freien Warenverkehr im Europäischen Wirtschaftsraum (EWR). CE wurde u. a. abgeleitet aus dem französischen <i>Communaute Européenne</i> bzw. spanischen <i>Comunidad Europea</i> . Die Kennzeichnung ist kein Sicherheits- oder Qualitätsmerkmal im eigentlichen Sinne. Die Kennzeichnung richtet sich nicht an den Verbraucher, sondern mehr an Behörden, ist also ein Verwaltungszeichen.
Chemikalien-Verbotsverordnung (ChemVerbotsV)	Bundesgesetz, welches Verbote und Beschränkungen des Inverkehrbringens gefährlicher Stoffe, Zubereitungen und Erzeugnisse nach dem Chemikaliengesetz festlegt. Das Gesetz trifft Festlegungen zum Sachkundenachweis.
CKW	Abkürzung für chlorierte Kohlenwasserstoffe. Organische Verbindungen, bei denen eines oder mehrere Wasserstoff-Atome durch Chloratome ersetzt sind (z. B. in Lösemitteln, Pestiziden, Kunststoffen u. a.).
CSB (COD)	Chemischer Sauerstoffbedarf (Chemical Oxygen Demand), Summenparameter (Wirkparameter). Maßgebliche Kenngröße für die gesetzliche Abwasserabgabe. Der Chemische Sauerstoffbedarf ist ein Maß für die Verschmutzung und Oxidierbarkeit meist organischer Inhaltsstoffe / Verschmutzungen mit Hilfe von Kaliumdichromat / Schwefelsäure.
D	
Denitrifizierung	Stickstoffentfernung in Kläranlagen. Biologischer Abbau von Nitrat über Nitrit zum gasförmigen Stickstoff. Voraussetzung zur Denitrifizierung ist fehlender Sauerstoff und leicht abbaubare organische Verbindungen. Eine Denitrifizierung findet auch im Boden statt.
Detergentien, Tenside	Sie bestehen aus einem hydrophilen und einem hydrophoben Teil und sind somit grenzflächenaktive Stoffe, die allein oder in Mischung mit anderen Verbindungen den Reinigungsprozess erheblich beschleunigen. Sie müssen heute in Kläranlagen abbaubar sein. Man unterscheidet 3 Typen: anionische, kationische, nicht ionische Tenside.
DEV	Abkürzung für „Deutsches Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Klärschlammuntersuchung“. Herausgeber ist die Fachgruppe Wasserchemie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker und der Normungsausschuss Wasserwesen.
DIN	Deutsches Institut für Normung
Dioxine	Dioxin ist ein oft verwendeter, wenn auch ungenauer Sammelbegriff für 75 verwandte Substanzen. Exakt heißen sie Dibenzoparadioxine. Gemeinsam ist ihnen eine Grundstruktur aus Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Sauerstoffatomen. Die chlorierten Dibenzodioxine finden Verwendung in Kunststoffen, Reinigungsmitteln, Desinfektionsmitteln, Pflanzenschutzpräparaten, Lacken und Farben. Dioxine sind giftig.
Direkteinleiter	In der Regel sind das größere Industriebetriebe, die über eigene Abwasserreinigungsanlagen verfügen und Abwässer mit Genehmigung der Wasserbehörde direkt in einen Vorfluter einleiten dürfen. Auch Kläranlagen leiten direkt ein.
DOC-Wert	DOC, <u>D</u> issolved <u>O</u> rganic <u>C</u> arbon = gelöster organischer Kohlenstoff im Filtrat (Membranfilter mit Porengröße 0,45 µm) einer Probe. Siehe auch TOC. Der gelöste Anteil des TOC entspricht dem DOC.
E	
EBC	<u>E</u> uropean <u>B</u> rewery <u>C</u> onvention, europäische Brauereikonvention

EDTA	Abkürzung für Ethylendiamintetraessigsäure, ein häufig verwendeter Komplexbildner.
Einstufungsgrenze	Grenzkonzentration, oberhalb der ein Stoff oder eine Zubereitung als gefährlich einzustufen ist.
Emissionsprinzip	Mit der 4. Novelle zum Wasserhaushaltsgesetz 1976 eingeführt. Es geht davon aus, dass aus vergleichbaren Abwassereinleitungen in ein Gewässer auch vergleichbare Einleitungsanforderungen abgeleitet werden können.
Emulsion	Disperses (feinst verteiltes) Gebilde aus mindestens zwei nicht oder nur teilweise mischbaren Flüssigkeiten. Verteilung in Form kleinster Tropfen.
Enzyme	Fermente, Eiweißstoffe, die im Organismus als Katalysatoren an fast allen chemischen Umsetzungen beteiligt sind.
EPA	Environmental Protection Agency, US-amerikanische Umweltbehörde
Erstbehandlung	Physikalische und/oder chemische Behandlung des kommunalen Abwassers mit Hilfe eines Verfahrens, bei dem sich die suspendierten Stoffe absetzen, oder anderer Verfahren, bei denen – bezogen auf die Werte im Zulauf – der BSB ₅ um mindestens 20 % und die suspendierten Stoffe um mindestens 50 % verringert werden. (Aus: Richtlinie des Rates über die Behandlung von kommunalem Abwasser)
Eutrophierung	Überdüngung, Nährstoffreichtum durch organische Stoffe. Sie kann zu einem sogenannten „Umkippen“ eines Gewässers führen. Die Folge ist eine Faulschlamm- und Faulgasbildung, markant riechende Abbauprodukte wie z. B. Schwefelwasserstoff, Ammoniak, Methan. Anreicherung des Wassers mit Nährstoffen, insbesondere mit Stickstoff- und / oder Phosphorverbindungen, die zu einem vermehrten Wachstum von Algen und höheren Formen pflanzlichen Lebens führt. (Aus: Richtlinie des Rates über die Behandlung von kommunalem Abwasser)
Extinktion	Ein dimensionsloses Maß für die Auslöschung bzw. Abschwächung des Lichtes in der Kolorimetrie und Photometrie.
F	
Fällung	Abscheidung gelöster Stoffe aus Flüssigkeiten durch Zugabe geeigneter Substanzen aber auch durch Hitze und Kälte. Die gelösten Stoffe werden dabei ganz oder teilweise in einen unlöslichen Niederschlag überführt, der sich anschließend durch Filtrieren oder Zentrifugieren abtrennen lässt.
FCKW	Fluor-Chlor-Kohlenwasserstoffe sind chemisch sehr stabil und nicht brennbar. Sie zerstören die Ozonschicht in der Stratosphäre, wo sie sich aufgrund ihrer Langlebigkeit anreichern.
Flockung	Vereinigung feinstkörniger bis kolloidaler, suspendierter Partikel in wässrigen Systemen zu größeren Flocken. Die Flockung wird durch Flockungsmittel erreicht. Ziel der Flockung ist die leichtere Abtrennung der Feststoffe.
FNU	FNU, Formazine Nephelometric Unit = Trübungseinheit, ermittelt durch die Messung der Intensität der gestreuten Strahlung im 90°-Winkel vom einfallenden Lichtweg bei Verwendung einer wässrigen Formazinlösung zur Eichung. Nach DIN EN 27027 (03/94) als Formazin-Nephelometrie-Einheit bezeichnet. Die Trübung einer festgelegten Stammlösung beträgt 400 FNU.
Fracht	Absolute Menge eines Schadstoffes in einer festgelegten Zeiteinheit.
FAU	FAU, Formazine Attenuation Unit = Formazin-Schwächungseinheit
G	
Genauigkeit	Summe aus Richtigkeit und Präzision. Maß für die Annäherung des Messwertes an den „wahren“ Wert. Grundsätzlich gilt, dass die Genauigkeit von Messergebnissen von der Präzision der Messmethode abhängt. Die Anzahl der Nachkommastellen einer digitalen Anzeige ist kein Maß für die Genauigkeit, sie sollte auf ein begründbares Minimum begrenzt werden.
Gesamtmetall	Summe aller chemischen Verbindungen eines Metalls einschließlich ionogener, komplexer, kolloidaler oder ungelöster Anteile
Gesamtstickstoff	Wird unterschiedlich definiert. Allgemein die Summe von organischem Stickstoff, Ammonium, Nitrat, Nitrit. In der Abwassergesetzgebung ist der organische Stickstoff erst teilweise aufgenommen worden.
Gewässergüte	Einteilung der Gewässer aus biologischer Sicht. Üblich sind gegenwärtig 4 Stufen: Gütestufe 1: nicht oder wenig verunreinigt Gütestufe 2: mäßig verunreinigt Gütestufe 3: stark verunreinigt Gütestufe 4: sehr stark verunreinigt
GHS	Global harmonisiertes System zur Einstufung und Kennzeichnung von Chemikalien (GHS, Globally Harmonized System of Classification, Labeling and Packaging)
Grad deutscher Härte	1 °d = 17,8 mg/L CaCO ₃ = 10 mg/L CaO = 7,15 mg/L Ca = 0,18 mmol/L CaCO ₃
H	
H-Satz	H-Sätze kennzeichnen Gefährdungen (engl. Hazard).
Höchstwert	Nach dem § 4 des Abwasserabgabengesetzes AbwAG der Wert, der in keinem Falle überschritten werden darf. Siehe auch Regelwert, Bezugswert.
Homogenisierung	Herstellung einer einheitlichen (homogenen) Mischung. Voraussetzung für die Ermittlung realer und vergleichbarer Ergebnisse. Die DIN 38402 legt z. B. die Homogenisierung heterogener Wasser fest.
Huminstoffe (HS)	Vielstoffgemische, bei denen weder die Zahl der Gemischpartner noch die genaue Struktur bekannt ist. Für die Erfassung müssen Summenparameter wie DOC oder UV-Extinktionen herangezogen werden. Huminstoffe haben polare Eigenschaften und einen makromolekularen Aufbau. Sie sind mitunter für die Gelb-Braun-Färbung des Wassers verantwortlich. Der größte Teil der organischen Substanzen, die in Böden, Sedimenten, Gewässern und Meeren auftreten, wird Huminstoffen zugeordnet. Huminstoffe stehen in Wechselwirkung mit fast allen organischen und anorganischen Stoffen.

Lexikon Wasseranalytik

Hydrophil	Wasseranziehend (griechisch hydro = Wasser, philos = liebend)
Hydrophob	Wasserabstoßend (griechisch hydro = Wasser, phobos = Furcht)
Hydroxide	Hydroxide bestehen alle aus dem Hydroxid-Ion (OH ⁻) als negativem Baustein und einem positiven Gegenpart (z. B. Na ⁺). In Wasser reagieren lösliche Hydroxide stark basisch.
I	
Indirekteinleiter	In der Regel kleinere Industrieunternehmen. Sie leiten ihre Abwässer zunächst in die Ortskanalisation und dann über eine Kläranlage in den Vorfluter. Indirekteinleiter unterliegen der Kanalnutzungsordnung der Gemeinde, welche wiederum Richt-, Grenz- oder Überwachungswerte zur Schadstoffbegrenzung festlegen kann.
Interne Qualitätskontrolle (IQK)	Maßnahmen zur Qualitätssicherung, die der Anwender einer Betriebsmethode selbst durchführen kann bzw. muss.
IQK-Karte	Dokumentation aller Maßnahmen der Qualitätssicherung
ISO	Internationale Organisation für Normung
K	
Kalibrieren	Ermittlung der Analysenfunktion unter Einbeziehung des benutzten Instrumentes und der Probenmatrix für das festgelegte Verfahren. Die Kalibration gilt immer nur für den Anwendungsbereich des beschriebenen Verfahrens. Die Überprüfung von Messgeräten, für die es keine gesetzlichen Vorgaben gibt, z. B. für die Qualitätssicherung im Rahmen der DIN EN ISO 9001. Voraussetzung für eine Kalibrierung ist der Besitz eines Normals höherer Ordnung. Feststellen einer Abweichung zu einem bekannt richtigen Standard mit Protokollierung.
Kanzerogene Stoffe	Krebserregende Stoffe
Kationen	Elektrisch positiv geladene Atome oder Atomgruppen wie z. B. K ⁺ , Cu ²⁺ , Ni ²⁺ , Mn ²⁺ , Zn ²⁺
Kjeldahl-Stickstoff	Summe von organischem Stickstoff und Ammoniumstickstoff
Klärschlamm	Anfallender Schlamm bei der Behandlung von Abwasser. Er kann entwässert und getrocknet werden. Für das Aufbringen auf land- und forstwirtschaftliche Böden gilt die Klärschlammverordnung. Behandelte oder unbehandelte Schlamm aus kommunalen Abwasserbehandlungsanlagen. (Aus: Richtlinie des Rates über die Behandlung von kommunalem Abwasser)
Klärschlammverordnung	Gesetzliche Grundlage vom 15.04.1992, welche die Verwendung von Klärschlamm auf landwirtschaftlichen, forstwirtschaftlichen oder gärtnerischen Böden festschreibt.
Kolloide	Feinst verteilte Partikel (Teilchen oder Tröpfchen) im Dispersionsmedium (Feststoff, Gas oder Flüssigkeit). Die einzelnen Teilchen haben eine Größe im Nano- bis Mikrometer Bereich.
Kolorimetrie	Analysenverfahren, welches durch einen visuellen Farbvergleich unter natürlichen Lichtverhältnissen eine Messwertermittlung gestattet. Allgemein: Bestimmung der Konzentration farbiger Stoffe in Lösungen durch vergleichende Lichtabsorptionsmessung
Komparator	Prüfgefäß zur visuellen Beurteilung einer Farbentwicklung. Durch Vergleich mit einer Standardfarbskala kann ein Messwert zugeordnet werden.
Kommunales Abwasser	Häusliches Abwasser oder Gemisch aus häuslichem und industriellem Abwasser. (Aus: Richtlinie des Rates über die Behandlung von kommunalem Abwasser)
Komplexbildner	Reagenzien, die mit den meisten Schwermetallen stabile Verbindungen eingehen, z. B. EDTA, NTA u. a.
Königswasser	Königswasser besteht aus 1 Teil konzentrierter Salpetersäure und 3 Teilen konzentrierter Salzsäure. Königswasser löst sogar Gold, den „König“ der Metalle sowie Platin. Der Königswasseraufschluss wird u. a. zur Schwermetall- und Klärschlammanalytik verwendet.
Kontamination	Verschmutzung mit radioaktiven, chemischen oder mikrobiell wirksamen Stoffen
Konzentration	Die Massenkonzentration (Masse bezogen auf ein Volumen) z. B. mg/L oder g/L wird mit „β“ angegeben. Die Stoffmengenkonzentration (Molalität) z. B. mol/L oder mmol/L wird dagegen mit „c“ angegeben. Obwohl „β“ die korrekte Bezeichnung für die Massenkonzentration ist, wird oftmals vereinfacht c als Formelzeichen verwendet.
Korrekturwert	In der Photometrie wird durch Eigenfarbe und Trübung eine höhere Extinktion und damit Verfälschung des Messwertes verursacht. Durch den Korrekturwert wird diese Abweichung kompensiert. Die Korrekturwerte sind parameterabhängig. Nähere Hinweise finden Sie in den Photometer-Handbüchern.
Küvette	Prüfgefäß in der Wasseranalytik, z. B. in der Photometrie. Es gibt Rund- und Rechteckküvetten aus unterschiedlichen Werkstoffen und in unterschiedlichen Größen.
Küvettengröße	Bezeichnung für den Innendurchmesser der verwendeten Küvette, in der Regel 14 mm Innendurchmesser bei Rundküvetten und 5, 10, 20 und 50 mm bei Rechteckküvetten.
Küvettenteste	Küvetten, in denen meist die benötigten Reagenzien bereits vordosiert sind und so eine sehr schnelle Auswertung ermöglichen. Besonders anwenderfreundlich
L	
Langzeitstabilität	Technische Angabe bei Photometern. Sie beinhaltet eine mögliche gerätetechnische und systembedingte Abweichung in der Anzeigenauigkeit während des Dauerbetriebes. Die Angabe erfolgt meistens in E/h (Extinktionen pro Stunde). Typisch sind heute Werte um < 0,003 E/h.
LC (LC ₅₀)	Letale (tödliche) Konzentration, bei der 50 % der Versuchstiere gestorben sind. Schreibweise akuter Toxizitätsbestimmungen (z. B. LC ₅₀ inhal.)

LD (LD ₅₀)	Letale (tödliche) Dosis, bei der bei einmaliger Aufnahme durch den Mund (Schlund) z. B. 50 % der Versuchstiere gestorben sind. Schreibweise für Ergebnisse akuter Toxizitätsbestimmungen (z. B. LD ₅₀ oral)
Leitfähigkeit, elektrische	Eigenschaft eines Stoffes, Strömungen von elektrischen Ladungsträgern (freie oder gebundene Elektronen, positive oder negative Ionen) zuzulassen. Sie ist ein Maß für die Menge der im Wasser enthaltenen Ionen. Je größer die Anzahl der Ionen, umso größer ist auch die Leitfähigkeit. Die Leitfähigkeitsmessung ermöglicht Aussagen über die Salzbelastung eines Wassers. Die Maßeinheit ist Siemens/Meter [S/m].
Lösung	Homogenes (gleichartiges) Gemisch verschiedener Stoffe, bei der eine gegenseitige Durchdringung und Zerteilung im Allgemeinen bis zu Molekülen, Atomen oder Ionen geht (echte Lösung).
Lyophilisation	Gefriertrocknung von Reagenzien. Lyophilisate besitzen ausgezeichnete Lösungseigenschaften.
M	
MAK	Maximale Arbeitsplatzkonzentration eines Stoffes in der Luft am Arbeitsplatz, bei der im Allgemeinen die Gesundheit der Arbeitnehmer nicht beeinträchtigt wird.
Maskierungsmittel	Reagenzien, die testspezifisch zur Bindung (Maskierung) störender Begleitstoffe eingesetzt werden können. Eine maskierte Substanz kann auch wieder demaskiert werden. Beispiel: Maskierung von Zn ²⁺ durch CN ⁻ als Zn(CN) ₄ ²⁻ ; Freisetzung durch Chloralhydrat
Masse	Physikalische Grundgröße welche in der Einheit Kilogramm angegeben ist.
Matrixstörungen	Summe aller Inhaltsstoffe, die die chemische Reaktion und damit das Messergebnis positiv oder negativ beeinflussen.
MBAS	Methylenblauaktive Substanzen. Die DIN 38409 schreibt für anionische Tenside diese Bestimmung vor.
Messbereich	Angegebener Messbereich eines Analyseverfahrens, in denen eine festgelegte Abweichung in der Konzentrationsangabe nicht überschritten wird. Wird der Messbereich verlassen, kann durch die Wahl einer anderen Küvette, Auswahl eines Verdünnungsverhältnisses, Anreicherung der gesuchten Inhaltsstoffe oder Wahl eines anderen Testes reagiert werden.
Mineralisierung	Abbau organischer Stoffe vorwiegend durch Mikroorganismen zu anorganischen Stoffen. In der Chemie wird der Begriff auch zur Überführung organischer in anorganische Verbindungen benutzt.
mol	Einheit der Stoffmenge n
Molare Masse	Quotient aus der Masse m und der Stoffmenge n eines Stoffes: Die SI-Einheit ist kg/mol; in der Chemie ist g/mol üblich. Die molare Masse einer Verbindung kann berechnet werden, wenn man ihre Summenformel kennt.
N	
Nachweisgrenze	Kleinsten Gehalt eines Analyten, aus dessen Messwert mit ausreichender statistischer Wahrscheinlichkeit auf die Anwesenheit des Analyten geschlossen werden kann.
Nährstoffbelastungsstufe (NBS)	Der durch Nährstoffe (hauptsächlich Phosphate und Nitrate) verursachte Sauerstoffverbrauch in Gewässern. Nährstoffe fördern die Eutrophierung. Phosphate belasten naturwissenschaftlich betrachtet die Gewässer 7-fach höher, als die Nitrate. Ergänzt das Bewertungssystem der Sauerstoffbedarfsstufen, es wurden gegenwärtig 5 Stufen festgelegt.
NANOCOLOR®	Bezeichnung des photometrischen Analysesystems von MACHEREY-NAGEL
NANOCONTROL	Produkt zur Qualitätssicherung bei MACHEREY-NAGEL, z. B. Standardlösungen
NANOFIX	Gefriergetrocknetes Reagenz in Kunststoffkapseln. NANOFIX besitzt ausgezeichnete Lösungseigenschaften und kann genauestens dosiert werden.
NANOCOLOR® NanOx	Feststoffreagenz zur Durchführung von Aufschlüssen im Thermoblock oder in der Mikrowelle
Nephelometrie	Optische Messung durch Schwebstoffe verursachter Trübungen in Flüssigkeiten und Gasen, auch als Turbidimetrie bezeichnet.
Nicht blutend	Bezeichnung einer Eigenschaft bei Indikatorstäbchen. Bei pH-Fix Indikatorstäbchen sind dabei die Indikatorfarbstoffe an die Cellulosefaser festgebunden, so dass Farbstoffe auch in stark alkalischen Lösungen nicht „ausbluten“.
Nitrifikation	Stickstoffoxidation. Biologischer Abbau von Ammonium über Nitrit in Nitrat unter reichlicher Zufuhr von Sauerstoff in Kläranlagen. Es erfolgt die Umsetzung von NH ₄ ⁺ zu NO ₂ ⁻ (Niritation) und von NO ₂ ⁻ zu NO ₃ ⁻ (Nitratation) unter Einfluss der Bakteriengattungen (Nitrifikanten) <i>Nitrosomonas</i> und <i>Nitrobacter</i> .
NTU	NTU, nephelometric turbidity unit = nephelometrische Trübungseinheit. Bei Messungen mit Einheiten von größer als 1000 FNU ist die Einbeziehung weiterer Streulichtdetektoren (Messwinkel größer und kleiner 90°) notwendig, um ein genaues Messergebnis zu erhalten. Bedingt durch diesen geänderten Messmodus wird die Maßeinheit Formazin als Standardlösung als NTU bezeichnet.
O	
Online-Verfahren	Kontinuierlich messende und registrierende Systeme. Sie sind heute automatisiert und werden vorzugsweise in großtechnischen Anlagen eingesetzt.
P	
P-Satz	P-Sätze (Precautionary Statements) geben Sicherheitshinweise
PAK	Abkürzung für „Polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe“. Bezugssubstanz ist Benz(a)pyren, eine krebserregende Verbindung. Die Bestimmung erfolgt chromatographisch.
Pascal	Physikalische Druckeinheit. Ein Pascal ist der Druck, den eine Kraft von einem Newton auf eine Fläche von einem Quadratmeter ausübt.

Paralleluntersuchung	Parallele Untersuchung aus einer geteilten Probe mit Betriebs- und Referenzmethoden
PBT	Abkürzung für Persistent, Bioakkumulierend, Toxisch. Es werden damit besonders gefährliche Chemikalien bezeichnet.
PCB	Abkürzung für „Polychlorierte Biphenyle“, denen eine krebserregende Wirkung nachgewiesen wurde. PCB sind u. a. in Kühlmitteln, Hydraulikflüssigkeiten und Ölen enthalten. PCB sind chemisch und thermisch recht stabil.
PCP	Pentachlorphenol, wirksames Mittel zum Schutz von Materialien (besonders Holz) vor Schimmel und Fäulnis. Als Holzschutzmittel mittlerweile verboten.
Pestizide	Bezeichnung für chemische Pflanzenschutz- und Schädlingsbekämpfungsmittel.
pH-Wert	Negativer dekadischer Logarithmus der Wasserstoff-Ionenkonzentration (besser Wasserstoff-Ionenaktivität). Aus dem pH-Wert kann die Wasserstoff- und Hydroxid-Ionenkonzentration berechnet werden. Zahlreiche photometrische Tests sind stark pH-abhängig. Zwischen jedem ganzzahligen pH-Wert liegt eine Zehnerpotenz an Wasserstoff-Ionenkonzentration.
Phenolindex, gesamt	Summenparameter. Phenole werden unter geeigneten Reaktionsbedingungen zu Azofarbstoffen gekuppelt, die photometrisch ausgewertet werden.
Photometrie	Analytisches Verfahren zur Bestimmung der Konzentration farbiger Lösungen mit Hilfe von Licht. Messung der Absorption monochromatischer Strahlung durch eine farbige Lösung.
Photometrische Richtigkeit und Reproduzierbarkeit	Technische Angaben zu Photometern. Es werden damit mögliche Abweichungen des Photometers bei wiederholten Messungen (unter Verwendung eines Standards und eines festgelegten Wellenlängenbereiches) erfasst. Die Angabe erfolgt in Prozent (%). Typisch sind heute < 1 %.
POC	Abkürzung für Polyoxycarbonsäure. Polyoxycarbonsäuren werden als Inhibitoren in der Wasserbehandlung verwendet.
ppm	Abkürzung für „parts per million“, entspricht bei Lösungen der Maßeinheit mg/L oder g/m ³ . 1 ppm heißt ein Teilchen auf 1 Million anderer Teilchen.
Präzision	Maß der Übereinstimmung zwischen den Ergebnissen, wie sie bei wiederholter Anwendung (Wiederholungsmessung) gewonnen wird (Streuung). Sie gibt an, wie reproduzierbar ein Analyseergebnis ist, stellt aber keine Messgröße dar. Präzision wird mit Hilfe statistischer Kennzahlen ausgedrückt. Der Verfahrensvariationskoeffizient ist eine solche Präzisionsangabe.
Prioritäre Stoffe	Prioritäre Stoffe sind Stoffe, die ein erhebliches Risiko für die aquatische Umwelt darstellen. Die Gefahr dieser Stoffe besteht zum einen in ihrer ökotoxikologischen und humantoxikologischen Wirkung und zum anderen in einer weiten Verbreitung und Verschmutzung der Gewässer. In der Europäischen Wasserrahmenrichtlinie wird dazu eine „Liste prioritärer Stoffe“ vorgeschlagen.
Prioritär gefährliche Stoffe	Untergruppe der Liste prioritärer Stoffe mit erhöhtem Gefährdungspotential
Probenahme	Erster und wesentlichster Schritt zur Ermittlung eines Inhaltsstoffes. Das richtige Analyseergebnis wird davon maßgeblich beeinflusst, da hier gemachte Fehler „in Größenordnungen“ über denen der nachfolgenden Schritte liegen. Zunehmend wird heute eine parameterspezifische Probenahme vorgeschrieben.
Probenkonservierung	Maßnahme, die eine weitere Veränderung von Kenngrößen durch chemische und bakteriologische Vorgänge weitgehend verhindern soll. Sie erfolgt parameterspezifisch und ist umso bedeutsamer, je mehr in die Spurenbereiche der Analytik vorgedrungen wird. Nicht alle Parameter lassen sich geeignet konservieren, die Analyse sollte daher so schnell wie möglich erfolgen.
Prozent (%) als Konzentrationsangabe	Gibt das Gewichtsverhältnis von zwei oder mehreren Stoffen zueinander an. 100 % entsprechen 1.000.000 ppm, 1 % entspricht demnach 10.000 ppm, 0,01 % = 100 ppm
PNOC	Particulates not otherwise classified = nicht näher klassifizierte Partikel
Pufferkapazität	Pufferkapazität bezeichnet die Stabilität des pH-Werts einer Lösung bei Zugabe von starken Basen oder starken Säuren.
Pufferung	Chemische Mittel, die eine gewisse pH-Stabilität bewirken. Typische Puffermittel sind Acetate, Phosphate, Citrate.
Q	
Qualitätssicherung	System zur Überprüfung der individuellen Arbeitsweise in der Analysendurchführung, der Geräte und Reagenzien. Es können damit Fehler ermittelt bzw. eingegrenzt werden. Siehe <i>NANOCONTROL</i>
R	
REACH	REACH = Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals Deutsch: Registrierung, Bewertung, Zulassung und Beschränkung von Chemikalien. Vereinfacht das Chemikalienrecht und ist in allen EU-Staaten gültig
Regelwert	Entsprechend dem § 4 des Abwasserabgabengesetzes AbwAG ist der Regelwert der Wert, der im Mittel eingehalten werden muss. Ist der Regelwert größer oder gleich dem halben Höchstwert, dann wird er als Bezugswert verwendet.
Rekalibrieren	Ermittlung der Auswertefunktion des Analyseverfahrens zum gegenwärtigen Zeitpunkt des Messens. Kontrolle der Kalibration unter Berücksichtigung der eingesetzten Chemikalien (Blindwert) und einer synthetischen Matrix (Leerwert) sowie des Gerätezustandes
Richtigkeit	Abweichung zwischen dem Analysenwert und „wahren“ Wert. Die Abweichung mit dem „wahren“ Wert einer Analyse sollte möglichst gering sein.
Rohschlamm	Rohschlamm ist ein Klärschlamm, der Abwasserbehandlungsanlagen ohne vorherige Behandlung entnommen wird – Klärschlammverordnung.
S	
Sauerstoffbedarfsstufe (SBS)	Die Sauerstoffbedarfsstufe bewertet die organische Restverschmutzung im geklärten Abwasser. Wichtige Messgrößen sind der biochemische Sauerstoffbedarf BSB ₅ , der chemische Sauerstoffbedarf CSB und der Ammonium-Stickstoff NH ₄ -N.

Säurekapazität	Die Säurekapazität wird definiert als diejenige Menge an Salzsäure, die einer Probe zugeführt werden kann, bis ein pH-Wert von 4,3 erreicht ist (oft als $K_{s4,3}$ abgekürzt). Der Begriff wird hauptsächlich für Wässer angewendet, die wenig puffernde Substanzen wie z. B. Phosphat-, Ammonium- und Sulfid-Ionen oder kalkhaltige Partikel enthalten. Veraltet wird auch der Begriff „Säurekapazität“ oder „Säurebindungsvermögen“ verwendet, neuer Begriff: Alkalinität
Screening-Test	Vortest (Auswahltest) zur groben Klassifizierung
Sedimentation	Absetzen von festen Teilchen aus einer Suspension, verursacht durch die größere Dichte und Schwerkraft des Feststoffes. Es stellt sich ein Sedimentationsgleichgewicht und eine spezifische Höhenverteilung der Teilchen ein.
Selektivität	In analytischen Reaktionen: Bezeichnung für die begrenzte Anzahl von reaktionsfähigen Stoffen. Von einer spezifischen Reaktion spricht man, wenn nur eine Verbindung reagiert. Durch Zugabe von Maskierungsmitteln kann die Selektivität erhöht werden.
SI-Einheit	Internationale Einheitensystem oder SI (frz. Systèmes international d'unités) Einheitensystem für physikalische Größen
Sickerwasser	Allgemein Niederschlagswasser, welches durch die durchlässigen Bodenschichten sickert. In Deponien wird das sich auf der Basisabdichtung ansammelnde Wasser als Sickerwasser bezeichnet. Es entsteht durch Niederschläge und Restentwässerung der abgelagerten Abfälle.
Sinkstoffe	Feststoffe im Wasser, die nach einer gewissen Schwebephase auf den Boden absinken.
Spurenanalytik	In der Photometrie gegenwärtig etwa der Bereich $\geq 0,001$ mg/L, durch Verwendung von Rechteckküvetten bestimmbar
Standard	Probelösung mit genau bekanntem Gehalt eines Inhaltsstoffes. Die Konzentration liegt üblicherweise etwa in der Mitte des Amtsbereiches eines Testes.
Standardaddition	Verfahren zur Feststellung von proportionalen Störungen in einer ausgewählten Analyse. Prinzip: Aufstockung und Ermittlung der Wiederfindungsrate
Stand der Technik	Darunter verstehen Bund und Länder den Entwicklungsstand fortschrittlicher Verfahren, Einrichtungen, Betriebsweisen, der die bestmögliche Begrenzung von Emissionen zum Schutze der Gewässer gesichert erscheinen lässt, ohne dass die Umwelt in einer Weise schädlich beeinträchtigt wird.
Stickstoffparameter	Bedeutame Verbindungen im Trinkwasser und Abwasser die Stickstoff enthalten; z. B. Nitrat, Nitrit, Ammonium, organische Stickstoffverbindungen
Stoffmenge	SI-Basisgröße gibt die Teilchenzahl eines Stoffes an.
Summenparameter	Summarische Wirkungs- und Stoffkenngröße, z. B. CSB als Summe aller oxidierbaren (sauerstoffzehrenden) Inhaltsstoffe im Wasser, BSB ₅ , TOC, AOX u. a.
Suspension	Von suspendere (lat = aufhängen, schwebend). Disperses (feinst verteiltes) System ungelöster (fester) Stoffe in Flüssigkeiten: Unterteilung in feine (< 100 µm) und grobe (> 100 µm) Suspensionen
T	
TE/F	Trübungseinheit Formazin (siehe FAU / FNU)
Tenside	Siehe Detergentien
Titration	Maßanalytische Methode zur Bestimmung eines bestimmten Stoffgehaltes in einer Lösung
Transparenz	Unter anderem ein Begriff in der Photometrie. Das Verhältnis der Lichtintensitäten von austretendem und einfallendem Strahl wird als Durchlässigkeit oder Transparenz T bezeichnet. Die Transparenz einer Lösung ergibt sich aus der Differenz von 100 % minus Absorption.
Trophie	Grad der Versorgung eines Ökosystems mit verfügbaren Nährstoffen. Oligotroph: geringe Nährstoffversorgung mesotroph: mittlere Nährstoffversorgung eutroph: gute Nährstoffversorgung
TC	TC, <u>T</u> otal <u>C</u> arbon = Gesamtkohlenstoff; die Summe des in einer Wasserprobe organisch und anorganisch gebundenen Kohlenstoffs in gelösten und ungelösten Verbindungen.
TIC	TIC, <u>T</u> otal <u>I</u> norganic <u>C</u> arbon = gesamter anorganisch gebundener Kohlenstoff bestehend aus gelöstem Kohlendioxid, Hydrogencarbonat und suspendiertem Carbonat.
TOC	TOC, <u>T</u> otal <u>O</u> rganic <u>C</u> arbon = gesamter organisch gebundener gelöster und ungelöster Kohlenstoff. Richtwert für den Gesamtgehalt an organischen Verbindungen, der gelöste Anteil entspricht dem DOC-Wert.
Toxizität	Als Toxizität bezeichnet man die Giftigkeit bestimmter Stoffe oder Strahlen für Mensch, Tier und Pflanze. Sie wird z. B. durch die Wirkkonzentration LD ₅₀ (letale Dosis), die letale Konzentration LC ₅₀ oder die effektive Konzentration EC ₅₀ angegeben. Es wird zwischen akuter Toxikologie (eine einmalige Aufnahme verursacht die Giftwirkung), subakuter Toxikologie (die Giftwirkung stellt sich erst bei wiederholter Aufnahme innerhalb bestimmter Zeiträume ein) und chronischer Toxikologie (Giftwirkung über längere Zeiträume) unterschieden.
TRK	Technische Richtkonzentration: Konzentration eines Stoffes in der Luft am Arbeitsplatz, die nach dem Stand der Technik erreicht werden kann.
TS	Abkürzung für Schlamm-Trockenrückstand in der Klärschlammanalytik. Die Angabe erfolgt in mg/kg TS.
TTC	2,3,5-Triphenyl-tetrazoliumchlorid. Grundlage des Testes NANOCOLOR® TTC
TTC-Verfahren	Bestimmung der Dehydrogenaseaktivität (DHA). Testverfahren zur Bestimmung der Schlammaktivität. Umsetzung von farblosen 2,3,5-Triphenyltetrazoliumchlorid zum tiefroten 1,3,5-Triphenylformazan. Mit dem Verfahren können z. B. Schlussfolgerungen auf mögliche Störungen der Biologie einer Kläranlage gemacht werden.

U	
Umweltanalytik	Gesamtheit aller analytischen Methoden zur objektiven Feststellung von Umweltbelastungen aller Art
UN-Nummer	Nummer der von einer Expertenkommission der United Nations erstellten Liste aller gefährlichen Güter, Stoffe und Stoffgruppen
UV/VIS	UV-VIS-Spektroskopie (Abk. ultraviolet and visible spectroscopy) im Wellenlängenbereich von etwa 1 nm bis 400 nm
V	
Validierung	Validieren leitet sich von validus (lat.) ab, validum facere bedeutet gültig machen. Die Begriffsnorm DIN EN ISO 8402:1995 (Abschnitt 2.18, S.14) sagt zur Validierung: „Bestätigen durch Untersuchung und Bereitstellung von Nachweisen, dass die besonderen Forderungen für einen speziellen, beabsichtigten Gebrauch erfüllt worden sind.“ Überprüfung und Dokumentation, dass Geräte und Systeme funktionieren. Dokumentierter Nachweis der Eignung zur Erfüllung bestimmter Aufgabenstellungen
Verfahrenskenndaten	Kenndaten, die eine Beurteilung von Präzision und Richtigkeit eines Verfahrens erlauben.
Verfahrensstandardabweichung	Absolutes Maß für die Präzision. Gütemaß für die Streuung einer Prüfmethode
Verfahrensvariationskoeffizient	Entsprechend der DIN 38402 (A 51 - Kalibrierung von Analyseverfahren) stellt der Verfahrensvariationskoeffizient V_{XO} eine relative Verfahrensstandardabweichung bezogen auf die Arbeitsmitte dar. Er kennzeichnet die erreichbare Genauigkeit eines analytischen Testes. Sehr gut funktionierende Teste besitzen einen Verfahrensvariationskoeffizienten um 1 %.
Vergleichsmessung	Vergleichende Untersuchung einer Probe durch andere Anwender oder anderer analytischer Methoden
Vertrauensbereich	Wird bei der Verwendung von Standardlösungen angegeben. Trotz unterschiedlicher Arbeitsweise, Temperatur, geringfügiger Abweichung in der Justierung von Laborgeräten und sonstigen Einflüssen muss die ermittelte Konzentration im Vertrauensbereich (tolerierbarer Messbereich) liegen.
Verursacherprinzip	Oft verwendeter Begriff in der Novellierung von Gesetzen. Es sagt im Wesentlichen aus, dass der zur Kasse gebeten werden soll, der die Umwelt mit Verunreinigungen belastet.
VISOCOLOR®	Kolorimetrisches und titrimetrisches Analysensystem bei MACHEREY-NAGEL, das teilweise auch photometrisch ausgewertet werden kann.
VIS	Visible spectroscopy = Spektroskopie im sichtbaren Wellenlängenbereich von etwa 350 – 700 nm.
W	
Wasserhärte	Gehalt an Calcium- und Magnesiumsalzen (Erdalkali-Ionen) im Wasser. Es kann nach Kalkhärte und Magnesiumhärte unterschieden werden. Calcium- und Magnesiumhärte = Gesamthärte Richtwerte: · 3 °d = weiches Wasser · 14 °d = mittelhartes Wasser · 21 °d = sehr hartes Wasser
Wasserhaushaltsgesetz (WHG)	Grundlegendes Gesetz des Bundes auf dem Gebiet Umweltrecht / Gewässerschutzrecht. Diesem Gesetz folgen Wassergesetze der einzelnen Länder, die wiederum für weitere Gesetze maßgebend sind.
WGK	Wassergefährdungsklassen, in Deutschland von 0 bis 3 eingeteilt: · WGK 3 = stark wassergefährdende Stoffe · WGK 2 = wassergefährdende Stoffe · WGK 1 = schwach wassergefährdende Stoffe · WGK 0 = nicht wassergefährdende Stoffe
Z	
Zubereitung	Das Chemikaliengesetz (zuletzt geändert Juni 2014) definiert Zubereitungen als „aus zwei oder mehreren Stoffen bestehende Gemenge, Gemische oder Lösungen“.
Zweitbehandlung	Abwasserbehandlung durch eine biologische Stufe mit einem Nachklärbecken oder ein anderes Verfahren, bei dem die Anforderungen eingehalten werden (Aus: Richtlinie des Rates über die Behandlung von kommunalem Abwasser)

7.3 Literaturverzeichnis

1. Kapitel

- *NANOCOLOR*[®] Spektralphotometer Bedienungsanleitung, Seite 31–32, Düren, Januar 2021.
- Grundlagen der Photometrie, Seminarvortrag, Düren 2025

2. Kapitel

- DIN 38402-11:2009–02: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Allgemeine Angaben (Gruppe A) - Teil 11: Probenahme von Abwasser (A 11).
- „Abwasserverordnung in der Fassung der Bekanntmachung vom 17. Juni 2004 (BGBl. I S. 1108, 2625), die zuletzt durch Artikel 1 der Verordnung vom 17. April 2024 (BGBl. I S. 1474) geändert worden ist“.
- Abwasserabgabengesetz in der Fassung der Bekanntmachung vom 18. Januar 2005 (BGBl. I S. 114), das zuletzt durch Artikel 2 der Verordnung vom 22. August 2018 (BGBl. I S. 1474) geändert worden ist“.
- DIN EN ISO 5667-3:2012, Wasserbeschaffenheit - Probenahme - Teil 3: Konservierung und Handhabung von Wasserproben.

3. Kapitel

- *NANOCOLOR*[®] *NanOx* N Beipackzettel, Düren, Juni 2020.
- *NANOCOLOR*[®] *NanOx* Metall Beipackzettel, Düren, März, 2024.

4. Kapitel

- Arnold F. Holleman, Egon Wiberg, Nils Wiberg: Lehrbuch der anorganischen Chemie. 101. Auflage. Walter de Gruyter, Berlin 1995.
- Abwasserverordnung, Anhang 40, Metallbearbeitung, Metallverarbeitung, BGBl. I, 2024, 1159–1162.
- Trinkwasserverordnung in der Fassung der Bekanntmachung vom 20.06.2023 (BGBl. I S. 2977), die durch Artikel 4 Absatz 22 des Gesetzes vom 20. Juni 2023 (BGBl. I S. 3154) geändert worden ist“.

5. Kapitel

- ISO/TS 13530:2009–03: Wasserbeschaffenheit - Richtlinie zur Qualitätssicherung für die chemische & physikalisch-chemische Wasseruntersuchung.
- DIN 1319-1:1995–01: Grundlagen der Meßtechnik - Teil 1: Grundbegriffe.
- DIN EN ISO 7027:2000–04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der Trübung (ISO 7027:1999); Deutsche Fassung EN ISO 7027:1999.
- Deutsche Vereinigung für Wasserwirtschaft, Abwasser und Abfall e. V., Arbeitsblatt DWA-A 704 Betriebsmethoden für die Abwasseranalytik, Hennef 2007.
- Dr. Klaus Pollmeier, Analytische Qualitätssicherung in der Betriebsanalytik, Labor Praxis, Würzburg, 2010.
- Dr. Dirk Reinhardt, Betriebsmethoden für die Abwasseranalytik - Plausibilitätsprüfungen, KA-Betriebsinfo (39) Nr. 3, 1649–1652, Hennef 2009.
- Dipl.-Ing. Chemie Barbara Cybulski, Betriebsmethoden für die Abwasseranalytik IQK-Karte 7 - Parallelmessungen zum Referenzverfahren, KA-Betriebs-Info (40) Nr. 2, 1730–1731, Hennef 2010.

6. Kapitel

- <http://www.bmub.bund.de/>
- <http://www.umweltbundesamt.de/themen/wasser>
- <http://www.umweltbundesamt.de/themen/wasser/wasserrecht>
- <http://www.vdg-online.de/>
- RICHTLINIE 2000/60/EG DES EUROPÄISCHEN PARLAMENTS UND DES RATES vom 23. Oktober 2000 zur Schaffung eines Ordnungsrahmens für Maßnahmen der Gemeinschaft im Bereich der Wasserpolitik, geändert durch Entscheidung Nr. 2455/2001/EG des Europäischen Parlaments und des Rates L 331 vom 20. November 2001.
- Richtlinie des Rates vom 21. Mai 1991 über die Behandlung von kommunalem Abwasser (91/271/EWG), geändert durch die Verordnung (EG) Nr. 1137/2008 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 22. Oktober 2008.

- RICHTLINIE 2010/75/EU DES EUROPÄISCHEN PARLAMENTS UND DES RATES vom 24. November 2010 über Industrieemissionen (integrierte Vermeidung und Verminderung der Umweltverschmutzung).
- RICHTLINIE 2008/56/EG DES EUROPÄISCHEN PARLAMENTS UND DES RATES vom 17. Juni 2008 zur Schaffung eines Ordnungsrahmens für Maßnahmen der Gemeinschaft im Bereich der Meeresumwelt (Meeresstrategie-Rahmenrichtlinie).
- „Abwasserverordnung in der Fassung der Bekanntmachung vom 17. Juni 2004 (BGBl. I S. 1108, 2625), die zuletzt durch Artikel 1 der Verordnung vom 2. September 2014 (BGBl. I S. 1474) geändert worden ist“.
- Abwasserabgabengesetz in der Fassung der Bekanntmachung vom 18. Januar 2005 (BGBl. I S. 114), das zuletzt durch Artikel 2 der Verordnung vom 2. September 2014 (BGBl. I S. 1474) geändert worden ist“.
- „VERORDNUNG (EG) Nr. 1272/2008 DES EUROPÄISCHEN PARLAMENTS UND DES RATES vom 16. Dezember 2008 über die Einstufung, Kennzeichnung und Verpackung von Stoffen und Gemischen, zur Änderung und Aufhebung der Richtlinien 67/548/EWG und 1999/45/EG und zur Änderung der Verordnung (EG) Nr. 1907/2006“, veröffentlicht im Amtsblatt der Europäischen Union am 31.12.2008 (ABl. L₃₅₃ vom 31.12.2008).
- Umweltbundesamt, Leitfaden zur Anwendung der CLP-Verordnung, 2013.
- Deutsche Gesetzliche Unfallversicherung e. V. (DGUV), GHS – Global Harmonisiertes System zur Einstufung und Kennzeichnung von Gefahrstoffen, BGI/GUV-I 8658 Dezember 2010.
- <http://www.umweltbundesamt.de/themen/chemikalien/einstufung-kennzeichnung-von-chemikalien/globally-harmonised-system-ghs>
- <http://ghs.portal.bgn.de/9870/28483>
- http://www.reach-info.de/ghs_verordnung.htm
- <http://www.dguv.de/de/Pr%C3%A4vention/Themen-A-Z/Gefahrstoffe/GHS/index.jsp>
- VERORDNUNG (EG) Nr. 1907/2006 DES EUROPÄISCHEN PARLAMENTS UND DES RATES vom 18. Dezember 2006 zur Registrierung, Bewertung, Zulassung und Beschränkung chemischer Stoffe (REACH), zur Schaffung einer Europäischen Chemikalienagentur, zur Änderung der Richtlinie 1999/45/EG und zur Aufhebung der Verordnung (EWG) Nr. 793/93 des Rates, der Verordnung (EG) Nr. 188/94 der Kommission, der Richtlinie 76/769/EWG des Rates sowie der Richtlinien 91/155/EWG, 93/67/EWG, 93/105/EG und 2000/21/EG der Kommission, (ABl. L 396 vom 30.12.2006, S. 1).
- <http://www.reach-info.de/einfuehrung.htm>
- [http://de.wikipedia.org/wiki/Verordnung_\(EG\)_Nr._1907/2006_\(REACH\)](http://de.wikipedia.org/wiki/Verordnung_(EG)_Nr._1907/2006_(REACH))
- <http://echa.europa.eu/de/regulations/reach>

7.4 Wichtige Information auf dem NANOCOLOR® Etikett

- ① Testnummer
- ② Testname und Parameter
- ③ Gefahrenpiktogramme
- ④ Enthaltene Chemikalien
- ⑤ Signalwort und H-Sätze
- ⑥ Anzahl der enthaltenen Tests
- ⑦ Haltbarkeitsdatum
- ⑧ Nicht direkter Sonneneinstrahlung aussetzen
- ⑨ Packung aufrecht lagern
- ⑩ Chargennummer
- ⑪ Lagertemperatur
- ⑫ Messbereich
- ⑬ REF = Artikelnummer

NANOCOLOR® Test 0-29

Gemäß · According to · Selon ISO 15705

CSB 1500
COD 1500
DCO 1500
DQO 1500

20 Tests ⑥

⑫ 100 – 1500 mg/L O₂

⑧ ⑨

⑩ LOT ⑪ EXP ⑦

⑬ REF 985029

15 °C – 25 °C

DANGER

Sicherheitsinformationen umseitig / Safety information listed overleaf / Informations de sécurité, voir au recto
Weitere Informationen siehe Sicherheitsdatenblatt. / For further information see safety data sheet. / Informations supplémentaires, voir fiche de données de sécurité.
www.mn-net.com Made in Germany

MACHEREY-NAGEL

MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG · Valenciennr Str. 11 · 52355 Düren · Germany
Tel.: +49 24 21 969-0 · info@mn-net.com

A022028 / HKS 61 / 10240 / 10.2022

③ ④ ⑤

④ UFI: XDTU-53K3-W20M-DWTS, MIX00412, CSB 1500 (R0): 20 x 2 mL Schwefelsäure / sulfuric acid / acide sulfurique 80–98 %, Quecksilber(II)-sulfat / mercury(II) sulfate / sulfate de mercure(II) 0,74–1,50 % und Kaliumdichromat / and potassium dichromate / et dichromate de potassium 0,38–1,26 %, CAS 7664-93-9, 7783-35-9, 7778-50-9

⑤ GEFAHR Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden. Kann allergische Hautreaktionen verursachen. Kann genetische Defekte verursachen. Kann Krebs erzeugen. Kann das Kind im Mutterleib schädigen. Kann vermutlich die Fruchtbarkeit beeinträchtigen. Schädlich für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.

Vor Gebrauch besondere Anweisungen einholen. Staub/Dampf nicht einatmen. Schutzhandschuhe/Augenschutz tragen. BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Wasser abwaschen [oder duschen]. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser ausspülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter ausspülen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM/Arzt anrufen. Unter Verschluss aufbewahren. **Nur für gewerbliche Anwender.**

DANGER Causes severe skin burns and eye damage. May cause an allergic skin reaction. May cause genetic defects. May cause cancer. May damage the unborn child. Suspected of damaging fertility. Harmful to aquatic life with long lasting effects.

Obtain special instructions before use. Do not breathe dust/vapours. Wear protective gloves/eye protection. IF ON SKIN (or hair): Take off immediately all contaminated clothing. Rinse skin with water [or shower]. IF IN EYES: Rinse cautiously with water for several minutes. Remove contact lenses, if present and easy to do. Continue rinsing. Immediately call a POISON CENTER/doctor. Store locked up. **Restricted to professional users.**

DANGER Provoque des brûlures de la peau et de graves lésions des yeux. Peut provoquer une allergie cutanée. Peut induire des anomalies génétiques. Peut provoquer le cancer. Peut nuire au fœtus. Susceptible de nuire à la fertilité. Nocif pour les organismes aquatiques, entraîne des effets néfastes à long terme.

Se procurer les instructions avant utilisation. Ne pas respirer les poussières/vapeurs. Porter des gants de protection/un équipement de protection des yeux. EN CAS DE CONTACT AVEC LA PEAU (ou les cheveux) : Enlever immédiatement tous les vêtements contaminés. Rincer la peau à l'eau/Se doucher. EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX : Rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées. Continuer à rincer. Appeler immédiatement un CENTRE ANTIPOISON/un médecin. Garder sous clef. **Réservé aux utilisateurs professionnels.**

REF 985029

LOT

MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG · Valenciennr Str. 11 · 52355 Düren · Germany · Tel.: +49 24 21 969-0 10.2022 EXP

7.5 Erläuterungen der verwendeten Icons

Icon	Erläuterung
	Hintergrundinformationen
	Wichtige Informationen
	Chemische Informationen
	Legende zum Graphen
	Begriffserklärungen Formeln oder Abbildungen
	Download möglich
	Verweis auf die Internetseite von MACHEREY-NAGEL

Image credits: S. 15 © Andy Dean, S. 16 © dedalo03, S. 18 © tarasov_vi, S. 23 und 30 © Vitalii Hulai, S. 34 © wajan, S. 69 © Eric Isselée, S. 90 © mariusz szczyciel, S. 104 © Swapan, S. 108 © nitimongkolchai, S. 139 © Bing_Somsak – fotolia.com

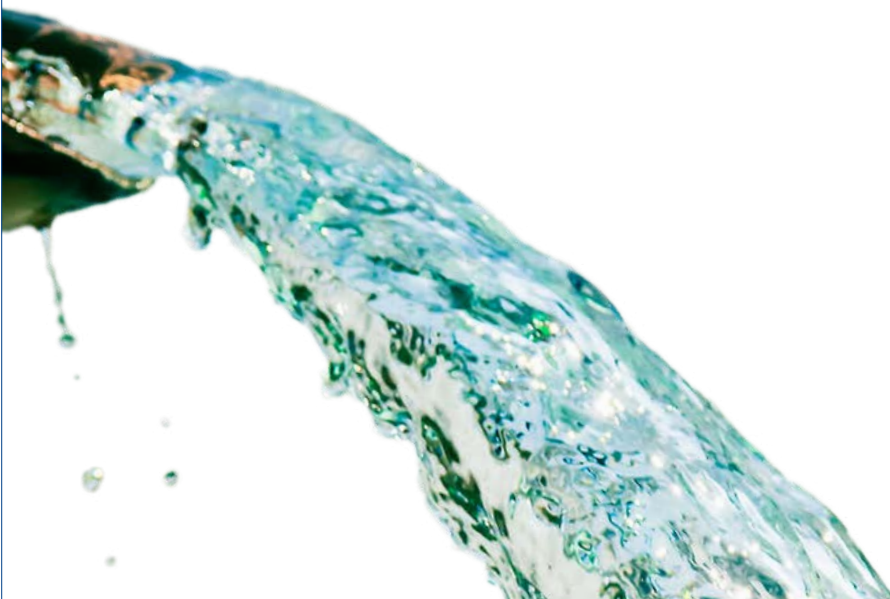
NANOCOLOR® CSB Teste

Sicher, sicherer, am sichersten



Bedenkenlose CSB-Analytik

- Kein Gefährdungspotential durch austretende Dämpfe
- Minimaler Gefahrstoffgehalt
- Hg-freie Varianten verfügbar
- 12 CSB-Messbereiche erhältlich



Überreicht durch

KATDE100163 Seminarbuch de03

www.mn-net.com

MACHEREY-NAGEL



Management System
EN ISO 13485:2016
ISO 9001:2015



www.tuv.com
ID 0000056401

MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG · Valencienner Str. 11 · 52355 Düren · Deutschland

DE +49 24 21 969-0 info@mn-net.com

CH +41 62 388 55 00 sales-ch@mn-net.com

FR +33 388 68 22 68 sales-fr@mn-net.com

US +1 888 321 62 24 sales-us@mn-net.com