

# Bestimmung der organischen Säuren in Fermenterproben

## Destillation von Fermenterproben mit Micro Dist und Messung der organischen Säuren mit Küvetten-Test LCK365 oder Ionenchromatographie

Applikation APP-PHM-0006

DE

### Allgemeines

In der prozessbegleitenden Fermenterüberwachung von Biogasanlagen spielt die Bestimmung der organischen Säuren eine wichtige Rolle. Im zweiten und dritten Schritt des insgesamt vierstufigen Gärprozesses entstehen die niedermolekularen Fettsäuren, insbesondere Essig-, Propion- und Buttersäure. Bei intaktem Gärprozess liegen die Werte für diese summarisch als Essigsäureäquivalente erfassten Verbindungen zwischen 500 mg/l und 3000 mg/l. Konzentrationen größer 3000 mg/l Essigsäureäquivalente können zu einer Verschiebung des pH-Wertes führen und damit zu einer ernsthaften Störung der Biogasproduktion. Aus diesem Grund müssen die Essigsäureäquivalente regelmäßig kontrolliert werden.

Die Ergebnisse der Bestimmung der organischen Säuren im Küvetten-Test LCK365 und in der Nordmann-Titration geben dabei jeweils die Summe der Einzelsäuren als Essigsäureäquivalente an. Eine selektive Angabe der ursprünglich vorhandenen Einzelsubstanzen ist in der Ionenchromatographie (IC) möglich.

Fermenterproben weisen oft eine gelbliche Eigenfärbung (Lignin) oder Opaleszenz (Trübung) auf. Diese führen bei photometrischen Methoden zu Mehrbefunden. Um eine Bestimmung der organischen Säuren aus Fermenterproben mit dem Küvetten-Test LCK365 durchführen zu können, müssen die Fermenterproben entweder destilliert oder aber durch Verdünnung und Zentrifugation vorbereitet werden. Die Destillation nach DIN 38414-19 ist aufwendig und zeitintensiv.

Diese Applikation beschreibt die Destillation von Fermenterproben mit Hilfe der Micro Dist-Apparatur von Lachat vor der Messung mit dem Küvetten-Test LCK365.

### Material

- MDI001 Micro Dist Thermoblock, Starter-Set komplett plus Küvetten-Test Organische Säuren
  - LCK365 Küvetten-Test Organische Säuren
- oder
- LTV082.99.51002 Thermostat LT200, 2 Blöcke schwarz, 8 Adapter für 20 mm Bohrungen, Micro Dist Tubes (vom Anwender zu füllen)
  - LZT144 Presse
  - A17117 Sicherheitshandschuhe, groß, Sicherheitshandschuhe, klein, Ständer, Sammelröhrchen, Ständer, Probenröhrchen
- 17023L Küvetten-Test Organische Säuren
  - 17013L
  - 17013S
  - 17012
  - 17011
- LCK365 Küvetten-Test Organische Säuren

### Chemikalien:

- Aufschlusslösung: 85%  $H_3PO_4$   
Auffanglösung: destilliertes Wasser



LANGE

UNITED FOR WATER QUALITY

## Durchführung der Bestimmung

### Probenvorbereitung

- Die Proben werden **1:10** mit destilliertem Wasser verdünnt (5 g Fermenterprobe auf 50 ml mit destilliertem Wasser auffüllen) und gerührt.

- Grobe Feststoffe werden abfiltriert.

### Arbeitsgang Micro Dist

#### Vor der Destillation

- Thermostat einschalten und auf **130°C** vorheizen.

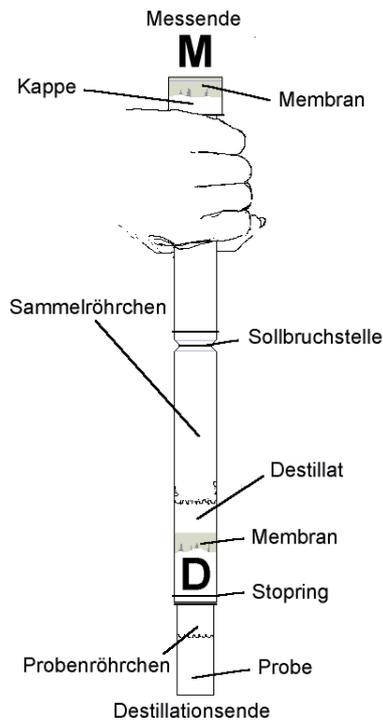


Abbildung 1

- Ein **Micro Dist (MD)** Sammelröhrchen (Abbildung 1) mit dem **D** Ende nach unten in einen geeigneten Halter stellen und **1,0 ml** dest. Wasser einfüllen.
- Messende (M)** Ende des MD Röhrchens mit Teflon-Membran und Kappe verschließen.



Abbildung 2

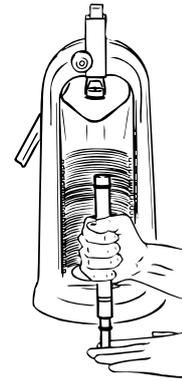


Abbildung 3

- In das Probenröhrchen **6,0 ml** Probe (Verdünnung) einfüllen (Abbildung 2). In einem Röhren einen geeigneten Standard als Probe mitlaufen lassen.
- Zu der Probe **0,4 ml** Aufschlusslösung geben.
- Direkt danach das Probengefäß in das Sammelgefäß einsetzen und mit der Presse verschließen (Abbildung 3).
- Das MD Röhrchen in den vorgeheizten Thermostaten (**130°C**) einsetzen (Achtung: Hitzeresistente Sicherheitshandschuhe tragen!) und **2 Stunden** destillieren.

## Nach der Destillation (2 h)

1. MD Röhrrchen nach 2 Stunden aus dem Thermostaten nehmen (Sicherheitshandschuhe!) und das Probenröhrrchen **sofort** von dem Sammelröhrrchen trennen.
2. Das Probenröhrrchen verwerfen und Inhalt ordnungsgemäß (Säuren!) entsorgen.
3. Das Sammelröhrrchen mit dem **M** Ende nach unten in einen geeigneten Halter (17012) stellen und abkühlen lassen.

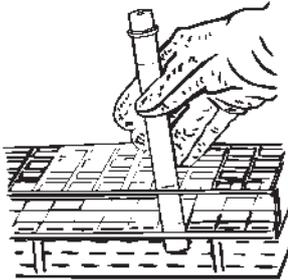


Abbildung 4

4. Das Destillat durch Kippen und Drehen des Röhrrchens einsammeln.

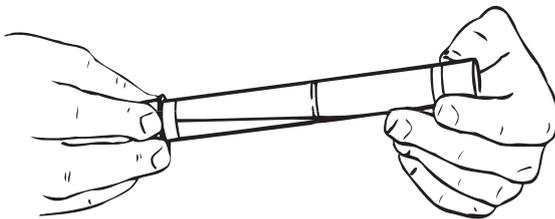


Abbildung 5

5. Sammelröhrrchen mit dem **M** Ende nach unten aufstellen und das **D** Ende abbrechen.

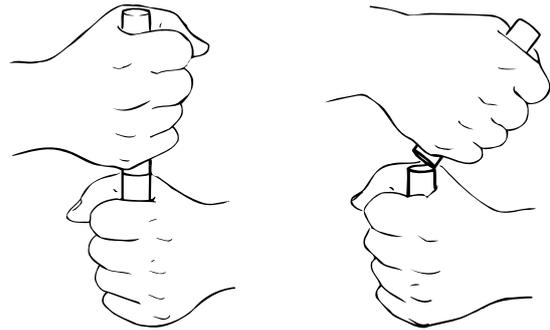


Abbildung 6

6. Das Destillat auf **6 ml** mit destilliertem Wasser auffüllen (falls nötig).
7. **0,4 ml** Destillat zur Messung mit LCK365 einsetzen (Arbeitsgang siehe Arbeitsvorschrift LCK365).
8. Mit dem gemessenen Standard die Wiederfindung bestimmen (ca. 70%). Die Wiederfindungsrate bei den folgenden Messungen berücksichtigen.

### Berechnung:

$$\text{Ergebnis Probe} = \frac{\text{abgelesenes Ergebnis} \times \text{Standardkonzentration (Soll)}}{\text{gemessene Standardkonzentration}}$$

Für Details beachten Sie bitte das Handbuch von Micro Dist.

## Weitere Messmöglichkeiten

Die erhaltenen Destillate können auch mit Ionenchromatographie oder mit Hilfe der Titration auf ihren Gehalt an organischen Säuren geprüft werden.

Bitte beachten Sie dabei, dass die Destillate nur ca. 70% der ursprünglichen Konzentration an organischen Säuren aufweisen. Wir empfehlen, einen geeigneten Standard als Kontrolle ebenfalls mit Micro Dist zu destillieren und als Kontrolle mitlaufen zu lassen.

Bei getrennter Betrachtung der Säuren in der Ionenchromatographie müssen die Ergebnisse wie folgt berechnet werden:

- Essigsäure: angezeigtes Ergebnis  $\times$  1,6
- Propionsäure: angezeigtes Ergebnis  $\times$  1,3
- Buttersäure: angezeigtes Ergebnis  $\times$  1,1

Alternativ kann auch hier ein Standard in der Destillation mitgeführt werden und als Referenz für die Ionenchromatographie genutzt werden.

## Entsorgungshinweise

Die Entsorgung der Aufschlusslösung muss in Übereinstimmung mit den örtlichen und nationalen gesetzlichen Bestimmungen erfolgen.