

Bestimmung des Phenolindex

Destillation von Wasser-, Schlamm- und Bodenproben mit Micro Dist und Bestimmung von Phenol mit Küvetten-Test LCK345

Applikation APP-PHM-0009

DE

Allgemeines

Die nachfolgende Applikation beschreibt die Destillation von phenolhaltigen Proben (Wasser, Abwasser, Boden) mit dem System Micro Dist und die anschließende Messung des Phenols mit dem Küvetten-Test LCK345.

Die Destillation ist für Proben geeignet, die bis zu 50 mg Phenol enthalten.

Die Applikation ist eine alternative Methode zur DIN 38409 H16.

Material

- MDI001 Micro Dist Thermoblock, Starter-Set komplett plus Küvetten-Test Phenol
- LCK345 Küvetten-Test Phenol

oder

- LTV082.99.51002 Thermostat LT200, 2 Blöcke schwarz
- LZT144 8 Adapter für 20 mm Bohrungen
- A17117 Micro Dist Tubes (vom Anwender zu füllen)
- A17070 MicroDist Zubehör inkl. Presse
- LCK345 Küvetten-Test Phenol

Chemikalien:

pH-Einstellung: 1 M NaOH
10% H₂SO₄

Entsorgungshinweise

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



UNITED FOR WATER QUALITY

Durchführung der Bestimmung

Allgemeines

- In die Probenröhrchen werden entweder 6 ml flüssige Probe oder aber 0,5 g – 1,0 g feste Probe (Schlamm, Boden) gegeben. Bei festen Proben werden 5 ml destilliertes Wasser in den Probenröhrchen vorgelegt. In der Probe dürfen insgesamt bis zu 50 mg Phenol enthalten sein.

Probenvorbereitung

Den pH-Wert der Probe mit 1 M NaOH oder 10% H₂SO₄ auf pH ca. 4 einstellen

Arbeitsgang Micro Dist

Vor der Destillation

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

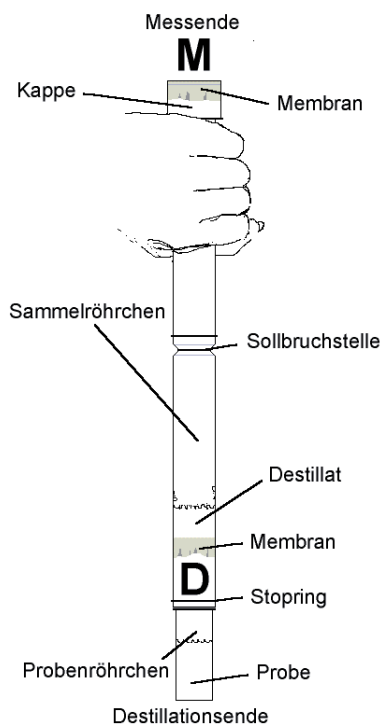


Abbildung 1

- Zur Bestimmung mit dem Küvetten-Test LCK345 müssen hochbelastete Proben nach der Destillation in den Messbereich des Küvetten-Tests (max 5 mg/l) verdünnt werden.

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



Abbildung 2

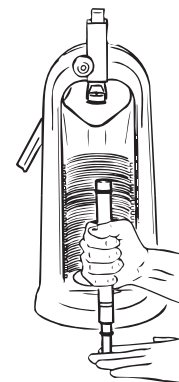


Abbildung 3

4. In das Probenröhrchen **6,0 ml** Probe / **0,5 – 1,0 g** Bodenprobe plus **5 ml** destilliertes Wasser einfüllen (Abbildung 2). In einem Röhrchen einen geeigneten Standard als Probe mitlaufen lassen.
5. Direkt danach das Probengefäß in das Sammelgefäß einsetzen und mit der Presse verschließen (Abbildung 3).
6. Das MD Röhrchen in den vorgeheizten Thermostaten (130°C) einsetzen (Achtung: Hitzeresistente Sicherheitshandschuhe tragen!) und **90 Minuten** destillieren.

Nach der Destillation (90 min.)

1. MD Röhrchen nach 90 Minuten aus dem Thermostaten nehmen (Sicherheitshandschuhe!) und das Probenröhrchen **sofort** von dem Sammelröhrchen trennen.
2. Das Probenröhrchen verwerfen und Inhalt ordnungsgemäß (Säuren!) entsorgen.
3. Das Sammelröhrchen mit dem **M** Ende nach unten in einen geeigneten Halter stellen und abkühlen lassen (10 Minuten).

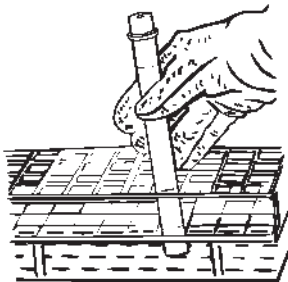


Abbildung 4

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

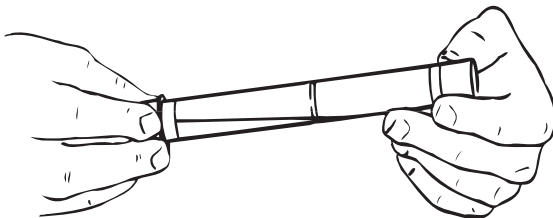


Abbildung 5

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

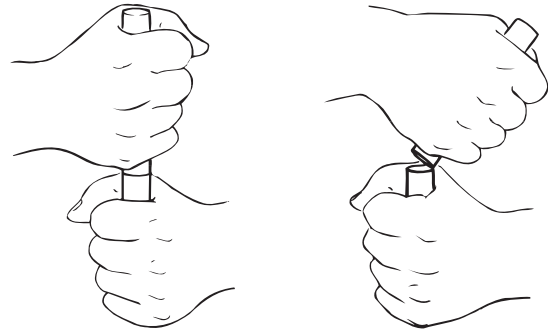


Abbildung 6

6. Das Destillat auf **6 ml** mit destilliertem Wasser auffüllen (falls nötig).
7. Destillat zur Messung mit LCK345 einsetzen (Arbeitsgang siehe Arbeitsvorschrift LCK345).
8. Mit dem gemessenen Standard die Wiederfindung bestimmen (sollte > 80% sein). Die Wiederfindungsrate bei den folgenden Messungen berücksichtigen.

Berechnung:

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

Messergebnisse sind durch eine Plausibilitätskontrolle zu überprüfen (Verdünnung und/oder Aufstockung).

Für Details beachten Sie bitte das Handbuch von MicroDist.

Störungsbehebung – Membranverschluss

Wenn Bodenproben oder Schlamm destilliert werden, gelangt Schaum durch die Membran oder Schaum verschleißt die Unterseite der Membran und diese wird hochgeschoben. Dieses passiert bei Proben mit hoher organischer Belastung wie z. B. durch Fette und Öle. Der Schaum ist ein organischer oberflächenaktiver Stoff, der die hydrophobe Membran von unten benetzt. Dadurch verliert die Membran ihre Hydrophobie und ihre Funktion.

Der Sitz der Membran in den Sammelröhrchen ist leicht erhöht, sodass der Schaum die Membran normalerweise nicht erreicht. Seien Sie vorsichtig mit schaumigem organischem Material, das die Membran benetzt oder durch die Membran sickert, da dieses Druck im Probenröhrchen aufbaut. Dieser Druck ist zwar nicht sehr hoch, aber groß genug, um zu einem Verspritzen der heißen Probe zu führen, wenn das Probenröhrchen vom Sammelröhrchen getrennt wird. In wenigen Fällen kann sich die Destillationsmembran vollständig vom Ring lösen.

Destillation von Bodenproben mit Micro Dist

Mit MicroDist können verschiedenste Bodenproben von Sanden bis hin zu Schlämmen bearbeitet werden. Als grundsätzliche Richtlinie beachten Sie bitte, dass bei Proben mit hoher organischer Belastung 0,5 g Probe oder weniger eingewogen werden. Bei niedriger organischer Belastung können bis zu 1,0 g Probe eingewogen werden. Die optimale Probenmenge ist von der Art der Probe abhängig und muss gegebenenfalls vor Ort optimiert werden. Die Bodenproben werden mit destilliertem Wasser (5 bis 6 ml) aufgefüllt.

Berechnung des Gehaltes in der Probe nach der Analyse in mg/kg: Multiplizieren Sie die gemessene Konzentration in mg/l mit dem Volumen im Röhrchen (in ml, normalerweise 6 ml) und teilen Sie anschließend durch 1000 (Umrechnung l/ml), um den Menge Analyt in mg zu erhalten. Teilen Sie den Gehalt Analyt in mg durch die Einwaage der Originalprobe (in g) und nehmen Sie das Ergebnis mal 1000 (Umrechnung g/kg), um als Ergebnis mg Analyt / kg Probe zu erhalten.

Wenn Schäumen und Verkleben der Membran auch bei reduzierten Einwaagen < 0,5 g weiterhin vorkommen, versuchen Sie folgendes

- Geben Sie Aktivkohle in das Probenröhrchen, so dass sie die Probe bedeckt. Füllen Sie den Rest der Hohlräume mit Glaswolle. Bei dieser Methode können nur 4-5 ml (statt 6 ml) an destilliertem Wasser zugegeben werden.
- Für Böden oder organische Proben, die Cyanid enthalten, haben sich Biobeads™ (Hersteller BIO-RAD, Art. Nummer SM-2) als hilfreich erwiesen.
- Testen Sie einen bekannten Standard und eine aufgestockte Probe mit einer dieser Methoden, um sicherzustellen, dass diese Methode anwendbar ist.