

REF 918101

Test 1-10 12.23

NANOCOLOR® Blei

de

Ausschüttelmethode**Methode:**

Photometrische Bestimmung mittels Dithizon

Rechteckküvette:	50 mm	20 mm	10 mm
Messbereich (mg/L Pb ²⁺):	0,005 – 0,500	0,02 – 1,00	0,03 – 1,00
Messwellenlänge (HW = 5 – 12 nm):	520 nm		
Reaktionszeit:	0		
Reaktionstemperatur:	20 – 25 °C		

Inhalt Reagenziensatz:

Box A: 15 mL Blei R1
2 x 75 mL Blei R2
20 g Blei R4

Box B: 3 x 100 mL Blei R3
2 g Watte
2 Messlöffel 85 mm
10 g Blei R5

Zusätzlich ist als organische Phase Tetrachlorethylen p.a. oder Tetrachlorkohlenstoff p.a. erforderlich. Dieses kann bei Chemikalienhändlern erworben werden, jedoch nicht bei MACHEREY-NAGEL.

Gefahrenhinweise:

Informationen zu Gefahren finden Sie auf dem Außenetikett und im Sicherheitsdatenblatt. Das Sicherheitsdatenblatt können Sie unter www.mn-net.com/SDS herunterladen.

Störungen:

Es werden nur Pb²⁺-Ionen erfasst. Für die *gesamt*-Blei-Bestimmung muss ein Aufschluss mit dem Aufschluss-Set (REF 91808) vorgeschaltet werden.

Bleihaltige Probelösungen müssen auch bei Verdünnungen auf einen pH-Wert kleiner 3 gehalten werden, um das Blei nicht zu verlieren.

Bi, In und Ti stören. 0,4 mg/L Bi täuschen 0,2 mg/L Pb vor. Alle anderen Kationen stören erst in Bereichen von 10 – 100 mg/L. Phosphate wirken in großen Konzentrationen extraktionshemmend. Bei Anwesenheit von Sulfid muss die Probe aufgeschlossen werden.

Die Methode ist für die Analyse von Meerwasser nicht geeignet.

Ausführung (1. Ausschüttelung):

Benötigtes Zubehör: 2 x 2 Schütteltrichter 100 mL (REF 91664), Kolbenhubpipette mit Spitzen

Man gibt in je einen Schütteltrichter 100 mL:

Probe	Nullwert
50 mL Probelösung (der pH-Wert der Probe muss zwischen pH 1 und 3 liegen)	50 mL dest. Wasser
5 Tropfen R1, mischen (Blaufärbung tropfenweise mit verdünnter Salzsäure entfärben)	5 Tropfen R1, mischen
1 mL R2, mischen Die Lösung färbt sich blau, sonst mehr R2 zugeben.	1 mL R2, mischen Die Lösung färbt sich blau.
5 mL R3, mischen R4 messlöffelweise bis zur Entfärbung zugeben. Nach jeder Portion R4 gründlich mischen.	5 mL R3, mischen R4 messlöffelweise bis zur Entfärbung zugeben. Nach jeder Portion R4 gründlich mischen.
20 mL Tetrachlorethylen oder Tetrachlorkohlenstoff	20 mL Tetrachlorethylen oder Tetrachlorkohlenstoff
1 gestr. Messlöffel R5, 1 min schütteln Nach Phasentrennung untere Phase in den 2. Schütteltrichter ablaufen lassen, obere Phase zur Entgiftung sammeln.	1 gestr. Messlöffel R5, 1 min schütteln Nach Phasentrennung untere Phase in den 2. Schütteltrichter ablaufen lassen, obere Phase zur Entgiftung sammeln.

Ausführung (2. Ausschüttelung):

Man gibt in je einen Schütteltrichter 100 mL:

Probe	Nullwert
20 mL dest. Wasser untere Phase (organische Phase) aus dem 1. Schütteltrichter zugeben	20 mL dest. Wasser untere Phase (organische Phase) aus dem 1. Schütteltrichter zugeben
2 mL R2	2 mL R2
1 mL R3	1 mL R3
1 min schütteln, trennen lassen	1 min schütteln, trennen lassen

Nach der Phasentrennung jeweils die untere organische Phase durch den Trichter mit Watte in die Küvette filtrieren und messen. Obere Phase zur Entgiftung sammeln.

Messung:

Bei MACHEREY-NAGEL Photometern siehe Handbuch, Test 1-10.

Fremdphotometer:

Den Faktor für jeden Gerätetyp durch Messung von Standardlösungen überprüfen.

Analytische Qualitätssicherung:

NANOCONTROL Multistandard Metalle 2 (REF 925016)

Entgiftung:

Wässrige Phase mit Wasserstoffperoxid im Überschuss versetzen und reagieren lassen (pH ca. 9). Auf Cyanidfreiheit prüfen.

Entsorgung:

Informationen zur Entsorgung entnehmen Sie bitte dem Sicherheitsdatenblatt. Das Sicherheitsdatenblatt können Sie unter www.mn-net.com/SDS herunterladen.

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

Tel.: +49 24 21 969-0 · info@mn-net.com · www.mn-net.com

Schweiz: MACHEREY-NAGEL AG · Hirsackerstr. 7 · 4702 Engen · Schweiz

Tel.: 062 388 55 00 · sales-ch@mn-net.com

REF 918101

Test 1-10 12.23

NANOCOLOR® Lead

en

Extraction method

Method:

Photometric determination with dithizone

Cuvette rectangular:	50 mm	20 mm	10 mm
Range (mg/L Pb ²⁺):	0.005 – 0.500	0.02 – 1.00	0.03 – 1.00
Wavelength (HW = 5 – 12 nm):	520 nm		
Reaction time:	0		
Reaction temperature:	20 – 25 °C		

Contents of reagent set:

Box A: 15 mL Lead R1
2 × 75 mL Lead R2
20 g Lead R4

Box B: 3 × 100 mL Lead R3
2 g wadding
2 measuring spoons 85 mm
10 g Lead R5

Additionally necessary is tetrachloroethylene p.a. or carbon tetrachloride p.a. as organic phase. This can be purchased from a chemical distributor, but not from MACHEREY-NAGEL.

Hazard warning:

Information regarding safety can be found on the box' label and in the safety data sheet. You can download the SDS from www.mn-net.com/SDS.

Interferences:

The *total* lead can be determined with cracking set (REF 91808).

By dilution of lead-containing samples the pH value must be stored lower than 3.

Interfering ions: Bi, In and Tl (0.4 mg/L Bi f 0.2 mg/L Pb). Other cations do not interfere below 10–100 mg/L.

Phosphate ions in large concentrations inhibit the extraction. If sulphide ions are present, the test sample must be decomposed.

The method can not be applied for the analysis of sea water.

Procedure (1st extraction):

Requisite accessories: 2 × 2 separation funnels 100 mL (REF 91664), piston pipette with tips

Pour into two separate separation funnels:

Test sample	Blank value
50 mL test sample (<i>the pH value of the sample must be between pH 1 and 3</i>)	50 mL distilled water
5 drops R1, mix (if solution turns blue, add diluted hydrochloric acid drop-by-drop until sample turns colourless)	5 drops R1, mix
1 mL R2, mix (sample turns blue, otherwise add more R2)	1 mL R2, mix (blank value turns blue)
5 mL R3, mix Add R4 in small steps while shaking until sample turns colourless.	5 mL R3, mix Add R4 in small steps while shaking until sample turns colourless.
20 mL tetrachloroethylene or carbon tetrachloride	20 mL tetrachloroethylene or carbon tetrachloride
1 level spoon R5, shake for 1 min After phase separation use lower layer for 2 nd extraction, discard upper layer.	1 level spoon R5, shake for 1 min After phase separation use lower layer for 2 nd extraction, discard upper layer.

Procedure (2nd extraction):

Pour into two other separate separation funnels:

Test sample	Blank value
20 mL distilled water	20 mL distilled water
add lower layer (organic phase) from 1 st extraction	add lower layer (organic phase) from 1 st extraction
2 mL R2	2 mL R2
1 mL R3, shake 1 min , allow to separate	1 mL R3, shake 1 min , allow to separate

After phase separation filter lower layers through funnels with wadding into two cuvettes and measure. Detoxify upper layers.

Measurement:

For MACHEREY-NAGEL photometers see manual, test 1-10.

Photometers of other manufacturers:

Verify factor for each type of instrument by measuring standard solutions.

Analytical quality control:

NANOCONTROL Multistandard Metals 2 (REF 925016)

Detoxification:

The aqueous phase must be treated with hydrogen peroxide (pH ca. 9), until no residual cyanide is detected.

Disposal:

Information regarding disposal can be found in the safety data sheet. You can download the SDS from www.mn-net.com/SDS.