Kat. Nr. 23130-95

Digesdahl® Aufschlussapparatur

Modell 23130-20, -21

BETRIEBSANLEITUNG

© Hach Company, 2000. Alle Rechte vorbehalten.
Übersetzung HGo/ASc 5/97

Original: hm/ct 2/1/97 1ed; rev1 7/97
Translation: rb 1/01 2ed

Warenzeichen der Hach Company

AccuGrow®
AccuVac®
AccuVer™
AccuVial™
Add-A-Test™
AgriTrak™
AluVer®
AmVer™
APA 6000™
AquaChek™
AquaTrend®
BariVer®
BODTrak™
BoroTrace™
BoroVer®
C. Moore Green™
CA 610™
CalVer®
ChromaVer®
ColorQuik®
CoolTrak®
CuVer®
CyaniVer®
Digesdahl®
DithiVer®
Dr. F. Fluent™
Dr. H. Tueau™
DR/Check™
EC 310™
FerroMo®
FerroVer®
FerroZine®
FilterTrak™ 660
Formula 2533™
Formula 2589™
Gelex®
H_2O University™
H_2OU™
Hach Logo®
Hach One®
Hach Oval®
Hach.com™
HachLink™
Hawkeye The Hach Guy™
HexaVer®
HgEx™
HydraVer®
ICE-PIC™
IncuTrol®
Just Add Water™
LeadTrak®
m-ColiBlue24®
ManVer®
MolyVer®
Mug-O-Meter®
NetSketcher™
NitraVer®
NitriVer®
NTrak®
OASIS™
On Site Analysis.
Results You Can Trust℠
OptiQuant™
OriFlow™
OxyVer™
PathoScreen™
PbEx®
PermaChem®
PhosVer®
Pocket Colorimeter™
Pocket Pal™
Pocket Turbidimeter™
Pond In Pillow™
PourRite®
PrepTab™
ProNetic™
Pump Colorimeter™
QuanTab®
Rapid Liquid™
RapidSilver™
Ratio™
RoVer®
*sens**ion***™
Simply Accurate℠
SINGLET™
SofChek™
SoilSYS™
SP 510™
Spec√™
StablCal®
StannaVer®
SteriChek™
StillVer®
SulfaVer®
Surface Scatter®
TanniVer®
TenSette®
Test ‘N Tube™
TestYES!℠
TitraStir®
TitraVer®
ToxTrak™
UniVer®
VIScreen™
Voluette®
WasteAway™
ZincoVer®

Inhaltsverzeichnis

Warenzeichen der Hach Company 2
Zertifizierung 5
Sicherheitshinweise 7
Spezifikationen 8

BETRIEB 9

Abschnitt 1 Allgemeine Beschreibung 11
1.1 Einleitung 11
1.2 Besondere Hinweise 11

Abschnitt 2 Vorbereitung des Gerätes 13
2.1 Auspacken 13
2.2 Montage 14
2.2.1 Montage der Heizung 14
2.2.2 Fraktionierkopfsystem 15
2.3 Einstellung der Betriebstemperatur 16

Abschnitt 3 Sicherheits- und Umwelthinweise 17
3.1 Digesdahl Aufschlussapparatur 17
3.2 Verwendung von Wasserstoffperoxid 18
3.3 Verwendung von Schwefelsäure 20
3.4 Beseitigung von verschüttetem Material 20
3.5 Hinweise zur Abfallbeseitigung 21

Abschnitt 4 Betrieb 23
4.1 Vorbereitung der Apparatur 23
4.2 Aufschluss 23
4.2.1 Geeignete Probengröße 24
4.2.2 Richtige Temperatur der Aufschlusslösung 24
4.2.3 Ausreichend Schwefelsäure 24
4.2.4 Verkokungsperiode 26
4.2.5 Geeignete Peroxidkonzentration für ausreichenden Zeitraum 26
4.2.6 Probenschwund 27
4.2.7 Probenahme und Lagerung 27
4.2.8 Genauigkeitsüberprüfung 27

AUFSCHLUSSVERFAHREN 29

Allgemeiner Digesdahl Aufschluss 30
Art und Grösse der Probe 35
Aufschlussverfahren für Wässrige Flüssigkeiten 38
Aufschlussverfahren für Öle 48
Aufschlussverfahren für Feststoffe 58

Inhaltsverzeichnis

WARTUNG 69

Abschnitt 5 Wartung 71
5.1 Austausch der Sicherung 71
5.2 Ersatzteile für das Kit 71

ALLGEMEINE INFORMATIONEN 73

Ersatzteile 74
Bestellungen/Reparaturservice 76
Kurzbetriebsanleitung Digesdahl Aufschlussapparatur 1

Die Hach Company bescheinigt, dass dieses Gerät sorgfältig getestet und überprüft wurde und bei Lieferung den angegebenen technischen Daten entsprach.

Das Digesdahl Gerät wurde überprüft und gemäß den folgenden Gerätestandards zertifiziert:

Produktsicherheit

Per 73/23/EEC LVD: Entsprechung zertifiziert durch die Hach Company nach EN 61010-1 (IEC1010-1), ergänzende Testberichte durch ETL. Gelistet durch ETL nach UL 3101-1 (Listung #H0492805390). Zertifiziert nach CSA C22.2 Nr. 1010.1 (Zertifizierung #H0492805390).

Immunität

EN 50082-2 (European Generic Immunity Standard) per 89/336/EEC EMC: Ergänzende Testberichte durch die Hach Company, Entsprechung zertifiziert durch die Hach Company.

Die Normen umfassen
EN 61000-4-2 “1995” (IEC 801-2) Electro-static Discharge
EN 61000-4-4 “1995” (IEC 801-3) Electrical Fast Transient/Burst
EN 61000-4-5 “1995” (IEC 1000-4-5) Surge
EN 61000-4-11 “1994” (IEC 1000-4-11) Voltage Dips, Interruptions and Variations
ENV 50140 “1993” (IEC 801-3) Radiated RF Electro-Magnetic Fields
ENV 50141 “1993” Conducted Disturbance Induced by RF Fields
ENV 50204 “1995” Radiated Electro-Magnetc Field from Digital Telephones.

Emissionen

EN 50081-1 (Emissionen) per 89/336/EEC EMC: Ergänzende Testberichte durch TÜV Product Services, Entsprechung zertifiziert durch die Hach Company.

Die erforderlichen Normen umfassen
EN 55014 (CISPR 14) Emissions, Class B Limits
EN 60555-2 Harmonic Disturbance Caused by Electrical Equipment
EN 60555-3 Voltage Fluctuations (Flicker) Disturbances Caused by Electrical Equipment

Kanadische Bestimmung zu Hochfrequenz-Störungen, IECS-003, Klasse A
Ergänzende Testberichte durch TÜV Product Services, Entsprechung zertifiziert durch Hach.

This Class A digital apparatus meets all requirements of the Canadian Interference-Causing Equipment Regulations.

Cet appareil numérique de la classe A respecte toutes les exigneces du Règlement sur le materiél brouilleur du Canada.

Dieses digitale Gerät der Klasse A entspricht allen Hochfrequenzvorschriften des kanadischen Verkehrsministeriums.

Zertifizierung

FCC Teil 15 Klasse “A” Grenzwerte: Ergänzende Testberichte durch TÜV Product Services, Entsprechung zertifiziert durch Hach.

Dieses Gerät entspricht Teil 15 der FCC Richtlinien.

Der Betrieb unterliegt folgenden Bedingungen:
(1) dieses Gerät darf keine störenden Interferenzen verursachen
(2) dieses Gerät muss empfangene Störungen aushalten, einschließlich Störungen, die unerwünschten Betrieb verursachen.

Durch Veränderungen oder Modifikationen an diesem Gerät ohne ausdrückliche Genehmigung durch autorisierte Stellen kann dem Benutzer die Genehmigung zum Betrieb der Einheit entzogen werden.

Dieses Gerät wurde überprüft und Entsprechung mit den Grenzwerten für Digitalgeräte Klasse “A”, gemäß Teil 15 der FCC Richtlinien wurde festgestellt. Diese Grenzwerte sollen vor schädlichen Interferenzen schützen, wenn das Gerät in einem kommerziellen Umfeld betrieben wird. Dieses Gerät erzeugt, verbraucht und strahlt möglicherweise Hochfrequenzenergie ab und kann, wenn es nicht gemäß den Anweisungen im Handbuch installiert und betrieben wird, störende Interferenzen beim Funkverkehr verursachen. Der Betrieb dieses Gerätes in einem Wohngebiet wird wahrscheinlich störende Interferenzen verursachen. In diesem Fall muss der Benutzer diese Störung auf eigene Kosten beseitigen.

Folgende Techniken sind zur Reduzierung von Interferenzproblemen leicht anwendbar:

1. Ziehen Sie den Stecker des Digesdahl Gerätes, um zu überprüfen, ob das Gerät die Ursache der Interferenz ist.

2. Wenn das Digesdahl Gerät an derselben Steckdose wie das Gerät angeschlossen war, bei dem die Interferenzen aufgetreten sind, versuchen Sie eine andere Steckdose.

3. Stellen Sie das Digesdahl Gerät in größerer Entfernung von dem Gerät auf, bei dem Interferenzen aufgetreten sind.

4. Richten Sie die Empfangsantenne des Interferenzen empfangenden Gerätes neu aus.

5. Versuchen Sie Kombinationen der genannten Schritte.

Ehe das Gerät ausgepackt, aufgestellt oder in Betrieb genommen wird, empfehlen wir dringend, dieses Handbuch sorgfältig zu lesen. Beachten Sie bitte ganz besonders alle mit GEFAHR und VORSICHT überschriebenen Hinweise. Ein Versäumnis in dieser Richtung könnte zu einer ernsthaften Verletzung des Benutzers oder Schäden am Gerät führen.

Damit die im Gerät vorgesehenen Schutzvorrichtungen nicht beeinträchtigt werden, darf das Gerät auf keinen Fall anders installiert oder benutzt werden, als es in dieser Betriebsanleitung angegeben ist.

Die Hinweise in diesem Handbuch haben folgende Bedeutung

Wenn mehrere Gefahrenmomente existieren, muss der Hinweis (Gefahr, Vorsicht, Anmerkung) auf das größte Risiko beachtet werden.

GEFAHR
Weist auf eine potenzielle oder bevorstehende Gefahrensituation hin, deren Nichtbeachtung zu ernsthaften Verletzungen oder sogar zum Tod führen kann.

VORSICHT
Weist auf eine potenzielle Gefahrensituation hin, deren Nichtbeachtung zu kleineren oder mittelschweren Verletzungen führen kann.

ANMERKUNG
Diese Information muss unbedingt beachtet werden.

Warnetiketten

Beachten Sie bitte die am Gerät angebrachten Etiketten und Aufkleber. Bei Nichtbeachtung können Personenschäden oder Schäden am Gerät auftreten.



Dieses Symbol auf dem Gerät ist ein Hinweis auf Betriebs- und/oder Sicherheitsinformationen in der Betriebsanleitung.



Abschnitt 3.1, Digesdahl Aufschlussapparatur, auf Seite 17



Abschnitt 3.2, Verwendung von Wasserstoffperoxid, auf Seite 18



Abschnitt 3.3, Verwendung von Schwefelsäure, auf Seite 20



Abschnitt 3.4, Beseitigung von verschüttetem Material, auf Seite 20



Abschnitt 4.2, Aufschluss, auf Seite 23

Spezifikationen

Temperaturbereich: Einstellbar von 100° bis 480°C

Temperatursteuerung: Innerhalb ± 15°C der Einstellung*

Strombedarf: 115 und 230 Vac Modelle, 50/60 Hz, 250 W** (für 230 V nur einphasigen Strom benutzen)

Leistung der Wasserstrahlpumpe: 11,5 L/min bei einer Strömungsgeschwindigkeit des Wassers von 6,5 L/min. Erforderlicher Mindestdruck 51,7 kPa (= 0,52 bar) Abfluss erforderlich.

Maße: 14 x 16,5 x 33,6 cm
Gesamthöhe: ca. 61 cm in montiertem Zustand.

Gewicht: Netto: 3,85 kg
Versandgewicht: 4,8 kg

Betriebsbedingungen: 15-35°C, 0-85% rel Feuchtigkeit

* Hochfrequenzfelder mit einer Feldstärke von 3 Volt/Meter oder mehr bei Frequenzen von 100 ± 15 MHz und 180 ± 15 MHz können die Leistung der Digedahl Apperatur beeinflussen. Das Verhalten des Digesdahl-Geräts kann durch Hochfrequenzfelder mit Feldstärken ab 3 V/m bei Frequenzen von 100 +/-15 MHz und 180 +/- 15 MHz beeinflusst werden. Die Temperaturspezifikation von +/- 15°C wurde unter diesen Frequenzbedingungen jedoch nicht um mehr als 10°C überschritten.
** Bei 230 V Modellen darf nur mit einphasigem Strom gearbeitet werden. Bei mehrphasiger Stromzufürung funktioniert der Abschaltschutz bei Überhitzung u. U. nicht.

BETRIEB

GEFAHR

Das Arbeiten mit chemischen Proben, Standards und Reagenzien ist mit Gefahren verbunden. Es wird dem Benutzer dieser Produkte empfohlen, sich vor der Arbeit mit sicheren Verfahrensweisen und dem richtigen Gebrauch der Chemikalien vertraut zu machen und alle entsprechenden Materialsicherheitsdatenblätter aufmerksam zu lesen.

DANGER

Handling chemical samples, standards, and reagents can be dangerous. Review the necessary Material Safety Data Sheets and become familiar with all safety procedures before handling any chemicals.

DANGER

La manipulation des échantillons chimiques, étalons et réactifs peut être dangereuse. Lire les Fiches de Données de Sécurité des Produits (FDSP) et se familiariser avec toutes les procédures de sécurité avant de manipuler tous les produits chimiques.

PELIGRO

La manipulación de muestras químicas, estándares y reactivos puede ser peligrosa. Revise las fichas de seguridad de materiales y familiarícese con los procedimientos de seguridad antes de manipular productos químicos.

PERICOLO

La manipolazione di campioni, standard e reattivi chimici può essere pericolosa. La preghiamo di prendere conoscenza delle Schede Techniche necessarie legate alla Sicurezza dei Materiali e di abituarsi con tutte le procedure di sicurezza prima di manipolare ogni prodotto chimico.

Abschnitt 1 Allgemeine Beschreibung

1.1 Einleitung

Mit der Digesdahl Aufschlussapparatur von Hach, in Abbildung 1 gezeigt, können eine Vielzahl von Probenarten für die nachfolgende Bestimmung von Gesamt Kjeldahl Stickstoff, sowie von verschiedenen Mineralien und Nährstoffen, aufgeschlossen werden. Die Probenarten umfassen Nahrungsmittelprodukte, Futtermittel, Getreide, Abwasserschlämme, Galvanisierbäder, Pflanzengewebe, Dünger, Getränke und Öle.

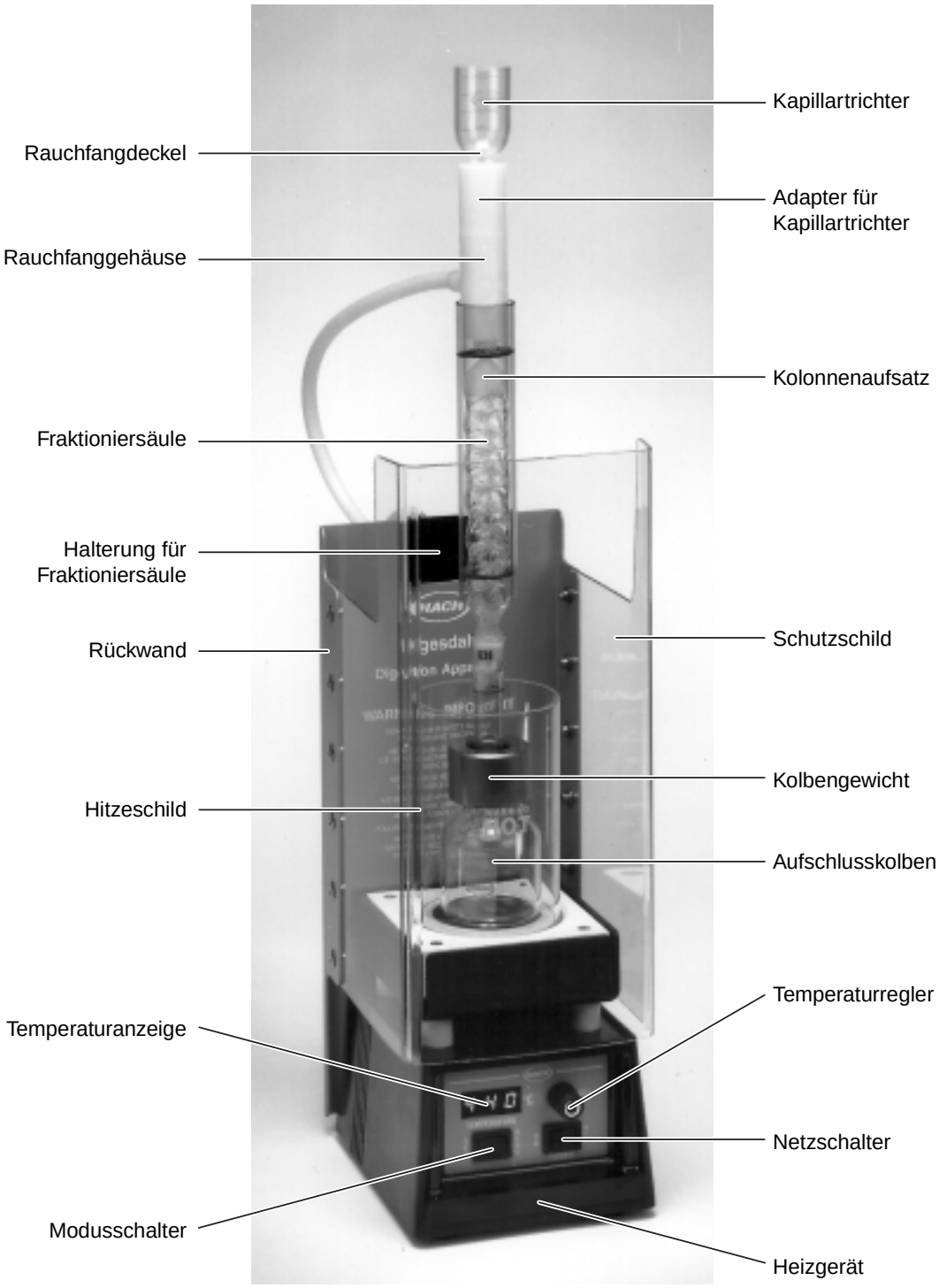
Die Aufschlüsse können in einem Bruchteil der Zeit ausgeführt werden, die bei traditionellen Methoden benötigt wird. Der Aufschluss wird anschließend entweder kolorimetrisch, titrimetrisch oder anhand der Verfahren der Trübungsmessung bestimmt. Die Ergebnisse der Digesdahl Bestimmungen schneiden im Vergleich mit herkömmlichen Analysemethoden in Bezug auf Genauigkeit und Präzision sehr günstig ab.

GEFAHR
Bei Benutzung eines mehrphasigen AC Stromsystems fällt der Thermo-Schutz des Gerätes aus. Dieses Gerät darf nur mit einphasigen 230 Vac Systemen betrieben werden.

1.2 Besondere Hinweise

Diese Betriebsanleitung dient als Leitfaden für Sicherheitshinweise, Montage, allgemeinen Betrieb, Ersatzteile, Service und Garantieinformationen. Die Aufschlussverfahren für die Digesdahl Apparatur variieren je nach Art und Form der Probe. Aufschlussverfahren für Flüssigkeiten, Öle und Feststoffe finden Sie in dieser Betriebsanleitung.

Abbildung 1 Digesdahl Aufschlussapparatur



Abschnitt 2 Vorbereitung des Gerätes

2.1 Auspacken

Das Digesdahl Gerät und die Zubehörteile werden aus dem Versandkarton genommen und auf Schäden überprüft, die eventuell während des Transportes eingetreten sind.

Überprüfen Sie die Sendung auf Vollständigkeit:

- Heizgerät mit Netzkabel und Sicherung
- Rückwand, abgeschirmt
- Säulenhalterung
- Aufschlusskolben (2)
- Kolbengewicht
- Hitzeschild
- Wasserstrahlpumpe
- Kühlkissen
- Fingerschutz (2)
- Sicherheitsbrille
- Betriebsanleitung
- Teile des Fraktionierkopfsystems:
    - Fraktioniersäule, m. Abschirmung
    - Kapillartrichter
    - Adapter für Kapillartrichter
    - Rauchfanggehäuse
    - Rauchfangdeckel
    - Kolonnenaufsatz Schlauch, C-Flex, ca. 1,50 m

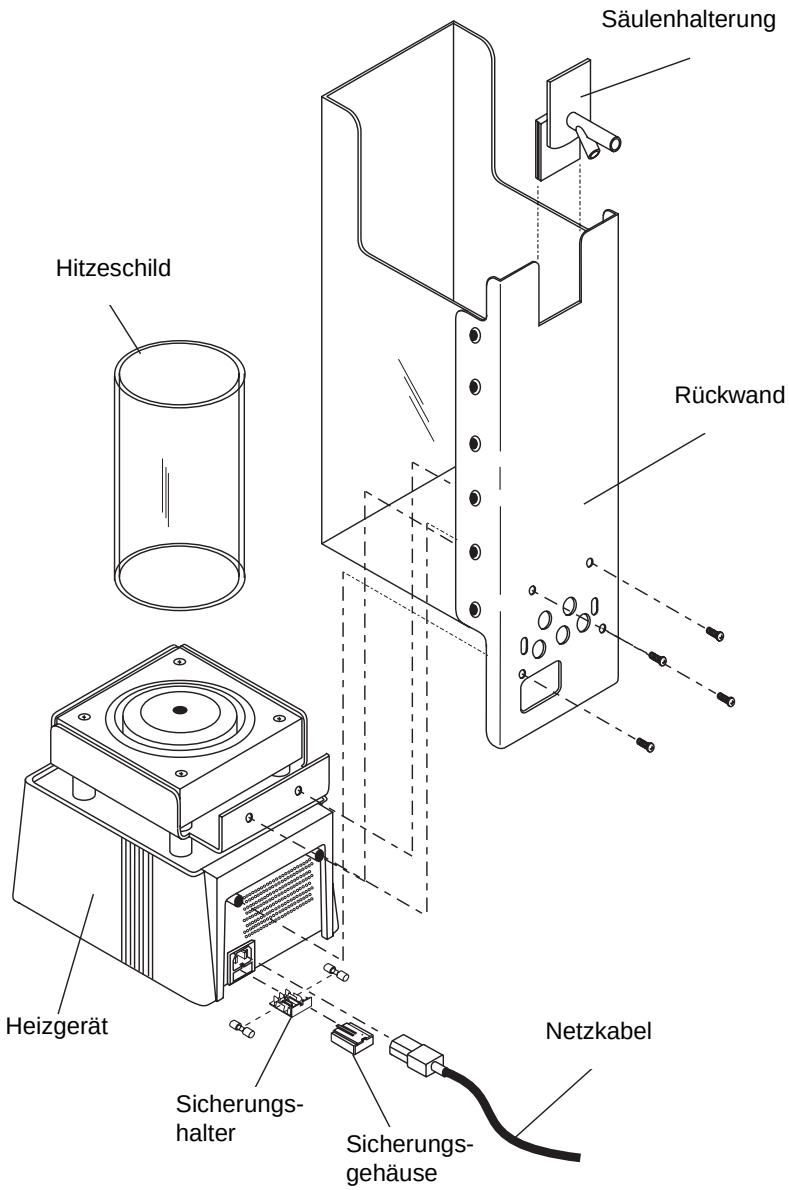
Wenn Teile fehlen oder beschädigt sind, nehmen Sie bitte Kontakt mit Ihrer zuständigen Hach Vertretung auf.

2.2 Montage

2.2.1 Montage der Heizung

Das Heizgerät wird entsprechend Abbildung 2 montiert.

Abbildung 2 Montage der Heizung



2.2.2 Fraktionierkopfsystem

Das Fraktionierkopfsystem ist in Abbildung 3 zu sehen und umfasst die Fraktioniersäule, den Kolonnenaufsatz, den Kapillartrichter und die Teile des Absaugsystems. Setzen Sie die Einheit wie folgt zusammen:

1. Setzen Sie die Fraktioniersäule in die Säulenhalterung (siehe Abbildung 3) und den Kolonnenaufsatz mit dem spitz zulaufenden Ende nach oben auf die Säule.

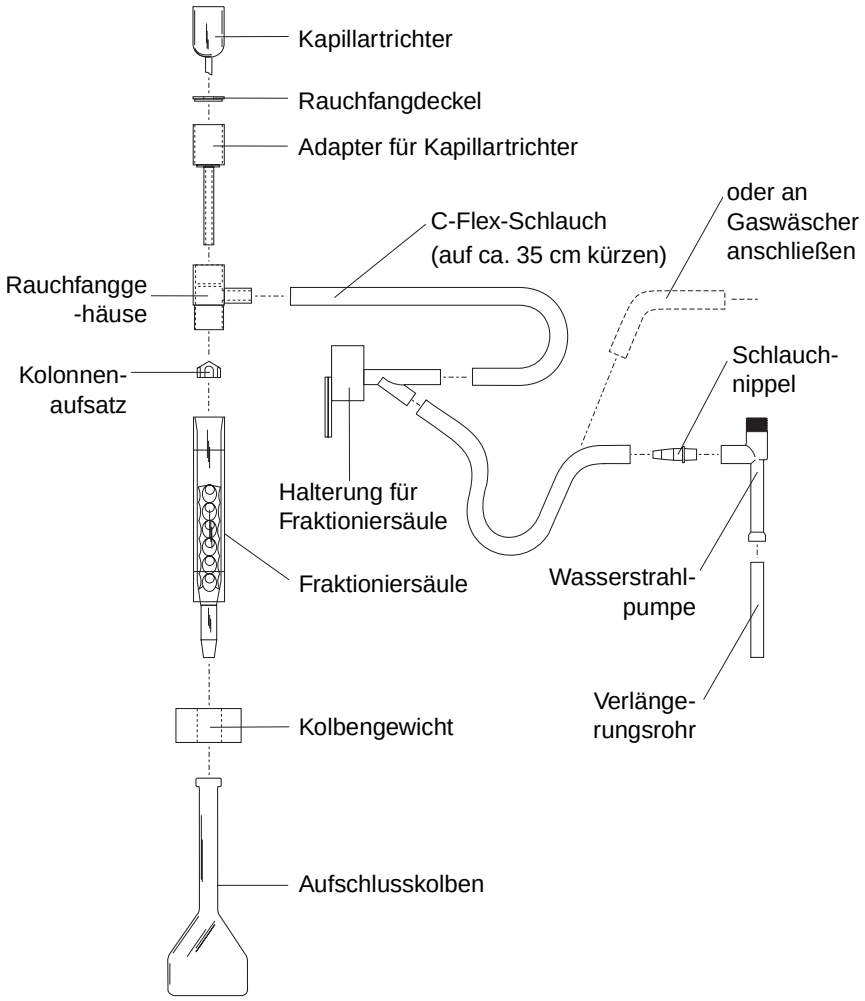
2. Setzen Sie den Adapter für den Kapillartrichter in die größte Öffnung des Rauchfanggehäuses.

Anmerkung: *Anstelle der Wasserstrahlpumpe kann der Gaswäscher von Hach benutzt werden. Die Dämpfe werden hierbei in ein chemisches Absorptionsmodul gezogen und von einem Aktivkohlefilter absorbiert. Wenn die Absorptionskapazität verbraucht ist, wird dieser Filter ausgetauscht. Der Gaswäscher kann bei der Arbeit mit dem Digesdahl Gerät vielseitig eingesetzt werden und ermöglicht die gleichzeitige Durchführung von bis zu sechs Aufschlüssen.*

3. Setzen Sie den Rauchfangdeckel auf den Adapter für den Kapillartrichter.

4. Setzen Sie nun den montierten Adapter für den Kapillartrichter und die Teile des Rauchfangs auf die Fraktioniersäule.

Abbildung 3 Fraktioniersäule und Absaugsystem



5. Führen Sie den Kolben des Kapillartrichters in das Loch des Rauchfangdeckels ein.

6. Befestigen Sie die Wasserstrahlpumpe an einem geeigneten Wasserhahn über einem Ausguss. Befestigen Sie den Schlauchnippel an der seitlichen Öffnung der Wasserstrahlpumpe; dann befestigen Sie das Verlängerungsrohr.

WARNUNG
Der Gaswäscher von Hach kann nur mit der Digesdahl Aufschlussapparatur für Schwefelsäureaufschlüsse benutzt werden. Gefahr besteht, wenn Dämpfe einer anderen Säure mit dem Gaswäscher entlüftet werden. Um Korrosion zu verhindern, muss der Gaswäscher nach jedem Gebrauch gereinigt werden (siehe Abschnitt Betrieb in der Betriebsanleitung des Gaswäschers).

7. Zur Wasserstrahlpumpe gehört eine 1,90 m lange C-Flex-Schlauchleitung. Schneiden Sie ein Stück von ca. 35 cm Länge ab und verbinden Sie das obere Rohr der Säulenhalterung mit dem Rauchfanggehäuse. Schneiden Sie ein weiteres Stück von der restlichen Schlauchleitung ab und verbinden Sie die Wasserstrahlpumpe mit dem unteren Rohr der Säulenhalterung. Dieses Stück sollte straff sein und nicht durchhängen, so dass sich kein Kondensat sammeln kann. Das Fraktionierkopfsystem ist nun gebrauchsfertig montiert.

2.3 Einstellung der Betriebstemperatur

Anmerkung:
Während eines Aufschlusses schwankt die Temperaturanzeige geringfügig ober- oder unterhalb der eingestellten Temperatur. Dies beeinträchtigt weder den Aufschluss noch die Genauigkeit der Analyse. Bei Leerlaufbetrieb (wenn kein Aufschlusskolben auf dem Gerät steht) kann die Temperatur um bis zu ± 15°C vom eingestellten Wert abweichen.

Die für den Aufschluss einer bestimmten Probe erforderliche Temperatur entnehmen Sie bitte dem entsprechenden Analysenhandbuch. Die nachstehenden Hinweise beziehen sich auf die Einstellung der Temperatur.

1. Das Gerät wird ans Netz angeschlossen und am POWER Schalter angeschaltet. Die Temperaturanzeige leuchtet auf.

2. Stellen sie den Modusschalter auf SET. In der Temperaturanzeige erscheint der eingestellte Temperaturwert in °C.

3. Wenn eine andere Temperatur gewünscht wird, wird mit dem Regler Temperatur ADJ der Wert in der digitalen Anzeige entsprechend geändert.

4. Der Modusschalter wird auf READ gestellt. Etwa nach 10 Minuten hat das Heizgerät die eingestellte Temperatur erreicht. Die derzeitige Betriebstemperatur erscheint in der Anzeige, wenn der Modusschalter auf Position READ steht.

Jede, mit der Durchführung von Labortests befasste, Person trägt Verantwortung für die erforderliche Sicherheit. Der Laborant muss durch Einhaltung guter Labortechniken stets gewisse Sicherheitsmaßnahmen beachten, um Unfallrisiken so gering wie möglich zu halten.

3.1 Digesdahl Aufschlussapparatur

Für den sicheren Betrieb des Digesdahl Geräts beachten Sie bitte die folgenden Sicherheitshinweise:

- Probengröße — Schließen Sie niemals eine Probe auf, die mehr als 0,5 g andere Materialien als Wasser enthält.
- Öle und organische Flüssigkeiten sollten bei der Bestimmung der Probengröße als Feststoffe angesehen werden.
- Art der Säure — Arbeiten Sie nur mit den in den Hach Verfahren angegebenen Säuren.
- Säuremenge — Nehmen Sie nie weniger als 3 mL.
- Halten Sie unbedingt die Reihenfolge der angegebenen Schritte ein.
- Wenn die Probe zur Trockene kocht, muss der Aufschlusskolben von der Heizplatte genommen und auf Raumtemperatur gekühlt werden. **Geben Sie niemals Wasserstoffperoxid in einen trockenen Probenkolben; es kann zu einer Explosion kommen.** Wenn Zweifel bestehen, ob ausreichend Schwefelsäure im Aufschlusskolben vorhanden ist, UNTERBRECHEN SIE SOFORT IHRE ARBEIT. Wiederholen Sie den Aufschluss mit einer kleineren Probenmenge oder mehr Schwefelsäure.
- Bei Operationen mit dem Gerät müssen Hitzeschild und Digesdahl Schutzschild immer korrekt montiert sein.
- Der Aufschluss sollte immer hinter einem Schutzschild (Kat. Nr. 20974-00) bzw. in einem geschlossenen Dampfabzug durchgeführt werden.
- Arbeiten Sie zum Atemschutz in einem Dampfabzug oder benutzen Sie einen Gaswäscher von Hach (Kat. Nr. 23266).
- Tragen Sie immer eine Sicherheitsbrille mit Seitenschutz.
- Tragen Sie während des Aufschlussverfahrens Schutzhandschuhe. Wenn heiße Geräte transportiert werden müssen, nimmt man eine Zange oder Fingerschützer.
- Weder vor noch nach dem Aufschluss dürfen Alkohol, Aceton oder andere organische Lösemittel in den Aufschlusskolben gegeben werden.
- Halten Sie beim Aufschluss die angegebene Temperatureinstellung und Aufschlusszeit ein. Das Digesdahl Gerät darf nicht unbeaufsichtigt betrieben werden.

- Wenn eine neue Substanz zum ersten Mal aufgeschlossen wird, beginnen Sie mit einer kleineren Probengröße und steigern Sie die Menge dann auf das optimale Volumen. Der Kolben darf **nicht zur Trockene kochen.**

- Tragen Sie zum Schutz von Haut und Kleidung Laborkittel oder -schürzen.

- Tragen Sie geeignetes Schuhwerk, um die Füße vor Spritzern zu schützen. Offene Schuhe oder Sandalen dürfen nicht getragen werden.

- Benutzen Sie keine beschädigten Glasartikel oder Geräte. Beschädigte Ausrüstung muss sofort ersetzt werden.

- Lassen Sie das Digesdahl Gerät unter normalen Bedingungen (in Umgebungsluft) abkühlen. Durch Einwirkung von kaltem Wasser können heiße Glasartikel zerbersten.

3.2  Verwendung von Wasserstoffperoxid

GEFAHR
Wasserstoffperoxid stellt ein Explosionsrisiko dar.

Die folgenden, zusätzlichen Sicherheitsmaßnahmen sind sinnvoll, wenn beim Digesdahl Aufschluss mit Wasserstoffperoxid gearbeitet wird:

- Wasserstoffperoxid darf vor dem Einfüllen in den Aufschlusskolben **mit keinem anderen chemischen Reagenz als in der Anleitung angegeben vermischt werden.**

- **Geben Sie Wasserstoffperoxid nicht direkt in die Säule auf dem Aufschlusskolben.** Wasserstoffperoxid muss immer langsam und kontrolliert zugegeben werden; arbeiten Sie mit dem Kapillartrichter.

- Wasserstoffperoxid darf den organischen Materialien im Kolben **nur** zugesetzt werden, wenn Schwefelsäure vorhanden ist.

- Verwenden Sie Wasserstoffperoxid nicht in höheren Konzentrationen als 50%.

Wasserstoffperoxid (30% oder 50%) ist ein starkes Oxidationsmittel und sollte nie in der Nähe von brennbaren Materialien gelagert werden. Ebenso wie Schwefelsäure kann es Hautverbrennungen und Augenschäden verursachen. **Bei Kontakt mit Augen oder Haut, spülen Sie die betroffenen Stellen sofort für 15 Minuten mit Wasser. Setzen Sie sich umgehend mit einem Arzt in Verbindung.**

Wasserstoffperoxid ist stark ätzend. Bei versehentlichem Verschütten oder Verspritzen auf Geräte oder Arbeitstische, muss die Chemikalie sofort mit Wasser aufgewischt werden. Lesen und beachten Sie alle Hinweise auf den Etiketten und den Sicherheitsdatenblättern.

Bezüglich des richtigen Umgangs mit und der Lagerung von Wasserstoffperoxid sind immer zwei Haupteigenschaften dieses Produktes zu berücksichtigen:

- Bei dem Produkt handelt es sich um ein starkes Oxidationsmittel. Wasserstoffperoxid reizt Haut, Schleimhäute und besonders die Augen. In Industriequalität verursacht es chemische Verbrennungen und bei direktem oder längerem Kontakt mit brennbaren Stoffen kann es zu Selbstentzündung kommen.

- Wasserstoffperoxid kann sich unter Abgabe von Wärme und Sauerstoff zersetzen. Die natürliche Zersetzungsgeschwindigkeit des normalen Industriequalitätsproduktes ist sehr niedrig, beschleunigt sich aber, wenn das Produkt durch Staub, Metallionen oder Alkalien verunreinigt wird.

Bei der Behandlung und Lagerung von Wasserstoffperoxid sollten folgende Sicherheitshinweise beachtet werden:

- Lagern Sie Wasserstoffperoxid an einem kühlen, dunklen Ort (vorzugsweise in einem Kühlschrank).

- Bewahren Sie Wasserstoffperoxid in den Originalbehältern auf und halten Sie diese geschlossen, wenn sie nicht benutzt werden. (Achten Sie auf die Belüftung der Behälter. Wasserstoffperoxidflaschen von Hach werden mit einer speziellen, permeablen Verschlusseinlage geliefert.)

- Tragen Sie Sicherheitsbrille und Handschuhe, wenn Sie mit diesem Material arbeiten.

- Arbeiten Sie beim Aufschluss flüssiger Proben mit Siliciumcarbid Siedeperlen.

- Waschen Sie Wasserstoffperoxid, das auf die Haut gelangt ist, sofort mit viel Wasser ab. Entfernen Sie verunreinigte Kleidung und waschen Sie diese gründlich, bevor Sie sie wieder tragen.

- Waschen Sie Wasserstoffperoxid, das in die Augen gelangt ist, sofort mit viel Wasser ab. Setzen Sie sich umgehend mit einem Arzt in Verbindung.

- Sollte das Material aus Versehen eingenommen worden sein, setzen Sie sich umgehend mit einem Arzt in Verbindung.

- Wasserstoffperoxidspritzer müssen mit viel Wasser weggespült werden.

- Das Material darf nicht in gasdichten Behältern gelagert werden, da es im Laufe der Zeit Sauerstoff absetzt.

- Wasserstoffperoxid darf nie in der Nähe von Wärmequellen gelagert werden oder in Kontakt mit brennbaren oder organischen Materialien kommen.

- Dämpfe des Materials dürfen nicht eingeatmet werden; das Material darf nicht eingenommen werden.

- Vermeiden Sie Augen- und Körperkontakt mit dem Material.

- Vermeiden Sie Kontakt mit zersetzenden Katalysatoren (Metalle, Staub, Alkalien, etc.)

- Verwenden Sie keine nicht zugelassenen Materialien (Messing, Kupfer, Kohlenstoffstahl, Gummi, etc.) zur Übertragung bzw. zur Lagerung.

Die Verschlüsse der Reagenzienflaschen sind mit speziellen, porösen Einlagen ausgestattet, die das Entlüften von Gas ermöglichen. Wasserstoffperoxidflaschen müssen immer mit Belüftungsdeckeln verschlossen werden. Die Reagenzienflaschen werden zur Sicherheit in Plastikbehältern geliefert. Wenn während der Lieferung ein Leck aufgetreten ist, tragen Sie beim Entnehmen der Flaschen aus der Lieferverpackung Handschuhe und spülen Sie die Flaschen anschließend mit Wasser ab. Spülen Sie auch die Lieferverpackung vor dem Wegwerfen aus.

3.3 Verwendung von Schwefelsäure

Lesen und beachten Sie alle Hinweise auf den Etiketten und den Sicherheitsdatenblättern, die der Lieferung beiliegen.

Die bei Aufschlussprozessen verwendete, konzentrierte Schwefelsäure muss korrekt und mit Vorsicht gehandhabt werden. Schwefelsäure ist eine starke Säure und ein starkes Oxidationsmittel; sie kann bei Kontakt Hautverbrennungen und Augenschäden verursachen. Diese Verätzungen sind noch weit schwerwiegender, wenn die Säure heiß ist. **Bei Kontakt mit Augen oder Haut, spülen Sie die betroffenen Stellen sofort für 15 Minuten mit Wasser und setzen Sie sich umgehend mit einem Arzt in Verbindung.**

Durch das internationale Krebsforschungsinstitut (IARC) wurde Schwefelsäureduns oder -dampf als für Menschen potentiell karzinogen eingestuft.

Schwefelsäure ist ein starkes Oxidationsmittel. In Kontakt mit zahlreichen, unterschiedlichen Chemikalien kann es zu Selbstentzündung oder Explosion kommen. Die Lagervorschriften müssen genau beachtet werden.

3.4 Beseitigung von verschüttetem Material

Spritzer und Ausleckungen müssen während des gesamten Aufschlussverfahrens mit äußerster Vorsicht beseitigt werden. Es kann vorgeschrieben sein, dass nur speziell ausgebildetes Personal in der entsprechenden Schutzkleidung (Handschuhe, Schutzbrille, Gesichtsschutz und chemikalienbeständige Kleidung) für die Beseitigung von Verschüttetem und Ausleckungen verantwortlich ist und gewährleisten muss, dass die Apparatur vorschriftsmäßig gereinigt wird.

Verschüttetes, Überlauf oder Eruption aus der Digesdahl Apparatur kann Rückstände auf der Ausrüstung oder anderen Oberflächen hinterlassen. Die Beseitigung dieser Rückstände muss mit äußerster Vorsicht geschehen. Andere als von Hach angegebene Reinigungsmethoden oder -mittel dürfen nicht eingesetzt werden; die Ausrüstung könnte beschädigt werden.

Bei Reinigungsmaßnahmen sind folgende Sicherheitsvorschriften zu befolgen:

1. Die Apparatur darf nicht gereinigt werden, wenn sie noch heiß ist; das Glas könnte bersten. Vor der Reinigung muss das Gerät abkühlen.

2. Der Stecker der Apparatur muss vor der Reinigung gezogen werden.

3. Bei der Handhabung von Glasartikeln müssen Handschuhe und Schutzbrille getragen werden. Zur Reinigung werden die Glasartikel mehrfach mit Wasser gespült.

4. Die äußeren Oberflächen der Digesdahl Apparatur (Heizgehäuse, elektrische Steuerungen etc.) und andere Oberflächen im Labor werden mehrfach mit einem feuchten oder nassen Tuch oder Papierhandtuch abgewischt.

5. Die Apparatur darf nicht direkt abgespült oder nass gemacht werden; das Gerät könnte beschädigt werden.

6. Benutzte Papiere oder Tücher müssen in geeigneter Weise entsorgt werden; sie können durch Probe oder Chemikalienrückstände kontaminiert sein.

3.5 Hinweise zur Abfallbeseitigung

Die Angaben sollen dazu dienen, Sie bei der Einhaltung behördlicher Bestimmungen zu unterstützen. Grundforderungen werden zusammengefasst, aber nicht alle Bestimmungen werden erläutert. Auch hier nicht aufgeführte Behördenbestimmungen müssen eingehalten werden. Richtlinien werden regelmäßig überarbeitet, und es kann durchaus weitere staatliche oder regionale Bestimmungen geben, die Ihre Laborabfälle betreffen. Jeder Erzeuger ist für Kenntnis und Einhaltung dieser Gesetze selbst verantwortlich.

Es liegen keine einheitlichen Bestimmungen zur Entsorgung von Chemikalien bzw. Reststoffen in der EG vor. Chemikalien, die als Reststoffe anfallen, sind in der Regel Sonderabfälle. Deren Beseitigung ist durch entsprechende Gesetze bzw. Verordnungen der EG-Mitgliedsländer sowie in der Bundesrepublik Deutschland auch durch die Bundesländer geregelt. Bitte nehmen Sie mit der zuständigen Stelle (Behörde oder Abfallbeseitigungsunternehmen) Kontakt auf, die Sie über die Entsorgung informiert.

In Abschnitt 3 werden grundsätzliche Erfordernisse zur sicheren Handhabung von Chemikalien, die beim Digesdahl Aufschluss eingesetzt werden, zusammengefasst. Hierbei handelt es sich lediglich um einen Leitfaden, dessen Vollständigkeit nicht in jedem Fall gewährleistet ist. Bei den angegebenen Informationen handelt es sich weder um ausdrückliche noch um stillschweigende Garantien; die vorliegenden Informationen stellen keinesfalls eine Verpflichtung für die Hach Company noch für deren Händler dar.

Weitere Informationen erhalten Sie bei Ihrer zuständigen Hach Generalvertretung.

Abschnitt 4 Betrieb

4.1 Vorbereitung der Apparatur

Informieren Sie sich in Abschnitt 3 auf Seite 17 über die Sicherheitsbestimmungen. Führen Sie den Aufschluss entweder hinter einem Laborschutzschild oder in einem geschlossenen Dampfabzug durch. In diesem Fall muss das Abluftsystem auf korrektes Arbeiten überprüft werden.

Das Tragen von Schutzbrille und Schutzkleidung ist Vorschrift.

Drehen Sie den Wasserzufluss zur Wasserstrahlpumpe voll auf. Entfernen Sie den Kapillartrichter und halten Sie einen Finger über die Öffnung im Rauchfangdeckel. Es sollte ein deutlicher Sog zu fühlen sein.

4.2 ⚠ Aufschluss

Die Verfahren für die Arbeitsweise mit der Digesdahl Aufschlussapparatur unterscheiden sich je nach Probe. Bei den meisten Verfahren handelt es sich um einen zweistufigen Digerierprozess mit konzentrierter Schwefelsäure und 30%igem Wasserstoffperoxid. Schwefelsäure dient zum Entwässern und Austrocknen der Probe. Wasserstoffperoxid wird über den Kapillartrichter zugesetzt, um die Zersetzung der Probe zu vollenden. Über den Kapillartrichter wird Wasserstoffperoxid mit 3 mL pro Minute in den Aufschlusskolben gegeben. Durch Variieren der Wasserstoffperoxidmenge kann der Benutzer die Zeit steuern, während der die Probe dem Wasserstoffperoxid ausgesetzt ist (Aufschlusszeit).

GEFAHR
Schutzbrille und Schutzkleidung müssen getragen werden. Für den Aufschluss wird eine starke Säure (konzentrierte Schwefelsäure) und ein starkes Oxidationsmittel (30%iges Wasserstoffperoxid) verwendet. Diese Chemikalien können Verbrennungen verursachen, wenn sie auf die Haut gelangen und zu dauerhaften Schäden an den Augen führen, wenn sie damit in Berührung kommen. Wenn die Chemikalien heiß sind, sind die Auswirkungen erheblich schwerer. Jede betroffene Stelle sofort gründlich mit Wasser spülen und einen Arzt aufsuchen.

Arbeiten Sie mit der Digesdahl Aufschlussapparatur immer hinter einem Laborschutzschild oder in einem geschlossenen Dampfabzug.

Bei einigen Proben ist der vollständige Aufschluss schwieriger durchzuführen als bei anderen. In einer sorgfältigen Studie über die mindest erforderliche Zeit , die zum Aufschluss einer Vielzahl von Materialien notwendig ist, wurde komplette Stickstoff Wiederfindung für viele Proben unmittelbar nach Klärung des Aufschlusses (wenn der Aufschluss farblos wird) erreicht. Resistente oder refraktäre Materialien jedoch, wie zum Beispiel Nikotinsäure, erfordern einige Minuten fortgesetzten Peroxidaufschlusses nach der Klärung, um 100%ige Stickstoff Wiederfindung zu erreichen.

In diesem Abschnitt der Betriebsanleitung wird ein allgemeines Verfahren, einschließlich anwendungsspezifischen Erfordernissen, beschrieben. Um einen vollständigen Probenaufschluss zu garantieren, sind die in den folgenden Abschnitten beschriebenen Variablen zu beachten.

4.2.1 Geeignete Probengröße

Bei festen oder organischen, flüssigen Proben können im allgemeinen weniger als 0,5 Gramm wasserfreien Materials wirksam aufgeschlossen werden. (Routinemäßig wird mit 0,25 g Proben gearbeitet.) Proben, die Wasser enthalten, können proportional vergrößert werden. Ein Mindestprobenvolumen ist nicht vorgeschrieben. Das Maximalvolumen für Proben wässriger Lösungen oder Suspensionen liegt bei 40 mL. Wenn der Prozentsatz an Feststoffen 1% des Probenvolumens überschreitet, sollte das Maximalprobenvolumen anhand der folgenden Formel reduziert werden:

$$\text{Probe} = \frac{40}{\%\ \text{Feststoffe}}$$

4.2.2 Richtige Temperatur der Aufschlusslösung

Die Aufschlusstemperatur ist ein kritischer Punkt. Wenn das Wasserstoffperoxid einer kalten Aufschlussmischung zugesetzt und anschließend erhitzt wird, zersetzt sich das Wasserstoffperoxid, bevor der Aufschluss die richtige Temperatur erreicht. Die Zugabe von Wasserstoffperoxid zu einem zu heißen Aufschluss führt zur Verflüchtigung der größten Menge des Oxidationsmittels bei nur geringem Nutzen. Darüber hinaus tragen extreme Temperaturen zu einem Sprühverlust an Probe in Form von feinem Nebel bei. Die empfohlene Temperatur für die meisten Proben liegt bei 440°C. Bei Ölen, Brennstoffen und Schmiermitteln muss die Temperatur möglicherweise verringert werden.

4.2.3 Ausreichend Schwefelsäure

Die benutzte Menge an konzentrierter Schwefelsäure (spezifische Dichte 1,84) muss so groß sein, dass es beim Aufschluss nicht zur Austrocknung kommt. Jeder Teil des Kolbenbodens, der austrocknet, überhitzt und kann den Kolben platzen lassen. Auch verursacht zu wenig Säure eine Überhitzung der Probe , was zur thermischen Zersetzung des gewünschten Analyts (z. B. Ammoniumverbindungen) und somit zu Probenschwund führen kann. Es sollte daher soviel Schwefelsäure genommen werden, dass nach Abschluss des Aufschlusses mindestens 2 mL Säure zurückbleiben.
In Tabelle 1 finden Sie Mengenempfehlungen hierzu.

Der Schwefelsäureverbrauch ist abhängig von der wasserfreien Masse des Materials und der chemischen Zusammensetzung der Substanz. Die Verwendung von 4 mL H_2SO_4 ist für viele aber nicht für alle Materialien geeignet. Der Benutzer muss daher auf die Menge an rückständigem H_2SO_4 für den aufzuschließenden Probentyp achten und die Säure- oder Probenmenge entsprechend anpassen. Nehmen Sie nie weniger als 3 mL konzentrierte Schwefelsäure. Größere H_2SO_4 Mengen können verwendet werden, ein großer Überschuss sollte aber vermieden werden, da bei den meisten nachfolgenden Bestimmungen die Anpassung des pH-Wertes erforderlich wäre.

Tabelle 1 Aufschlussrichtlinien für spezielle Probenarten

Probentyp	Probengewicht	Säuremenge	Vorheizzeit (Schritt 5)	Peroxidmenge	Spezielle Anweisungen
Pflanzen-gewebe	0,25 bis 0,5 g	4 mL	4 Minuten	10 mL	Stickstofffreies Papier für das Abwiegen der Probe benutzen
Fleisch und Geflügel	0,5 g oder Voraufschluss	4 mL oder wie im Vor-aufschluss	4 Minuten	10 mL	—
Flüssige Düngemittel	0,1 bis 0,25 g	4 mL	4 Minuten	10 mL	Vor der Zugabe von Schwefelsäure 0,4 g Kjeldahl-Reduktionspulver in den Kolben geben. Vor dem Aufschluss den Kolben 15 Minuten lang in einen auf 80 °C eingestellten Ofen stellen. Stickstofffreies Papier für das Abwiegen der Probe benutzen.
Nahrungs- und Futtermittel	0,25 g	4 mL	4 Minuten	10 mL	—
Molkerei-produkte	0,25 bis 2,0 g	4 mL	4 Minuten	10 mL	—
Getreide	0,25 bis 0,5 g	4 mL	4 Minuten	10 mL	Stickstofffreies Papier für das Abwiegen der Probe benutzen.
Getränke	ca. 5 g (in Trichter pipettieren)	4 mL	1 Minute	10 mL	Säure 1 Minute lang vorheizen, dann Probe durch den Trichter zusetzen. Kolben 30 Sekunden lang erhitzen, nachdem die Probe im Kolben ist.
Schlamm	< 2,5 g Nass-schlamm < 0,5 g Trockenschlamm	4 mL	3-5 Minuten	10 mL oder in 5 mL Portio-nen erhöhen	Den verdünnten Aufschluss 15 Minuten lang erhitzen und filtrieren.
Wasser & Abwasser	nicht mehr als 0,5 g Feststoff (mL = 40/C; C = % Feststoffe)	3 mL	bis Rück-fluss der Säure beginnt	10 mL oder in 5 mL Portionen erhöhen	Wasser muss verdampfen, ehe der Rückfluss der Säure beginnt. Siedeperlen erforderlich.
Lösungen von Bädern	0,3 bis 10 mL	4 mL	4 Minuten	10 mL	Wasser muss verdampfen, ehe der Rückfluss der Säure beginnt. Siedeperlen erforderlich.
Speiseöle	0,25 bis 0,5 g	4 mL	4 Minuten	5 mL sofort und 5 mL später	Probe abwiegen, in den Kolben geben und genaues Gewicht festhalten.
Ionenaus-tauschharze	Äquivalent von 0,25 g Trok-kenharz	10 - 15 mL	12 Minuten	20 mL	Der Aufschluss ist klar und die Partikel befinden sich auf dem Boden, wenn Metalloxide nicht in H_2SO_4 löslich sind. Königswasser oder geeignetes Löse-mittel für das Auflösen der Partikel zusetzen. Wenn die Partikel schwim-men, Aufschluss erneut mit 15 mL H_2SO_4 beginnen und längere Verko-kungszeit verwenden.
Boden	0,25 bis 0,5 g	6 mL	4 Minuten	10-20 mL	—
Treibstoffe	0,25 bis 0,5 g	6 mL	4 Minuten	20 mL	Den verdünnten Aufschluss 15 Minuten lang erhitzen und filtrieren. Die Temperatur des Heizgerätes muss eventuell geringfügig abgesenkt werden, wenn Dampfbildung oder Brennen auftritt.

4.2.4 Verkokungsperiode

Eine Verkokungsperiode vor der Zugabe von Wasserstoffperoxid sorgt für reduzierende Umgebungsverhältnisse, was bei der Umwandlung von organischem Stickstoff in Ammoniak hilfreich ist. In Gegenwart oxidierbarer Kohlenstoffverbindungen reagiert Schwefelsäure durch Bildung von Schwefeldioxid, welches das aktive Reduktionsmittel ist. Die Reaktion ist:

$$H_2SO_4 \rightarrow H_2O + SO_2 + ½O_2$$

Für Routineaufschlüsse wird eine Vorwärmperiode von zwei bis fünf Minuten empfohlen.

4.2.5 Geeignete Peroxidkonzentration für ausreichenden Zeitraum

Die Wissenschaft glaubt, dass Wasserstoffperoxid (H_2O_2) bei der Aufschlusstemperatur unmittelbar mit H_2SO_4 reagiert und durch folgende Reaktion H_2SO_5 (Peroxymonoschwefelsäure) erzeugt wird:

$$H_2SO_4 + H_2O_2 \rightarrow H_2SO_5 + H_2O$$

Dies ist gegenüber kohlenstoffhaltigem Material ein äußerst starkes **Oxidationsmittel**. Das Ziel ist, in der heißen Aufschlussmischung über eine ausreichend lange Zeit eine angemessene H_2SO_5 Konzentration aufrechtzuerhalten, um die Oxidation des kohlenstoffhaltigen Materials zu vervollständigen. 3 mL H_2O_2 werden über den Kapillartrichter pro Minute in den Messkolben gegeben.

Die Peroxidmenge, die für einen kompletten Aufschluss zugesetzt werden muss, kann bestimmt werden, indem man eine Probe mehrfach unter schrittweiser Erhöhung der zugesetzten Peroxidmenge (z. B. 5 mL, 10 mL, 15 mL, 20 mL) aufschließt. Die Ergebnisse der Analyse für die in Frage kommenden Parameter können dann, zur Bestimmung der Mindestmenge an benötigtem Peroxid zum optimalen Probenaufschluss, grafisch festgehalten werden. Die optimale Peroxidzugabe von 3 mL/Minute wurde für 30%iges Wasserstoffperoxid ermittelt.

In der amerikanischen Literatur wird die Verwendung von 50%igem Wasserstoffperoxid empfohlen. In Deutschland ist aus Sicherheitsgründen die Verwendung von 30%igem Wasserstoffperoxid vorgeschrieben. Bitte beachten Sie die empfohlenen Sicherheitsmaßnahmen für Wasserstoffperoxid. Siehe Abschnitt 3, Sicherheits- und Umwelthinweise.

4.2.6 Probenschwund

Der Verlust von Probe aus dem Aufschlusskolben ist auf zwei Arten möglich:

(1) Überschäumen oder Überkochen und

(2) durch Dampf- oder Dunstbildung im Ventilationsluftstrom.

Überschäumen ist ein ernstzunehmendes Problem bei bestimmten Probenarten; es wurden daher spezielle Techniken entwickelt. Einige flüssige Proben, besonders solche, die Zucker enthalten, können nicht mit dem Standardverfahren aufgeschlossen werden, also dadurch, dass eine bestimmte Menge in den Kolben gegeben, Schwefelsäure zugesetzt und erhitzt wird. Wenn man so vorgeht, kann das Überschäumen nicht kontrolliert werden. Anstattdessen wird die Schwefelsäure im Kolben erhitzt und die flüssige Probe wird durch den Kapillartrichter zugegeben. Die Verkokung läuft kontrolliert ab. Wenn die gesamte Probe zugesetzt wurde, beginnt die Peroxidbehandlung und der Aufschluss wird normal fortgesetzt. Eine andere Möglichkeit, das Überschäumen zu kontrollieren, ist die frühe Zugabe von Wasserstoffperoxid und das Verringern der Temperatur während der Verkokung.

Probenverlust als Dampf oder Dunst tritt auf, wenn kleine Flüssigkeitströpfchen zusammen mit Gasen aus dem Kolben gelangen und in den Ventilationsluftstrom entweichen. Die gängige Konstruktion der Fraktioniersäule reduziert den Verlust durch Versprühen jedoch auf eine unbedeutende Menge.

4.2.7 Probenahme und Lagerung

Proben müssen homogen sein, um die Analyse eines repräsentativen Teils zu garantieren. Flüssige Proben sollten durch Rühren oder Mischen homogenisiert werden. Feste Proben müssen fein gemahlen oder zerhackt und anschließend gut vermischt werden. Nach dem Aufschluss sollten die Proben bis zur Markierung verdünnt, gut vermischt und fest verschlossen werden. Der verdünnte Aufschluss bleibt für 2 bis 3 Tage stabil, solange keine Verdunstung auftritt.

4.2.8 Genauigkeitsüberprüfung

Zur Erzielung genauer Ergebnisse ist kompletter Aufschluss erforderlich. Das Digesdahl System kann mit Primärstandards anhand einer der folgenden Methoden auf Kjeldahl Stickstoff überprüft werden:

Feste Proben

1. Wiegen Sie 0,25 g eines Primärstandards für Kjeldahl Stickstoff ab. Schließen Sie den Standard gemäß dem allgemeinen Aufschlussverfahren auf.

2. Jeder der drei Standards kann benutzt werden. Bei Ammonium p-Toluensulfonat (185,5 mg/L TKN) ist der Aufschluss am einfachsten. Glycin p-Toluensulfonat (141,63 mg/L TKN) ist weniger einfach aufzuschließen und mit Nikotinsäure p-Toluensulfonat (118,58 mg/L TKN) ist der Aufschluss am schwierigsten.

Flüssige Proben

1. Wiegen Sie 10,000 g eines Primärstandards für Kjeldahl Stickstoff ab.

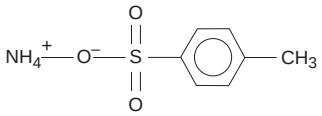
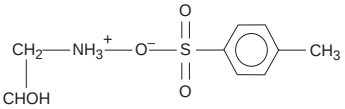
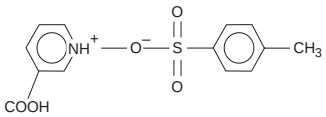
2. Überführen Sie die Menge in einen 1 Liter Messkolben und verdünnen Sie bis zur Markierung.

3. Geben Sie mit einer Messpipette 15 mL der behandelten Lösung in den Aufschlusskolben und schließen Sie den Standard gemäß dem allgemeinen Aufschlussverfahren auf.

4. Jeder der drei Standards kann benutzt werden. Bei Ammonium p-Toluensulfonat (111,03 mg/L TKN) ist der Aufschluss am einfachsten. Glycin p-Toluensulfonat (84.98 mg/L TKN) ist weniger einfach aufzuschließen und mit Nikotinsäure p-Toluensulfonat (71,15 mg/L TKN) ist der Aufschluss am schwierigsten.

Ein Primärstandardsatz mit einer Flasche von jedem Standard ist bei Hach lieferbar. Tabelle 2 zeigt einige Eigenschaften der drei Primärstandards.

Tabelle 2 Einige Eigenschaften von Kjeldahl Standards (#22778-00)

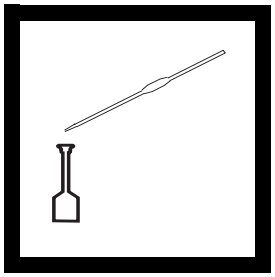
	Ammonium-PTSA	**Glycin-PTSA**	**Nikotinsäure-PTSA**
Formel	$C_7H_{11}O_3SN$	$C_9H_{13}O_5SN$	$C_{13}H_{13}O_5SN$
Struktur			
Molekulargewicht	189,235	247,277	295,316
Schmelzpunkt, °C	—	199	179
Prozent Stickstoff	7,402	5,665	4,743
Prozent Protein	46,261	35,403	29,643
Aufschließbarkeits- index	0	3	10
Feuchtigkeitsabsorption bei 25% rel. Feuchtigkeit bei 50% rel. Feuchtigkeit bei 90% rel. Feuchtigkeit	 0,04% 0,07% 0,14%	 0,03% 0,047% 0,15%	 0,00% 0,01% 0,08%

AUFSCHLUSSVERFAHREN

Allgemeiner Digesdahl Aufschluss

GEFAHR

Vor Durchführung dieses Aufschlussverfahrens informieren Sie sich bitte in Abschnitt 3 über wichtige Sicherheitsanforderungen.



1. Eine abgewogene oder abgemessene Probenmenge wird in einen 100 mL Digesdahl Aufschlusskolben überführt; siehe Tabelle 1 auf Seite 25. Die überführte Menge sollte nicht mehr als 0,5 g Feststoffe oder organische Flüssigkeiten enthalten. Das Maximalvolumen einer Wasserprobe ist 40 mL. Wenn der Prozentsatz an Feststoffen 1% des Probenvolumens überschreitet, sollte das Maximalprobenvolumen anhand der folgenden Formel reduziert werden:

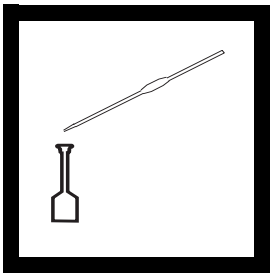
Volumen der Wasserprobe = 40 ÷ %Feststoffe

Anmerkung: *Arbeiten Sie nur mit Aufschlusskolben von Hach. Messkolben mit konkavem Boden sollten nicht benutzt werden.*

Anmerkung: *Wenn 10% des Gesamtvolumens der Probe Feststoffe sind, wäre das Maximalvolumen der Flüssigprobe 4 mL.*

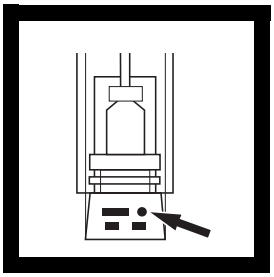
Anmerkung: *Es können nacheinander mehrere 40 mL Aliquote der Probe aufgeschlossen werden, um eine Probe zu konzentrieren.*

Anmerkung: *Wenn die Flüssigkeit zu viskos ist, um gemessen zu werden, wiegen Sie die Probe im Aufschlusskolben vor.*



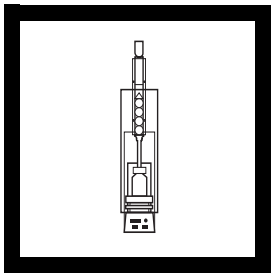
2. Konzentrierte Schwefelsäure (siehe Tabelle 1 auf Seite 25) und bei Flüssigproben mindestens zwei Siliciumcarbid Siedeperlen werden in den Messkolben gegeben.

Anmerkung: *Siedeperlen können vorbehandelt werden, indem man sie in 1:1 Salpetersäure quellen lässt und dann gründlich mit deionisiertem Wasser spült. Diese Vorbehandlung ist bei der Messung niedriger Gehalte besonders wichtig. Siliciumcarbid Siedeperlen werden empfohlen.*



3. Öffnen Sie den Wasserzulauf zur Wasserstrahlpumpe. Es muss ein Saugzug zur Fraktioniersäule entstehen. Stellen Sie die Temperatur auf 440°C ein. Bei Aufschluss von Fleisch stellen Sie 468°C ein.

Anmerkung: *Warten Sie, bis die richtige Temperatur erreicht ist, bevor Sie die Probe auf die Heizung stellen.*



4. Bringen Sie das Kolbengewicht und anschließend die Fraktioniersäule mit Trichter am Kolben an. Stellen Sie den Kolben auf die Heizplatte und erhitzen Sie, bis der Siedepunkt von Schwefelsäure erreicht ist (rückfliessende Schwefelsäure wird sichtbar).

Anmerkung: *Normalerweise sind weiße Säuredämpfe zu sehen, aber ihr Vorhandensein alleine ist noch kein Anzeichen dafür, dass der Siedepunkt von Schwefelsäure erreicht wurde.*

Anmerkung: *Bei Flüssigproben muss das gesamte Wasser verdunsten, bevor Dämpfe sichtbar werden.*

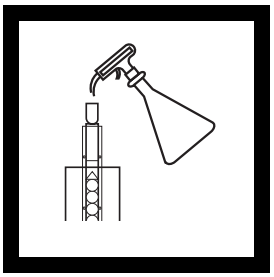
Anmerkung: *Wenn Proben bis in den Hals des Kolbens schäumen, verringern Sie die Temperatur auf 335°C. Erhitzen Sie bei dieser Temperatur weiter, bis sämtliches Wasser verdunstet ist. Dann stellen Sie die ursprüngliche Aufschlusstemperatur wieder ein.*

Anmerkung: *Wenn das Schäumen oder Rumpeln durch Verringerung der Temperatur oder der Menge nicht zu stoppen ist, können Flüssigproben, die den Kapillartrichter nicht verstopfen, in 10 mL Schritten durch den Kapillartrichter in den Kolben gegeben werden. Wenn das Schäumen weiterhin auftritt, verringern Sie die zugegebene Menge.*



5. Es wird für 3-5 Minuten erhitzt. **Die Probe darf nicht zur Trockene kochen.** Wenn nach dem Erhitzen keine Schwefelsäure mehr vorhanden ist, fahren Sie nicht mit Schritt 6 fort. Wenn die Probe austrocknet, muss sie vernichtet werden. Beginnen Sie von neuem und nehmen Sie eine größere Menge konzentrierter Schwefelsäure für den Aufschluss in Schritt 2 oder arbeiten Sie mit einer kleineren Probenmenge.

Anmerkung: *Bei einigen organischen Proben werden mehr als fünf Minuten für den kompletten Aufschluss benötigt. Siehe* *Tabelle 1 auf Seite 25**.*

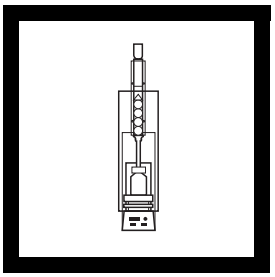


6. **Fahren Sie an dieser Stelle nicht fort, wenn keine Schwefelsäure im Kolben sichtbar ist.** Geben Sie 15 mL 30%iges Wasserstoffperoxid durch den Trichter auf dem Fraktionierkopf zu der verschwelten Probe.

Anmerkung: *Vor Zugabe des Wasserstoffperoxids muss das Vorhandensein von Schwefelsäure im Kolben visuell überprüft werden.*

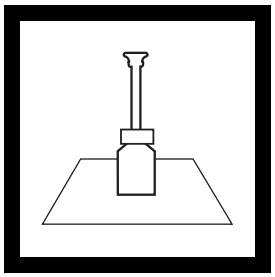
Anmerkung: *Wenn der Aufschluss nicht farblos wird, geben Sie in 5 mL Schritten Wasserstoffperoxid zu, bis der Aufschluss klar wird.*

Anmerkung: *Benutzen Sie zum Überführen von Wasserstoffperoxid langhalsige Glasartikel oder eine Pipette.*



7. Kochen Sie überschüssiges Wasserstoffperoxid durch Erhitzen für eine weitere Minute nach vollständiger Zugabe des Wasserstoffperoxids aus. Es darf nicht bis zur Trockene erhitzt werden.

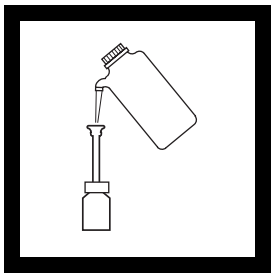
Anmerkung: *Wenn die Probe austrocknet, stellen Sie das Digesdahl Gerät ab und lassen es vollständig abkühlen. Geben sie Wasser in den Kolben, bevor Sie diesen anfassen. Wiederholen Sie den Aufschluss ab Schritt 1 mit einer neuen Probe.*



8. Der heiße Kolben wird von der Heizplatte genommen und zum Abkühlen auf das Kühlkissen gestellt. Die Fraktioniersäule wird vom Kolben abgenommen.

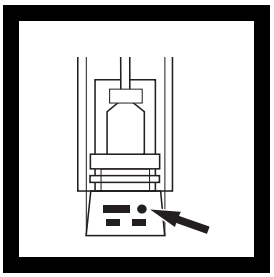
Anmerkung: *Fassen Sie den Kolben nur mit Fingerschützern an. Stellen Sie ihn für* ***mindestens*** *eine Minute auf ein Kühlkissen. Dann nehmen Sie die Säule ab.*

Allgemeiner Digesdahl Aufschluss



9. Der Aufschluss wird auf ca. 70 mL mit entsalztem Wasser verdünnt. Wenn weder Aluminium noch Nikkel oder Eisen analysiert werden, verdünnen Sie bis zur 100 mL Markierung mit entsalztem Wasser. Überspringen Sie Schritt 10 und fahren Sie mit Schritt 11 fort. Bei der Analyse von Aluminium, Nickel oder Eisen fahren Sie mit Schritt 10 fort.

Anmerkung: *Geben Sie entsalztes Wasser zunächst langsam zu. Lassen Sie den Kolben gegebenenfalls noch weiter abkühlen.*



10. Stellen Sie die Temperatur auf 204°C ein. Geben Sie 150 mL Wasser in ein 400 mL Becherglas. Stellen Sie das Becherglas auf die Heizplatte. Stellen Sie den Kolben in das Becherglas und kochen Sie für 15 Minuten. Lassen Sie auf Raumtemperatur abkühlen und verdünnen Sie bis zur 100 mL Markierung mit entsalztem Wasser. Drehen Sie zum Vermischen mehrmals hin und her.



11. Wenn in der Probe Trübung sichtbar ist, filtrieren Sie diese oder warten Sie, bis sich die Trübung gesetzt hat und der obere Teil der Probe klar ist.

Filtrieren Sie wie folgt:

a. Legen Sie ein Filterpapier mit der knittrigen Seite nach oben in den Filter.

b. Stellen Sie den Filter auf einen Filtrierkolben und benetzen Sie das Papier mit entsalztem Wasser, damit es am Filter haftet.

c. Während im Filtrierkolben ein Vakuum erzeugt wird, übertragen Sie die Probe in die Filtrierapparatur.

d. Nehmen Sie das Vakuum langsam von dem Filtrierkolben und überführen Sie die Flüssigkeit in einen anderen Behälter.

Nach Verfahren für Metall oder TKN arbeiten

12. Fahren Sie unter Verwendung eines der folgenden Verfahren mit der Analyse fort.

Verfahren für Metalle

Anmerkung: *Wenn für die Analyse mit kleinen Aliquoten (bis zu 0,5 mL) gearbeitet wird, ist die Einstellung des pH Wertes nicht erforderlich.*

1. Pipettieren Sie das jeweilige Probenvolumen in einen geeigneten Mischzylinder. Das entsprechende Volumen finden Sie in der Proben- und Analysenvolumina Tabelle im Anschluss an die speziellen Aufschlussverfahren für Flüssigkeiten, Böden oder Öle.

Anmerkung: *Bei einigen Methoden ist das Pipettieren in einen Messkolben oder einen Messzylinder erforderlich.*

2. Verdünnen Sie mit entsalztem Wasser auf ca. 20 mL.

3. Geben Sie einen Tropfen 2,4-Dinitrophenol Indikatorlösung zu.

4. Geben Sie tropfenweise 8 N Kaliumhydroxid (KOH) Standardlösung zu, wobei nach jeder Zugabe vermischt wird, bis sich eine erste gelbe Färbung bildet (pH 3). Bei der Analyse von Kalium arbeitet man mit 5 N Natriumhydroxid. Wenn Kalium oder Silber bestimmt werden, darf kein pH-Meter benutzt werden.

5. Geben Sie einen Tropfen 1 N KOH zu. Verschließen Sie den Zylinder und kehren Sie ihn zum Vermischen mehrmals um. Bei der Analyse von Kalium arbeitet man mit 1 N Natriumhydroxid.

Anmerkung: *Überprüfen Sie mit pH-Papier, ob der pH-Wert bei 3 liegt. Ist er höher als 4, darf keine weitere Anpassung mit Säure erfolgen; beginnen Sie mit einem frischen Aliquot von vorne.*

6. Geben Sie in dieser Art und Weise weiter 1 N KOH zu, bis die erste, beständig gelbe Färbung auftritt (pH 3,5 - 4,0).

Anmerkung: *Hohe Eisenkonzentrationen verursachen Ausfällung (braune Trübung), die andere Metalle mitfällt. Wiederholen Sie das Verfahren mit einer kleineren Aliquotmenge.*

7. Füllen Sie bis zu dem Volumen, das in dem kolorimetrischen Verfahren für den Parameter, der analysiert wird, angegeben ist, mit entsalztem Wasser auf. Füllen Sie einen zweiten Mischzylinder mit derselben Menge entsalzten Wassers.

8. Fahren Sie mit der kolorimetrischen Bestimmung des zu analysierenden Parameters fort.

TKN, kolorimetrische Methoden

Informieren Sie sich im Verfahren des Spektrophotometers oder Kolorimeters über die Fertigstellung der TKN Analyse. Bei den im Folgenden beschriebenen Schritte handelt es sich lediglich um einen Leitfaden, wenn kein Verfahren zur Verfügung steht.

1. Pipettieren Sie ein geeignetes Analysenvolumen in einen Mischzylinder.

2. Geben Sie einen Tropfen TKN Indikator zu.

3. Geben Sie tropfenweise 8 N Kaliumhydroxid (KOH) Standardlösung zu, wobei nach jeder Zugabe vermischt wird, bis sich eine erste blassblaue Färbung bildet (pH 3).

4. Geben Sie einen Tropfen 1 N KOH zu. Verschließen Sie den Zylinder und kehren Sie ihn zum Vermischen mehrmals um.

Anmerkung: *Vor einem weißen Hintergrund schauen Sie von oben in den Zylinder. Vergleichen Sie den Zylinder mit einem zweiten Zylinder, der mit derselben Menge entsalzten Wassers gefüllt ist.*

5. Geben Sie in dieser Art und Weise weiter 1 N KOH zu, bis die erste, beständig blaue Färbung auftritt.

6. Füllen Sie bis zu dem Volumen, das in dem kolorimetrischen Verfahren angegeben ist, mit entsalztem Wasser auf.

7. Fahren Sie mit dem kolorimetrischen Verfahren fort.

Obwohl mit der Digesdahl Apparatur der Aufschluss zahlreicher Probenarten möglich ist, ist für bestimmte Probenarten ein spezieller Aufschluss erforderlich. Anhand der folgenden Diagramme kann eine Probe als Flüssigkeit, Öl oder Feststoff eingestuft werden. Dann arbeitet man nach dem Verfahren, das für den jeweiligen Probentyp angegeben ist.

Die Größe der Probe ist je nach Probenart und zu messendem Parameter unterschiedlich. Wenn man die Art der Probe bestimmt hat, entnimmt man den Tabellen, die jedem Aufschlussverfahren folgen, das erforderliche Probenvolumen.

Diagramm 1 Für Flüssigkeiten

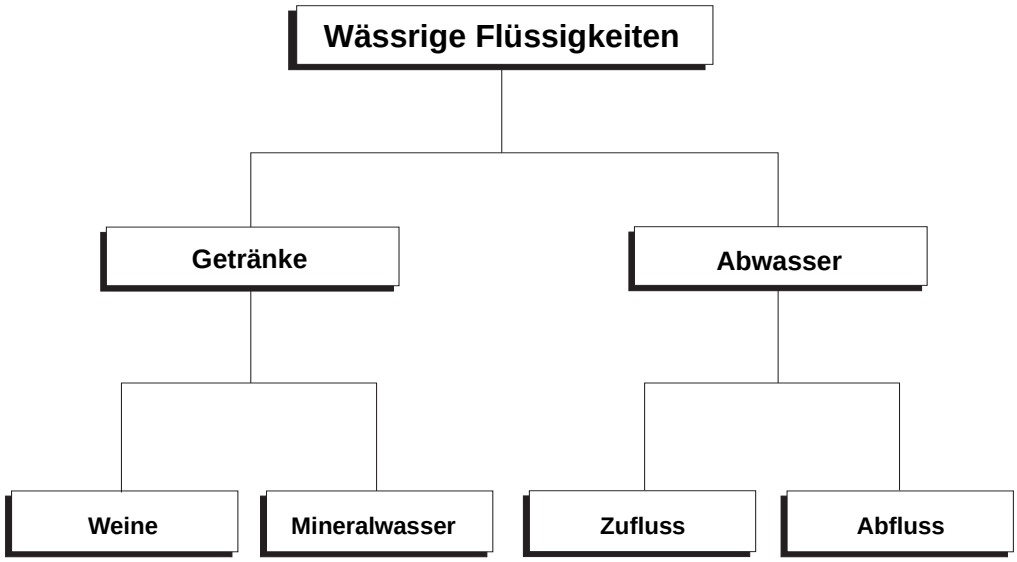


Diagramm 2 Für Öle

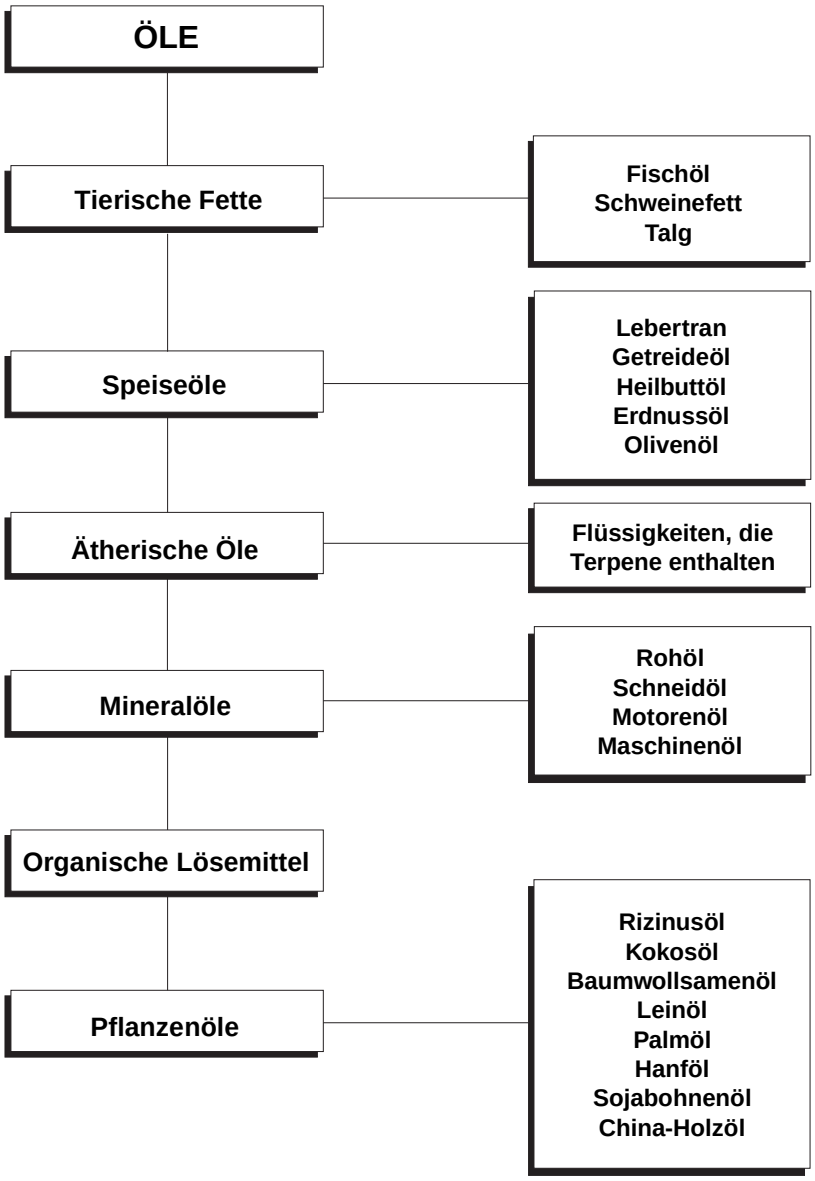
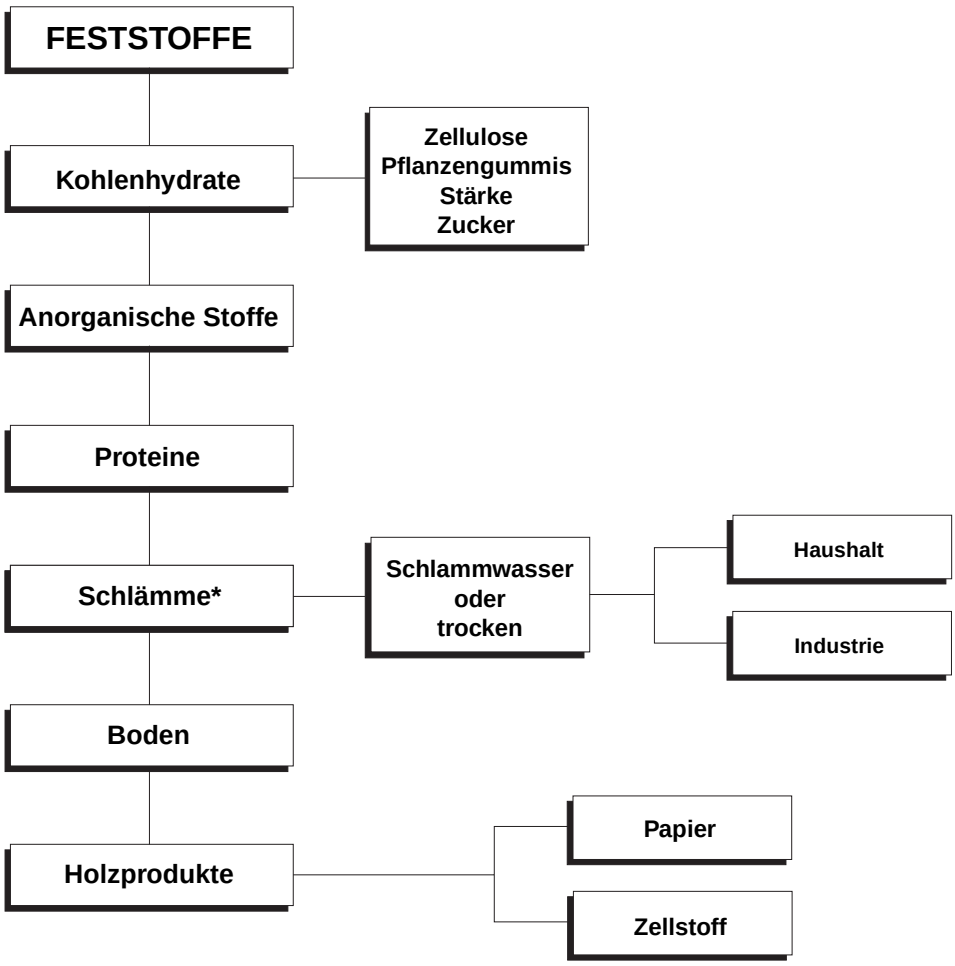


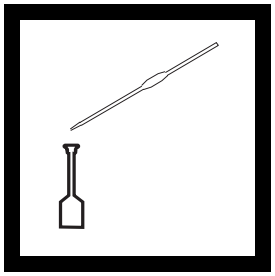
Diagramm 3 Für Feststoffe*



* Bei der Analyse einiger Parameter können hohe Eisengehalte Interferenzen verursachen.

Aufschlussverfahren für Wässrige Flüssigkeiten

GEFAHR
Vor Durchführung dieses Aufschlussverfahrens informieren Sie sich bitte in Abschnitt 3 über wichtige Sicherheitsanforderungen.



1. Eine abgemessene Probenmenge wird in einen 100 mL Digesdahl Aufschlusskolben überführt; siehe Analysenvolumina Tabellen für wässrige Flüssigkeiten im Anschluss an dieses Verfahren. Die überführte Menge sollte nicht mehr als 0,5 g von Wasser abweichendes Material enthalten. Das Maximalvolumen für Wasserproben ist 40 mL. Wenn der Prozentsatz an Feststoffen 1% des Probenvolumens überschreitet, benutzen Sie folgende Formel:

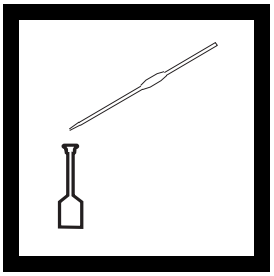
Volumen der Wasserprobe = 40 ÷ %Feststoffe

Anmerkung: *Arbeiten Sie nur mit Aufschlusskolben von Hach. Messkolben mit konkavem Boden sollten nicht benutzt werden.*

Anmerkung: *Wenn 10% des Gesamtvolumens der Probe Feststoffe sind, wäre das Maximalvolumen der Flüssigprobe 4 mL.*

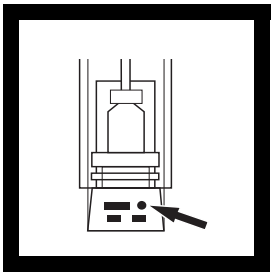
Anmerkung: *Öle und organische Stoffe sollten bei der Feststellung der Probengröße als Feststoffe betrachtet werden.*

Anmerkung: *Wenn die Flüssigkeit zu viskos ist, um gemessen zu werden, wiegen Sie die Probe im Aufschlusskolben vor.*



2. 3 mL konzentrierte Schwefelsäure (spez. Dichte 1,84) und bei Flüssigproben mindestens zwei Siliciumcarbid (Karborund) Siedeperlen werden in den Messkolben gegeben.

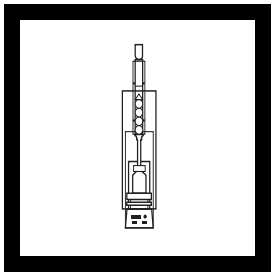
Anmerkung: *Siedeperlen können vorbehandelt werden, indem man sie in 1:1 Salpetersäure quellen lässt und dann gründlich mit deionisiertem Wasser spült. Diese Vorbehandlung ist bei der Messung niedriger Gehalte besonders wichtig. Siliciumcarbid Siedeperlen werden empfohlen.*



3. Stellen Sie die Temperatur auf 440°C ein. Ist die eingestellte Temperatur erreicht, öffnen Sie den Wasserzulauf zur Wasserstrahlpumpe. Es muss ein Saugzug zur Fraktioniersäule entstehen.

Anmerkung: *Warten Sie, bis die richtige Temperatur erreicht ist, bevor Sie die Probe auf die Heizung stellen.*

Anmerkung: *Das Digesdahl Gerät darf nur hinter einem Schutzschild oder in einem geschlossenen Dampfabzug betrieben werden. Das Tragen einer Schutzbrille ist Vorschrift.*



4. Bringen Sie das Kolbengewicht und anschließend die Fraktioniersäule mit Trichter am Kolben an. Stellen Sie den Kolben auf die Heizplatte und erhitzen Sie, bis der Siedepunkt von Schwefelsäure erreicht ist (rückfließende Schwefelsäure wird sichtbar).

Anmerkung: *Normalerweise sind weiße Säuredämpfe zu sehen, aber ihr Vorhandensein alleine ist noch kein Anzeichen dafür, dass der Siedepunkt von Schwefelsäure erreicht wurde.*

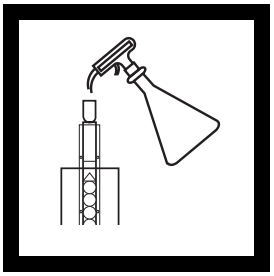
Anmerkung: *Bei wässrigen Proben muss das gesamte Wasser verdunsten, bevor Dämpfe sichtbar werden.*

Anmerkung: *Wenn Proben bis in den Hals des Kolbens schäumen, verringern Sie die Temperatur auf 335°C. Erhitzen Sie bei dieser Temperatur weiter, bis sämtliches Wasser verdunstet ist. Dann stellen Sie die ursprüngliche Aufschlusstemperatur wieder ein.*

Anmerkung: *Wenn das Schäumen oder Rumpeln durch Verringerung der Temperatur oder der Menge nicht zu stoppen ist, können Flüssigproben, die den Kapillartrichter nicht verstopfen, in 10 mL Schritten durch den Kapillartrichter in den Kolben gegeben werden. Wenn das Schäumen weiterhin auftritt, verringern Sie die zugegebene Menge.*



5. Es wird für weitere 4 Minuten gekocht. **Die Probe darf nicht zur Trokkene kochen.** Wenn nach dem 4-minütigen Erhitzen keine Schwefelsäure mehr vorhanden ist, **fahren Sie nicht mit Schritt 6 fort.** Wenn die Probe austrocknet, muss sie vernichtet werden. Beginnen Sie von neuem und nehmen Sie eine größere Menge konzentrierter Schwefelsäure für den Aufschluss in Schritt 2 oder arbeiten Sie mit einer kleineren Probenmenge.



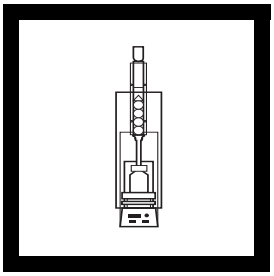
6. Fahren Sie an dieser Stelle nicht fort, wenn keine Schwefelsäure im Kolben sichtbar ist. Geben Sie 15 mL 30%iges Wasserstoffperoxid durch den Trichter auf der Fraktioniersäule zu der verschwelten Probe.

Anmerkung: *Vor Zugabe des Wasserstoffperoxids muss das Vorhandensein von Schwefelsäure im Kolben visuell überprüft werden.*

Anmerkung: *Wenn der Aufschluss nicht farblos wird, geben Sie in 5 mL Schritten Wasserstoffperoxid zu, bis der Aufschluss klar wird.*

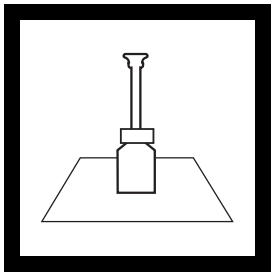
Anmerkung: *Schäumt die Probe während der Peroxidzugabe nimmt man den Digesdahl Aufschlusskolben und die Fraktioniersäule ab (Fingerschutz benutzen). Beginnend mit Schritt 1 wiederholt man den Aufschluss, gibt aber nur 3 mL Wasserstoffperoxid zu. Anschließend gibt man dann 12 mL Wasserstoffperoxid zu.*

Anmerkung: *Die Probe darf nicht bis zur Trockene kochen.*



7. Kochen Sie überschüssiges Wasserstoffperoxid durch Erhitzen für eine weitere Minute nach vollständiger Zugabe des Wasserstoffperoxids aus. Es darf nicht bis zur Trockene erhitzt werden.

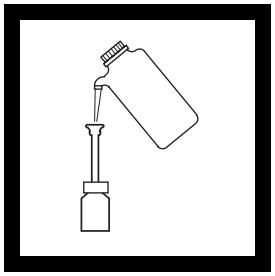
Anmerkung: *Wenn die Probe austrocknet, stellen Sie das Digesdahl Gerät ab und lassen es vollständig abkühlen. Geben sie Wasser in den Kolben, bevor Sie diesen anfassen. Wiederholen Sie den Aufschluss ab Schritt 1 mit einer neuen Probe.*



8. Der heiße Kolben wird von der Heizplatte genommen und zum Abkühlen auf das Kühlkissen gestellt. Die Fraktioniersäule wird vom Kolben abgenommen.

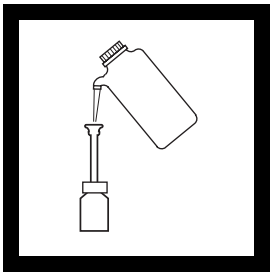
Anmerkung: *Fassen Sie den Kolben nur mit Fingerschützern an. Stellen Sie ihn für* ***mindestens*** *eine Minute auf ein Kühlkissen. Dann nehmen Sie die Säule ab. Geben Sie kein Wasser in den Kolben, bevor dieser abgekühlt ist.*

Aufschlussverfahren für Wässrige Flüssigkeiten

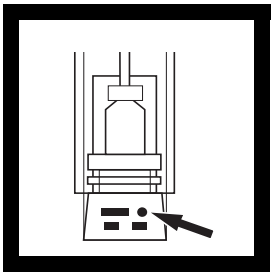


9. Der Aufschluss wird auf ca. 70 mL mit entsalztem Wasser verdünnt.

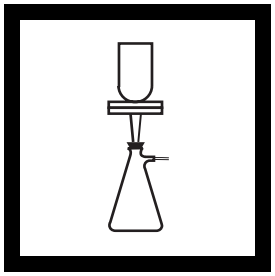
Anmerkung: *Geben Sie entsalztes Wasser zunächst langsam zu. Lassen Sie den Kolben gegebenenfalls noch weiter abkühlen.*



10. Bei der Analyse von Aluminium, Nickel oder Eisen fahren Sie mit Schritt 11 fort. Bei der Analyse anderer Substanzen, verdünnen Sie bis zur 100 mL Markierung mit entsalztem Wasser. Überspringen Sie Schritt 11 und fahren Sie mit Schritt 12 fort.



11. Stellen Sie die Temperatur auf 204°C ein. Geben Sie 150 mL Wasser in ein 400 mL Becherglas. Stellen Sie das Becherglas auf die Heizplatte. Stellen Sie den Kolben in das Becherglas und kochen Sie für 15 Minuten. Lassen Sie auf Raumtemperatur abkühlen und verdünnen Sie bis zur 100 mL Markierung mit entsalztem Wasser. Drehen Sie zum Vermischen mehrmals hin und her.



12. Wenn in der Probe Trübung sichtbar ist, filtrieren Sie diese oder warten Sie, bis sich die Trübung gesetzt hat und der obere Teil der Probe klar ist. Fahren Sie unter Verwendung eines der folgenden Verfahren mit der Analyse fort

Filtrieren Sie wie folgt:

a. Legen Sie ein Filterpapier mit der knittrigen Seite nach oben in den Filter.

b. Stellen Sie den Filter auf einen Filtrierkolben und benetzen Sie das Papier mit entsalztem Wasser, damit es am Filter haftet.

c. Während im Filtrierkolben ein Vakuum erzeugt wird, übertragen Sie die Probe in die Filtrierapparatur.

d. Nehmen Sie das Vakuum langsam von dem Filtrierkolben und überführen Sie die Flüssigkeit in einen anderen Behälter.

Methode für Metall

Anmerkung: *Wenn für die Analyse mit kleinen Aliquoten (bis zu 0,5 mL) gearbeitet wird, ist die Einstellung des pH Wertes nicht erforderlich.*

1. Pipettieren Sie das jeweilige Probenvolumen in einen geeigneten Mischzylinder. Das entsprechende Volumen finden Sie in den Tabellen der Proben- und Analysenvolumina für wässrige Flüssigkeiten.

Anmerkung: *Bei einigen Methoden ist das Pipettieren in einen Messkolben oder einen Messzylinder erforderlich.*

2. Verdünnen Sie mit entsalztem Wasser auf ca. 20 mL.

3. Geben Sie einen Tropfen 2,4-Dinitrophenol Indikatorlösung zu.

4. Geben Sie tropfenweise 8 N Kaliumhydroxid (KOH) Standardlösung zu, wobei nach jeder Zugabe vermischt wird, bis sich eine erste gelbe Färbung bildet (pH 3). Bei der Analyse von Kalium arbeitet man mit 5 N Natriumhydroxid. Wenn Kalium oder Silber bestimmt werden, darf kein pH-Meter benutzt werden.

5. Geben Sie einen Tropfen 1 N KOH zu. Verschließen Sie den Zylinder und kehren Sie ihn zum Vermischen mehrmals um. Bei der Analyse von Kalium arbeitet man mit 1 N Natriumhydroxid.

Anmerkung: *Überprüfen Sie mit pH-Papier, ob der PH-Wert bei 3 liegt. Ist er höher als 4, darf keine weitere Anpassung mit Säure erfolgen; beginnen Sie mit einem frischen Aliquot von vorne.*

6. Geben Sie in dieser Art und Weise weiter 1 N KOH zu, bis die erste, beständig gelbe Färbung auftritt (pH 3,5 - 4,0).

Anmerkung: *Hohe Eisenkonzentrationen verursachen Ausfällung (braune Trübung), die andere Metalle mitfällt. Wiederholen Sie das Verfahren mit einer kleineren Aliquotmenge.*

7. Füllen Sie bis zu dem Volumen, das in dem kolorimetrischen Verfahren für den Parameter, der analysiert wird, angegeben ist, mit entsalztem Wasser auf. Füllen Sie einen zweiten Mischzylinder mit derselben Menge entsalzten Wassers.

8. Fahren Sie mit der kolorimetrischen Bestimmung des zu analysierenden Parameters fort.

TKN, kolorimetrische Methoden

Informieren Sie sich im Verfahren des Spektrophotometers oder Kolorimeters über die Fertigstellung der TKN Analyse. Bei den im Folgenden beschriebenen Schritte handelt es sich lediglich um einen Leitfaden, wenn kein Verfahren zur Verfügung steht.

1. Pipettieren Sie ein geeignetes Analysenvolumen in einen Mischzylinder.
2. Geben Sie einen Tropfen TKN Indikator zu.
3. Geben Sie tropfenweise 8 N Kaliumhydroxid (KOH) Standardlösung zu, wobei nach jeder Zugabe vermischt wird, bis sich eine erste blassblaue Färbung bildet (pH 3).
4. Geben Sie einen Tropfen 1 N KOH zu. Verschließen Sie den Zylinder und kehren Sie ihn zum Vermischen mehrmals um.

Anmerkung: *Vor einem weißen Hintergrund schauen Sie von oben in den Zylinder. Vergleichen Sie den Zylinder mit einem zweiten Zylinder, der mit derselben Menge entsalzten Wassers gefüllt ist.*

5. Geben Sie in dieser Art und Weise weiter 1 N KOH zu, bis die erste, beständig blaue Färbung auftritt.
6. Füllen Sie bis zu dem Volumen, das in dem kolorimetrischen Verfahren angegeben ist, mit entsalztem Wasser auf.
7. Fahren Sie mit dem kolorimetrischen Verfahren fort.

Tabellen der Proben- und Analysenvolumina für wässrige Flüssigkeiten

Aluminium, Aluminon (Methode 8012)

Erwartete Al Konz. (mg/L)	Probenmenge (mL)	Analysen-volumen (mL)	Verdünnen auf
0,1-5	40,0	20,0	50,0 mL
0,5-20	20,0	10,0	50,0 mL
2,0-80	10,0	5,00	50,0 mL
20-800	5,00	1,00	50,0 mL
200-8000	1,00	0,50	50,0 mL

$$\frac{A \times 5000}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Al}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Aluminium, ECR (Methode 8326)

Erwartete Al Konz. (mg/L)	Probenmenge (mL)	Analysen-volumen (mL)	Verdünnen auf
0,05-1,4	40,0	20,0	50,0 mL
0,2-5,5	20,0	10,0	50,0 mL
0,8-22	10,0	5,00	50,0 mL
8,0-220	5,00	1,00	50,0 mL
80-2200	1,00	0,50	50,0 mL

$$\frac{A \times 5000}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Al}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Blei, Dithizon (Methode 8033)

Erwartete Pb Konz. (µg/L)	Probenmenge (mL)	Analysen-volumen (mL)	Verdünnen auf
0,1-5,0	40,0	20,0	250 mL
0,4-20	20,0	10,0	250 mL
1,5-80	10,0	5,00	250 mL
15-800	5,00	1,00	250 mL
150-8000	1,00	0,50	250 mL

$$\frac{A \times 25}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Pb}$$

A = µg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Cadmium, Dithizon (Methode 8017)

Erwartete Cd Konz. (µg/L)	Probenmenge (mL)	Analysen-volumen (mL)	Verdünnen auf
0,05-2,5	40,0	20,0	250 mL
0,2-10	20,0	10,0	250 mL
1-40	10,0	5,00	250 mL
10-400	5,00	1,00	250 mL
100-4000	1,00	0,50	250 mL

$$\frac{A \times 25}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Cd}$$

A = µg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Chrom, Gesamt (Methode 8024)

Erwartete Cr Konz. (mg/L)	Probenmenge (mL)	Analysen-volumen (mL)	Verdünnen auf
0,05-1,9	40,0	20,0	25,0 mL
0,20-7,5	20,0	10,0	25,0 mL
0,75-30	10,0	5,00	25,0 mL
7,5-300	5,00	1,00	25,0 mL
75-3000	1,00	0,50	25,0 mL

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Cr}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Eisen, 1,10 Phenantrolin (Methode 8008)

Erwartete Fe Konz. (mg/L)	Probenmenge (mL)	Analysen-volumen (mL)	Verdünnen auf
0,15-8	40,0	20,0	25,0 mL
0,6-35	20,0	10,0	25,0 mL
2,5-125	10,0	5,00	25,0 mL
25-1250	5,00	1,00	25,0 mL
250-12500	1,00	0,50	25,0 mL

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Fe}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Eisen, FerroZine (Methode 8147)

Erwartete Fe Konz. (mg/L)	Probenmenge (mL)	Analysen-volumen (mL)	Verdünnen auf
0,07-4	40,0	20,0	25,0 mL
0,3-15	20,0	10,0	25,0 mL
1,1-65	10,0	5,00	25,0 mL
11-650	5,00	1,00	25,0 mL
110-6500	1,00	0,50	25,0 mL

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Fe}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Kalium (Methode 8049)

Erwartete K Konz. (mg/L)	Probenmenge (mL)	Analysen-volumen (mL)	Verdünnen auf
4-20	40,0	20,0	25,0 mL
15-80	20,0	10,0	25,0 mL
60-300	10,0	5,00	25,0 mL
200-1000	5,0	3,00	25,0 mL
600-3000	5,00	1,00	25,0 mL
2000-10000	3,0	0,50	25,0 mL
6000-30000	1,00	0,50	25,0 mL

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt K}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Kobalt (Methode 8078)

Erwartete Co Konz. (mg/L)	Probenmenge (mL)	Analysen-volumen (mL)	Verdünnen auf
0,1-6,0	40,0	20,0	25,0 mL
0,5-25	20,0	10,0	25,0 mL
2,0-100	10,0	5,00	25,0 mL
20-1000	5,00	1,00	25,0 mL
200-10000	1,00	0,50	25,0 mL

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Co}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Kupfer, Bicinchoninat (Methode 8026)

Erwartete Cu Konz. (mg/L)	Probenmenge (mL)	Analysen-volumen (mL)	Verdünnen auf
0,25-15	40,0	20,0	25,0 mL
1-60	20,0	10,0	25,0 mL
4-240	10,0	5,00	25,0 mL
40-2400	5,00	1,00	25,0 mL
400-24000	1,00	0,50	25,0 mL

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Cu}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Mangan, PAN (Methode 8149)

Erwartete Mn Konz. (mg/L)	Probenmenge (mL)	Analysen-volumen (mL)	Verdünnen auf
0,05-2,2	40,0	20,0	25,0 mL
0,2-8,8	20,0	10,0	25,0 mL
0,8-35	10,0	5,00	25,0 mL
8-350	5,00	1,00	25,0 mL
80-3500	1,00	0,50	25,0 mL

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Mn}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Nickel, PAN (Methode 8150)

Erwartete Ni Konz. (mg/L)	Probenmenge (mL)	Analysen-volumen (mL)	Verdünnen auf
0,05-3	40,0	20,0	25,0 mL
0,2-12	20,0	10,0	25,0 mL
0,8-47	10,0	5,00	25,0 mL
8-470	5,00	1,00	25,0 mL
80-4700	1,00	0,50	25,0 mL

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Ni}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Phosphor, Ascorbinsäure (Methode 8048)

Erwartete PO_4 Konz. (mg/L)	Probenmenge (mL)	Analysen-volumen (mL)	Verdünnen auf
0,12-6	40,0	20,0	25,0 mL
0,5-23	20,0	10,0	25,0 mL
2-90	10,0	5,00	25,0 mL
20-900	5,00	1,00	25,0 mL
200-9000	1,00	0,50	25,0 mL

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt } PO_4$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Silber (Methode 8120)

Erwartete Ag Konz. (mg/L)	Probenmenge (mL)	Analysen-volumen (mL)	Verdünnen auf
0,08-3,8	40,0	20,0	50,0 mL
0,3-15	20,0	10,0	50,0 mL
1,0-60	10,0	5,00	50,0 mL
12-600	5,00	1,00	50,0 mL
120-6000	1,00	0,50	50,0 mL

$$\frac{A \times 5000}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Ag}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Stickstoff, TKN (Methode 8075)

Erwartete N Konz. (mg/L)	Probenmenge (mL)	Analysen-volumen (mL)	Verdünnen auf
0,5-28	40,0	10,0*	25,0 mL*
2-113	20,0	5,00*	25,0 mL*
11-560	10,0	2,00*	25,0 mL*
45-2500	5,00	1,00*	25,0 mL*
425-22500	1,00	0,50*	25,0 mL*

* Bei diesen Angaben handelt es sich nur um Richtwerte.
Siehe Verfahrensanleitung des Spektrophotometers.

$$\frac{A \times 75}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt TKN}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Zink (Methode 8009)

Erwartete Zn Konz. (mg/L)	Probenmenge (mL)	Analysen-volumen (mL)	Verdünnen auf
0,2-12,5	40,0	20,0	50,0 mL
0,8-50	20,0	10,0	50,0 mL
3,0-200	10,0	5,00	50,0 mL
30-2000	5,00	1,00	50,0 mL
300-20000	1,00	0,50	50,0 mL

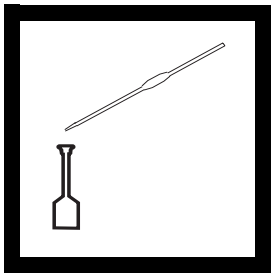
$$\frac{A \times 5000}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Zn}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Aufschlussverfahren für Öle

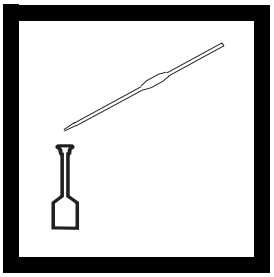
GEFAHR

Vor Durchführung dieses Aufschlussverfahrens informieren Sie sich bitte in Abschnitt 3 über wichtige Sicherheitsanforderungen.



1. Eine Probenmenge von 0,25 g oder weniger wird in einen 100 mL Digesdahl Aufschlusskolben überführt; siehe Analysenvolumina Tabellen für Öle im Anschluss an dieses Verfahren.

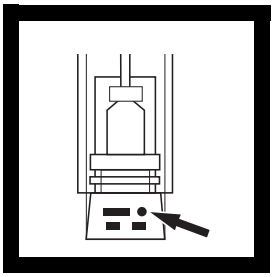
Anmerkung: *Achten Sie darauf, dass die Probe homogen ist.*



2. 4 mL konzentrierte Schwefelsäure (spez. Dichte 1,84) werden in den Messkolben gegeben.

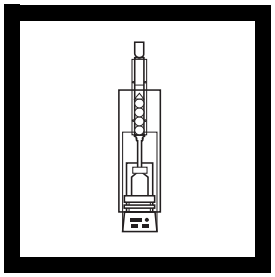
Anmerkung: *Arbeiten Sie nur mit Aufschlusskolben von Hach. Messkolben mit konkavem Boden sollten nicht benutzt werden.*

Anmerkung: *Das Digesdahl Gerät darf nur hinter einem Schutzschild betrieben werden. Das Tragen einer Schutzbrille ist Vorschrift.*



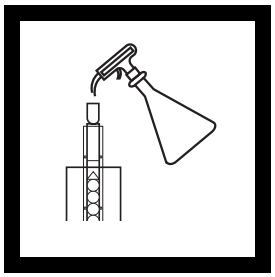
3. Stellen Sie die Temperatur auf 440°C ein. Ist die eingestellte Temperatur erreicht, öffnen Sie den Wasserzulauf zur Wasserstrahlpumpe. Es muss ein Saugzug zur Fraktioniersäule entstehen.

Anmerkung: *Warten Sie, bis die richtige Temperatur erreicht ist, bevor Sie die Probe auf die Heizung stellen.*



4. Bringen Sie das Kolbengewicht und anschließend die Fraktioniersäule mit Trichter am Kolben an. Stellen Sie den Kolben auf die Heizplatte und kochen Sie für 4 Minuten. Die Probe darf nicht zur Trockene kochen. **Wenn nach dem Erhitzen keine Schwefelsäure mehr vorhanden ist, fahren Sie nicht mit Schritt 5 fort!** Wenn die Probe austrocknet, muss sie vernichtet werden. Beginnen Sie von neuem und nehmen Sie eine größere Menge konzentrierter Schwefelsäure für den Aufschluss in Schritt 2 oder wählen Sie aus Proben- und Analysenvolumina Tabellen für Öle im Anschluss an diese Schritte eine kleinere Probenmenge.

Anmerkung: *Wenn Proben bis in den Hals des Kolbens schäumen, verringern Sie die Temperatur auf 335°C. Erhitzen Sie bei dieser Temperatur weiter, bis sämtliches Wasser verdunstet ist. Dann stellen Sie die ursprüngliche Aufschlusstemperatur wieder ein.*

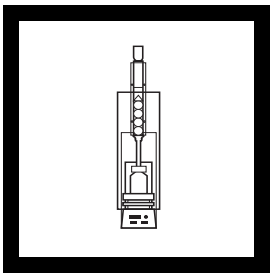


5. Fahren Sie an dieser Stelle nicht fort, wenn keine Schwefelsäure im Kolben sichtbar ist. Geben Sie 15 mL 30%iges Wasserstoffperoxid durch den Trichter auf der Fraktioniersäule zu der verschwelten Probe.

Anmerkung: *Vor Zugabe des Wasserstoffperoxids muss das Vorhandensein von Schwefelsäure im Kolben visuell überprüft werden.*

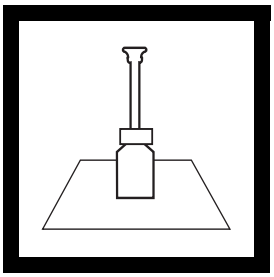
Anmerkung: *Wenn der Aufschluss nicht farblos wird, geben Sie in 5 mL Schritten Wasserstoffperoxid zu, bis der Aufschluss klar wird.*

Anmerkung: *Schäumt die Probe während der Peroxidzugabe nimmt man den Digesdahl Aufschlusskolben und die Fraktioniersäule ab (Fingerschutz benutzen). Beginnend mit Schritt 1 wiederholt man den Aufschluss, gibt aber nur 3 mL Wasserstoffperoxid zu. Anschließend gibt man dann 12 mL Wasserstoffperoxid zu.*



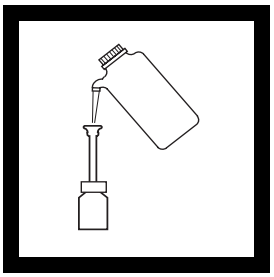
6. Kochen Sie überschüssiges Wasserstoffperoxid durch Erhitzen für eine weitere Minute nach vollständiger Zugabe des Wasserstoffperoxids aus. Es darf nicht bis zur Trockene erhitzt werden.

Anmerkung: *Wenn die Probe austrocknet, stellen Sie das Digesdahl Gerät ab und lassen es vollständig abkühlen. Geben sie Wasser in den Kolben, bevor Sie diesen anfassen. Wiederholen Sie den Aufschluss ab Schritt 1 mit einer neuen Probe.*



7. Der heiße Kolben wird von der Heizplatte genommen und zum Abkühlen auf das Kühlkissen gestellt. Die Fraktioniersäule wird vom Kolben abgenommen.

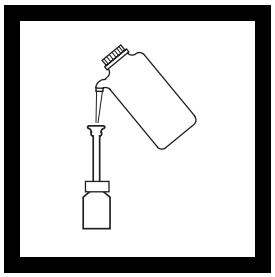
Anmerkung: *Fassen Sie den Kolben nur mit Fingerschützern an. Stellen Sie ihn für mindestens eine Minute auf ein Kühlkissen. Dann nehmen Sie die Säule ab. Geben Sie kein Wasser in den Kolben, bevor dieser abgekühlt ist.*



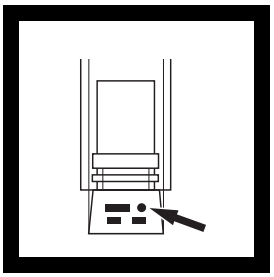
8. Der Aufschluss wird auf ca. 70 mL mit entsalztem Wasser verdünnt.

Anmerkung: *Geben Sie entsalztes Wasser zunächst langsam zu. Lassen Sie den Kolben gegebenenfalls noch weiter abkühlen.*

Aufschlussverfahren für Öle

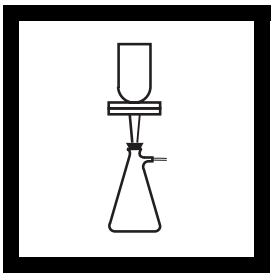


9. Bei der Analyse von Aluminium, Nickel oder Eisen fahren Sie mit Schritt 10 fort. Bei der Analyse anderer Substanzen, verdünnen Sie bis zur 100 mL Markierung mit entsalztem Wasser. Überspringen Sie Schritt 10 und fahren Sie mit Schritt 11 fort.



10. Stellen Sie die Temperatur auf 204°C ein. Geben Sie 150 mL Wasser in ein 400 mL Becherglas. Stellen Sie das Becherglas auf die Heizplatte. Stellen Sie den Kolben in das Becherglas und kochen Sie für 15 Minuten. Lassen Sie auf Raumtemperatur abkühlen und verdünnen Sie bis zur 100 mL Markierung mit entsalztem Wasser. Drehen Sie zum Vermischen mehrmals hin und her.

Anmerkung: *Wenn Sie mit einem Digesdahl Aufschluss-System ohne Temperatursteuerungsrad arbeiten, stellen Sie auf eine niedrigere Einstellung zurück, so dass das Wasser nur leicht kocht.*



11. Wenn in der Probe Trübung sichtbar ist, filtrieren Sie diese oder warten Sie, bis sich die Trübung gesetzt hat und der obere Teil der Probe klar ist.

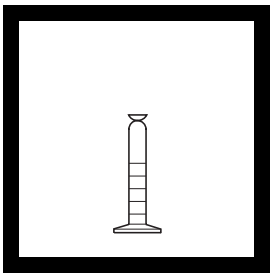
Filtrieren Sie wie folgt:

a. Legen Sie ein Filterpapier mit der knittrigen Seite nach oben in den Filter.

b. Stellen Sie den Filter auf einen Filtrierkolben und benetzen Sie das Papier mit entsalztem Wasser, damit es am Filter haftet.

c. Während im Filtrierkolben ein Vakuum erzeugt wird, übertragen Sie die Probe in die Filtrierapparatur.

d. Nehmen Sie das Vakuum langsam von dem Filtrierkolben und überführen Sie die Flüssigkeit in einen anderen Behälter.



12. Fahren Sie unter Verwendung eines der folgenden Verfahren mit der Analyse fort.

Methode für Metall

Anmerkung: *Wenn für die Analyse mit kleinen Aliquoten (bis zu 0,5 mL) gearbeitet wird, ist die Einstellung des pH Wertes nicht erforderlich.*

1. Pipettieren Sie das jeweilige Probenvolumen in einen geeigneten Mischzylinder. Das entsprechende Volumen finden Sie in den Tabellen der Proben- und Analysenvolumina für Öle.

Anmerkung: *Bei einigen Methoden ist das Pipettieren in einen Messkolben oder einen Messzylinder erforderlich.*

2. Verdünnen Sie mit entsalztem Wasser auf ca. 20 mL.

3. Geben Sie einen Tropfen 2,4-Dinitrophenol Indikatorlösung zu.

4. Geben Sie tropfenweise 8 N Kaliumhydroxid (KOH) Standardlösung zu, wobei nach jeder Zugabe vermischt wird, bis sich eine erste gelbe Färbung bildet (pH 3). Bei der Analyse von Kalium arbeitet man mit 5 N Natriumhydroxid. Wenn Kalium oder Silber bestimmt werden, darf kein pH-Meter benutzt werden.

5. Geben Sie einen Tropfen 1 N KOH zu. Verschließen Sie den Zylinder und kehren Sie ihn zum Vermischen mehrmals um. Bei der Analyse von Kalium arbeitet man mit 1 N Natriumhydroxid.

Anmerkung: *Überprüfen Sie mit pH-Papier, ob der pH-Wert bei 3 liegt. Ist er höher als 4, darf keine weitere Anpassung mit Säure erfolgen; beginnen Sie mit einem frischen Aliquot von vorne.*

6. Geben Sie in dieser Art und Weise weiter 1 N KOH zu, bis die erste, beständig gelbe Färbung auftritt (pH 3,5 - 4,0).

Anmerkung: *Hohe Eisenkonzentrationen verursachen Ausfällung (braune Trübung), die andere Metalle mitfällt. Wiederholen Sie das Verfahren mit einer kleineren Aliquotmenge.*

7. Füllen Sie bis zu dem Volumen, das in dem kolorimetrischen Verfahren für den Parameter, der analysiert wird, angegeben ist, mit entsalztem Wasser auf. Füllen Sie einen zweiten Mischzylinder mit derselben Menge entsalzten Wassers.

8. Fahren Sie mit der kolorimetrischen Bestimmung des zu analysierenden Parameters fort.

TKN, kolorimetrische Methoden

Informieren Sie sich im Verfahren des Spektrophotometers oder Kolorimeters über die Fertigstellung der TKN Analyse. Bei den im Folgenden beschriebenen Schritte handelt es sich lediglich um einen Leitfaden, wenn kein Verfahren zur Verfügung steht.

1. Pipettieren Sie ein geeignetes Analysenvolumen in einen Mischzylinder.
2. Geben Sie einen Tropfen TKN Indikator zu.
3. Geben Sie tropfenweise 8 N Kaliumhydroxid (KOH) Standardlösung zu, wobei nach jeder Zugabe vermischt wird, bis sich eine erste blassblaue Färbung bildet (pH 3).
4. Geben Sie einen Tropfen 1 N KOH zu. Verschließen Sie den Zylinder und kehren Sie ihn zum Vermischen mehrmals um.

Anmerkung: *Vor einem weißen Hintergrund schauen Sie von oben in den Zylinder. Vergleichen Sie den Zylinder mit einem zweiten Zylinder, der mit derselben Menge entsalzten Wassers gefüllt ist.*

5. Geben Sie in dieser Art und Weise weiter 1 N KOH zu, bis die erste, beständig blaue Färbung auftritt.
6. Füllen Sie bis zu dem Volumen, das in dem kolorimetrischen Verfahren angegeben ist, mit entsalztem Wasser auf.
7. Fahren Sie mit dem kolorimetrischen Verfahren fort.

Tabellen der Proben- und Analysenvolumina für Öle

Aluminium, Aluminon (Methode 8012)

Erwartete Al Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
15-800	0,250	20,0
40-2000	0,200	10,0
100-5300	0,150	5,00
1000-40000	0,100	1,00

$$\frac{A \times 5000}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Al}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Aluminium, ECR (Methode 8326)

Erwartete Al Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
7-220	0,250	20,0
20-550	0,200	10,0
50-1400	0,150	5,00
400-11000	0,100	1,00

$$\frac{A \times 5000}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Al}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Blei, Dithizon (Methode 8033)

Erwartete Pb Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
15-800	0,250	20,0
38-2000	0,200	10,0
100-5300	0,150	5,00
750-40000	0,100	1,00

$$\frac{A \times 25}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Pb}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Cadmium, Dithizon (Methode 8017)

Erwartete Ca Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
10-400	0,250	20,0
25-1000	0,200	10,0
65-2600	0,150	5,00
480-20000	0,100	1,00

$$\frac{A \times 25}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Cd}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Chrom, Gesamt (Methode 8024)

Erwartete Cr Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
8-300	0,250	20,0
20-750	0,200	10,0
50-2000	0,150	5,00
350-15000	0,100	1,00

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Cr}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Eisen, 1,10 Phenantrolin (Methode 8008)

Erwartete Fe Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
25-1400	0,250	20,0
60-3500	0,200	10,0
160-9300	0,150	5,00
1200-70000	0,100	1,00

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Fe}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Eisen, FerroZine (Methode 8147)

Erwartete Fe Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
11-650	0,250	20,0
30-1600	0,200	10,0
75-4300	0,150	5,00
560-32000	0,100	1,00

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Fe}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Kalium (Methode 8049)

Erwartete K Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
600-3400	0,250	20,0
1500-8500	0,200	10,0
4100-22000	0,150	5,00
15500-85000	0,100	2,00
31000-170000	0,100	1,00

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt K}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Kobalt (Methode 8078)

Erwartete Ko Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
15-950	0,250	20,0
45-2400	0,200	10,0
120-6200	0,150	5,00
880-46000	0,100	1,00

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Co}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Kupfer, Bicinchoninat (Methode 8026)

Erwartete Cu Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
40-2300	0,250	20,0
100-6000	0,200	10,0
320-15000	0,150	5,00
2000-110000	0,100	1,00

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Cu}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Mangan, PAN (Methode 8149)

Erwartete Mn Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
7-350	0,250	20,0
20-870	0,200	10,0
50-2300	0,150	5,00
400-17000	0,100	1,00

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Mn}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Nickel, PAN (Methode 8150)

Erwartete Ni Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
7-470	0,250	20,0
20-1200	0,200	10,0
50-3100	0,150	5,00
350-23000	0,100	1,00

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Ni}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Phosphor, Ascorbinsäure (Methode 8048)

Erwartete PO_4 Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
20-900	0,250	20,0
50-2300	0,200	10,0
130-6200	0,150	5,00
1000-45000	0,100	1,00

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt } PO_4$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Silber (Methode 8120)

Erwartete Ag Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
12-600	0,250	20,0
30-1500	0,200	10,0
80-4000	0,150	5,00
620-30000	0,100	1,00

$$\frac{A \times 5000}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Ag}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Stickstoff, TKN (Methode 8075)

Erwartete Ni Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
85-4500	0,25	10,0*
210-11000	0,20	5,00*
2100-110000	0,10	1,00*

* Bei diesen Angaben handelt es sich nur um Richtwerte.
Siehe Verfahrensanleitung des Spektrophotometers.

$$\frac{A \times 75}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt TKN}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Zink (Methode 8009)

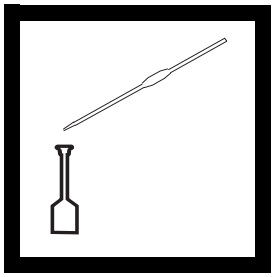
Erwartete Zn Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
30-2000	0,250	20,0
80-5000	0,200	10,0
200-13000	0,150	5,00
1600-100000	0,100	1,00

$$\frac{A \times 5000}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Zn}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

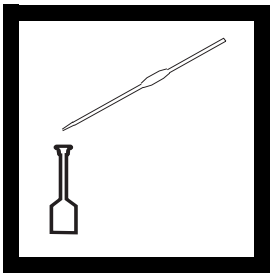
Aufschlussverfahren für Feststoffe

GEFAHR
Vor Durchführung dieses Aufschlussverfahrens informieren Sie sich bitte in Abschnitt 3 über wichtige Sicherheitsanforderungen.



1. Eine Probenmenge von 0,50 g oder weniger wird in einen 100 mL Digesdahl Aufschlusskolben überführt; siehe Analysenvolumina Tabellen für Feststoffe im Anschluss an dieses Verfahren.

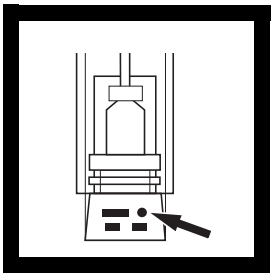
Anmerkung: *Achten Sie darauf, dass die Probe homogen ist. Feste Proben werden fein gemahlen oder gehackt und gut vermischt.*



2. 4 mL konzentrierte Schwefelsäure (spez. Dichte 1,84) werden in den Messkolben gegeben.

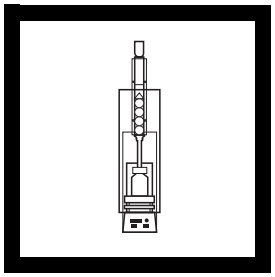
Anmerkung: *Arbeiten Sie nur mit Aufschlusskolben von Hach. Messkolben mit konkavem Boden sollten nicht benutzt werden.*

Anmerkung: *Das Digesdahl Gerät darf nur hinter einem Schutzschild betrieben werden. Das Tragen einer Schutzbrille ist Vorschrift.*



3. Stellen Sie die Temperatur auf 440°C ein. Ist die eingestellte Temperatur erreicht, öffnen Sie den Wasserzulauf zur Wasserstrahlpumpe. Es muss ein Saugzug zur Fraktioniersäule entstehen.

Anmerkung: *Warten Sie, bis die richtige Temperatur erreicht ist, bevor Sie die Probe auf die Heizung stellen.*

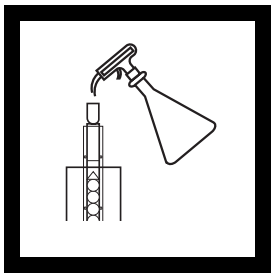


4. Bringen Sie das Kolbengewicht und anschließend die Fraktioniersäule mit Trichter am Kolben an. Stellen Sie den Kolben auf die Heizplatte und kochen Sie für 4 Minuten. Die Probe darf nicht zur Trockene kochen. **Wenn nach dem Erhitzen keine Schwefelsäure mehr vorhanden ist, fahren Sie nicht mit Schritt 5 fort!** Wenn die Probe austrocknet, muss sie vernichtet werden. Beginnen Sie von neuem und nehmen Sie eine größere Menge konzentrierter Schwefelsäure für den Aufschluss in Schritt 2 oder wählen Sie aus Proben- und Analysenvolumina Tabellen für Feststoffe im Anschluss an diese Schritte eine kleinere Probenmenge.

Anmerkung: *Wenn Proben bis in den Hals des Kolbens schäumen, verringern Sie die Temperatur auf 335°C. Erhitzen Sie bei dieser Temperatur weiter, bis sämtliches Wasser verdunstet ist. Dann stellen Sie die ursprüngliche Aufschlusstemperatur wieder ein.*

Anmerkung: *Weiße Säuredämpfe und Rückfluss sind ein Anzeichen dafür, dass die Schwefelsäure kocht.*

Anmerkung: *Bei einigen organischen Proben kann eine Aufschlusszeit von mehr als 5 Minuten erforderlich sein.*



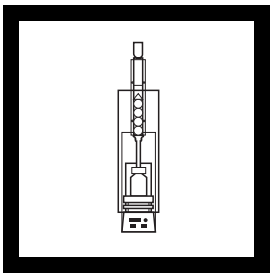
5. Fahren Sie an dieser Stelle nicht fort, wenn keine Schwefelsäure im Kolben sichtbar ist. Geben Sie 15 mL 30%iges Wasserstoffperoxid durch den Trichter auf der Fraktioniersäule zu der verschwelten Probe.

Anmerkung: *Die Probe darf nicht zur Trockene kochen.*

Anmerkung: *Vor Zugabe des Wasserstoffperoxids muss das Vorhandensein von Schwefelsäure im Kolben visuell überprüft werden.*

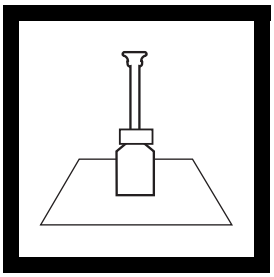
Anmerkung: *Wenn der Aufschluss nicht farblos wird, geben Sie in 5 mL Schritten Wasserstoffperoxid zu, bis der Aufschluss klar wird.*

Anmerkung: *Schäumt die Probe während der Peroxidzugabe nimmt man den Digesdahl Aufschlusskolben und die Fraktioniersäule ab (Fingerschutz benutzen). Lassen Sie die Apparatur für 30 Sekunden abkühlen und stellen Sie sie dann wieder auf die Heizplatte. Beginnen Sie bei der Wasserstoffperoxidzugabe mit 3 mL und geben Sie dann erst den Rest zu.*



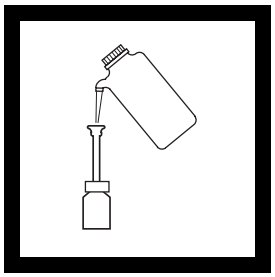
6. Kochen Sie überschüssiges Wasserstoffperoxid durch Erhitzen für eine weitere Minute nach vollständiger Zugabe des Wasserstoffperoxids aus. Es darf nicht bis zur Trockene erhitzt werden.

Anmerkung: *Wenn die Probe austrocknet, stellen Sie das Digesdahl Gerät ab und lassen es vollständig abkühlen. Geben sie Wasser in den Kolben, bevor Sie diesen anfassen. Wiederholen Sie den Aufschluss ab Schritt 1 mit einer neuen Probe.*



7. Der heiße Kolben wird von der Heizplatte genommen und zum Abkühlen auf das Kühlkissen gestellt. Die Fraktioniersäule wird vom Kolben abgenommen.

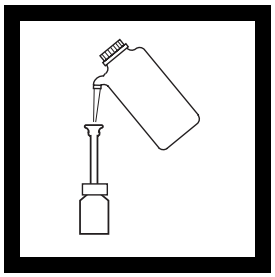
Anmerkung: *Fassen Sie den Kolben nur mit Fingerschützern an. Stellen Sie ihn für mindestens eine Minute auf ein Kühlkissen. Dann nehmen Sie die Säule ab. Geben Sie kein Wasser in den Kolben, bevor dieser abgekühlt ist.*



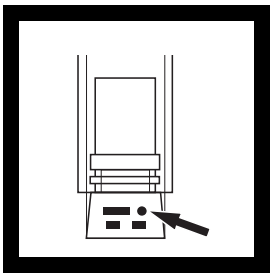
8. Der Aufschluss wird auf ca. 70 mL mit entsalztem Wasser verdünnt.

Anmerkung: *Geben Sie entsalztes Wasser zunächst langsam zu. Lassen Sie den Kolben gegebenenfalls noch weiter abkühlen.*

Aufschlussverfahren für Feststoffe

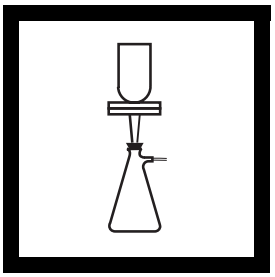


9. Bei der Analyse von Aluminium, Nickel oder Eisen fahren Sie mit Schritt 10 fort. Bei der Analyse anderer Substanzen, verdünnen Sie bis zur 100 mL Markierung mit entsalztem Wasser. Überspringen Sie Schritt 10 und fahren Sie mit Schritt 11 fort.



10. Stellen Sie die Temperatur auf 204°C ein. Geben Sie 150 mL Wasser in ein 400 mL Becherglas. Stellen Sie das Becherglas auf die Heizplatte. Stellen Sie den Kolben in das Becherglas und kochen Sie für 15 Minuten. Lassen Sie auf Raumtemperatur abkühlen und verdünnen Sie bis zur 100 mL Markierung mit entsalztem Wasser. Drehen Sie zum Vermischen mehrmals hin und her.

Anmerkung: *Wenn Sie mit einem Digesdahl Aufschluss-System ohne Temperatursteuerungsrad arbeiten, stellen Sie auf eine niedrigere Einstellung zurück, so dass das Wasser nur leicht kocht.*



11. Wenn in der Probe Trübung sichtbar ist, filtrieren Sie diese oder warten Sie, bis sich die Trübung gesetzt hat und der obere Teil der Probe klar ist.

Filtrieren Sie wie folgt:

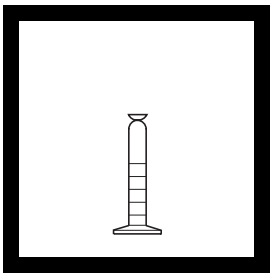
a. Legen Sie ein Filterpapier mit der knittrigen Seite nach oben in den Filter.

b. Stellen Sie den Filter auf einen Filtrierkolben und benetzen Sie das Papier mit entsalztem Wasser, damit es am Filter haftet.

c. Während im Filtrierkolben ein Vakuum erzeugt wird, übertragen Sie die Probe in die Filtrierapparatur.

d. Nehmen Sie das Vakuum langsam von dem Filtrierkolben und überführen Sie die Flüssigkeit in einen anderen Behälter.

Anmerkung: *Bei der Analyse kleiner Aliquote (≤1,0 mL) ist eine Filtration nicht erforderlich.*



12. Fahren Sie unter Verwendung eines der folgenden Verfahren mit der Analyse fort.

Methode für Metall

Anmerkung: *Wenn für die Analyse mit kleinen Aliquoten (bis zu 0,5 mL) gearbeitet wird, ist die Einstellung des pH Wertes nicht erforderlich.*

1. Pipettieren Sie das jeweilige Probenvolumen in einen geeigneten Mischzylinder. Das entsprechende Volumen finden Sie in den Tabellen der Proben- und Analysenvolumina für Feststoffe.

Anmerkung: *Bei einigen Methoden ist das Pipettieren in einen Messkolben oder einen Messzylinder erforderlich.*

2. Verdünnen Sie mit entsalztem Wasser auf ca. 20 mL.

3. Geben Sie einen Tropfen 2,4-Dinitrophenol Indikatorlösung zu.

4. Geben Sie tropfenweise 8 N Kaliumhydroxid (KOH) Standardlösung zu, wobei nach jeder Zugabe vermischt wird, bis sich eine erste gelbe Färbung bildet (pH 3). Bei der Analyse von Kalium arbeitet man mit 5 N Natriumhydroxid. Wenn Kalium oder Silber bestimmt werden, darf kein pH-Meter benutzt werden.

5. Geben Sie einen Tropfen 1 N KOH zu. Verschließen Sie den Zylinder und kehren Sie ihn zum Vermischen mehrmals um. Bei der Analyse von Kalium arbeitet man mit 1 N Natriumhydroxid.

Anmerkung: *Überprüfen Sie mit pH-Papier, ob der pH-Wert bei 3 liegt. Ist er höher als 4, darf keine weitere Anpassung mit Säure erfolgen; beginnen Sie mit einem frischen Aliquot von vorne.*

6. Geben Sie in dieser Art und Weise weiter 1 N KOH zu, bis die erste, beständig gelbe Färbung auftritt (pH 3,5 - 4,0).

Anmerkung: *Hohe Eisenkonzentrationen verursachen Ausfällung (braune Trübung), die andere Metalle mitfällt. Wiederholen Sie das Verfahren mit einer kleineren Aliquotmenge.*

7. Füllen Sie bis zu dem Volumen, das in dem kolorimetrischen Verfahren für den Parameter, der analysiert wird, angegeben ist, mit entsalztem Wasser auf. Füllen Sie einen zweiten Mischzylinder mit derselben Menge entsalzten Wassers.

8. Fahren Sie mit der kolorimetrischen Bestimmung des zu analysierenden Parameters fort.

TKN, kolorimetrische Methoden

Informieren Sie sich im Verfahren des Spektrophotometers oder Kolorimeters über die Fertigstellung der TKN Analyse. Bei den im Folgenden beschriebenen Schritte handelt es sich lediglich um einen Leitfaden, wenn kein Verfahren zur Verfügung steht.

1. Pipettieren Sie ein geeignetes Analysenvolumen in einen Mischzylinder.
2. Geben Sie einen Tropfen TKN Indikator zu.
3. Geben Sie tropfenweise 8 N Kaliumhydroxid (KOH) Standardlösung zu, wobei nach jeder Zugabe vermischt wird, bis sich eine erste blassblaue Färbung bildet (pH 3).
4. Geben Sie einen Tropfen 1 N KOH zu. Verschließen Sie den Zylinder und kehren Sie ihn zum Vermischen mehrmals um.

Anmerkung: *Vor einem weißen Hintergrund schauen Sie von oben in den Zylinder. Vergleichen Sie den Zylinder mit einem zweiten Zylinder, der mit derselben Menge entsalzten Wassers gefüllt ist.*

5. Geben Sie in dieser Art und Weise weiter 1 N KOH zu, bis die erste, beständig blaue Färbung auftritt.
6. Füllen Sie bis zu dem Volumen, das in dem kolorimetrischen Verfahren angegeben ist, mit entsalztem Wasser auf.
7. Fahren Sie mit dem kolorimetrischen Verfahren fort.

Tabellen der Proben- und Analysenvolumina für Feststoffe

Aluminium, Aluminon (Methode 8012)

Erwartete Al Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
10-400	0,500	20,0
25-1000	0,400	10,0
65-2600	0,300	5,00
480-20000	0,200	1,00
1900-80000	0,100	0,50

$$\frac{A \times 5000}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Al}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Aluminium, ECR (Methode 8326)

Erwartete Al Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
4-100	0,500	20,0
10-270	0,400	10,0
25-730	0,300	5,00
180-5500	0,200	1,00
750-22000	0,100	0,50

$$\frac{A \times 5000}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Al}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Blei, Dithizon (Methode 8033)

Erwartete Pb Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
8-400	0,500	20,0
20-1000	0,400	10,0
50-2600	0,300	5,00
400-20000	0,200	1,00
1500-80000	0,100	0,50

$$\frac{A \times 25}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Pb}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Cadmium, Dithizon (Methode 8017)

Erwartete Ca Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
5-200	0,500	20,0
12-500	0,400	10,0
30-1300	0,300	5,00
240-10000	0,200	1,00
960-40000	0,100	0,50

$$\frac{A \times 25}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Ca}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Chrom, Gesamt (Methode 8024)

Erwartete Cr Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
4,0-150	0,500	20,0
10-370	0,400	10,0
25-1000	0,300	5,00
190-7500	0,200	1,00
750-30000	0,100	0,50

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Cr}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Eisen, 1,10 Phenantrolin (Methode 8008)

Erwartete Fe Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
12-700	0,500	20,0
35-1700	0,400	10,0
85-4500	0,300	5,00
650-35000	0,200	1,00
2500-140000	0,100	0,50

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Fe}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Eisen, FerroZine (Methode 8147)

Erwartete Fe Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
6-300	0,500	20,0
15-800	0,400	10,0
40-2000	0,300	5,00
300-15000	0,200	1,00
1200-65000	0,100	0,50

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Fe}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Kalium (Methode 8049)

Erwartete K Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
300-1700	0,500	20,0
800-4200	0,400	10,0
2000-11000	0,300	5,00
15000-85000	0,200	1,00
62000-300000	0,100	0,50

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt K}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Kobalt (Methode 8078)

Erwartete Ko Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
10-450	0,500	20,0
20-1200	0,400	10,0
50-3000	0,300	5,00
500-20000	0,200	1,00
2000-100000	0,100	0,50

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Co}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Kupfer, Bicinchoninat (Methode 8026)

Erwartete Cu Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
20-1200	0,500	20,0
50-3000	0,400	10,0
120-7500	0,300	5,00
1000-60000	0,200	1,00
4000-240000	0,100	0,50

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Cu}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Mangan, PAN (Methode 8149)

Erwartete Mn Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
4-170	0,500	20,0
10-430	0,400	10,0
25-1100	0,300	5,00
200-8700	0,200	1,00
750-35000	0,100	0,50

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Mn}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Nickel, PAN (Methode 8150)

Erwartete Ni Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
4-220	0,500	20,0
10-580	0,400	10,0
25-1500	0,300	5,00
200-11000	0,200	1,00
750-45000	0,100	0,50

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Ni}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Phosphor, Ascorbinsäure (Methode 8048)

Erwartete PO_4 Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
10-450	0,500	20,0
25-1100	0,400	10,0
67-3100	0,300	5,00
500-23000	0,200	1,00
2000-93000	0,100	0,50

$$\frac{A \times 2500}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt } PO_4$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Silber (Methode 8120)

Erwartete Ag Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
6-300	0,500	20,0
15-750	0,400	10,0
40-2000	0,300	5,0
300-15000	0,200	1,00
1200-60000	0,100	0,50

$$\frac{A \times 5000}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Ag}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Stickstoff, TKN (Methode 8075)

Erwartete N Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
42-2200	0,500*	10,0*
106-5600	0,400*	5,00*
350-18000	0,300*	2,00*
1000-56000	0,200*	1,00*
4200-220000	0,100*	0,50*

* Bei diesen Angaben handelt es sich nur um Richtwerte.
Siehe Verfahrensanleitung des Spektrophotometers.

$$\frac{A \times 75}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt TKN}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

Zink (Methode 8009)

Erwartete Zn Konz. (mg/kg)	Probenmenge (g)	Analysenvolumen (mL)
16-1000	0,500	20,0
40-2500	0,400	10,0
100-6600	0,300	5,00
800-50000	0,200	1,00
3000-200000	0,100	0,50

$$\frac{A \times 5000}{B \times C} = \text{mg/L Gesamt Zn}$$

A = mg/L Messung des Gerätes
B = mL (g) Probenmenge aus Tabelle
C = mL Analysenvolumen aus Tabelle

WARTUNG

DANGER

Some of the following manual sections contain information in the form of warnings, cautions and notes that require special attention. Read and follow these instructions carefully to avoid personal injury and damage to the instrument. Only personnel qualified to do so, should conduct the maintenance tasks described in this portion of the manual.

DANGER

Certains des chapitres suivants de ce mode d'emploi contiennent des informations sous la forme d'avertissements, messages de prudence et notes qui demandent une attention particulière. Lire et suivre ces instructions attentivement pour éviter les risques de blessures des personnes et de détérioration de l'appareil. Les tâches d'entretien décrites dans cette partie du mode d'emploi doivent être seulement effectuées par le personnel qualifié pour le faire.

PELIGRO

Algunos de los capítulos del manual que presentamos contienen información muy importante en forma de alertas, notas y precauciones a tomar. Lea y siga cuidadosamente estas instrucciones a fin de evitar accidentes personales y daños al instrumento. Las tareas de mantenimiento descritas en la presente sección deberán ser efectuadas únicamente por personas debidamente cualificadas.

GEFAHR

Einige der folgenden Abschnitte dieses Handbuchs enthalten Informationen in Form von Warnungen, Vorsichtsmaßnahmen oder Anmerkungen, die besonders beachtet werden müssen. Lesen und befolgen Sie diese Instruktionen aufmerksam, um Verletzungen von Personen oder Schäden am Gerät zu vermeiden. In diesem Abschnitt beschriebene Wartungsaufgaben dürfen nur von qualifiziertem Personal durchgeführt werden.

PERICOLO

Alcune parti di questo manuale contengono informazioni sotto forma d'avvertimenti, di precauzioni e di osservazioni le quali richiedono una particolare attenzione. La preghiamo di leggere attentivamente e di rispettare quelle istruzioni per evitare ogni ferita corporale e danneggiamento della macchina. Solo gli operatori qualificati per l'uso di questa macchina sono autorizzati ad effettuare le operazioni d'istallazione e di manutenzione descritte in questa parte del manuale.

Abschnitt 5 Wartung

5.1 Austausch der Sicherung

Die Halterung für die Sicherung befindet sich auf der Rückseite des Gerätes in der Anschlussbuchse für das Stromkabel. Siehe Abbildung 2 auf Seite 14. Um die Sicherung auszutauschen, stellt man das Gerät ab und löst das Stromkabel. Es kann auch erforderlich sein, die Rückwand abzunehmen. Hebeln Sie die Halterung mit einem kleinen Schraubenzieher oder einem anderen, spitzen Werkzeug heraus, wobei Sie an der kleinen Öffnung oben an der Halterung ansetzen. Tauschen Sie die Sicherung gegen eine derselben Art und Auslegung aus. Siehe Ersatzteile auf Seite 74.

5.2 Ersatzteile für das Kit

Beschreibung	Menge	Kat. Nr.
Aufschlusskolben, 100 mL	1	23125-42
Betriebsanleitung, deutsch	1	23130-95
C-Flex Schlauchleitung	ca. 7,60 m	23273-37
Fingerschützer	2 Stck.	14647-02
Fraktioniersäule	1	22855-20
Fraktioniersäulen-Kit		23131-20
beinhaltet: Fraktionierkopf; Kapillartrichter, 8,3 cm; Kolonnenaufsatz; C-Flex Schlauchleitung, 1,50 m; Rauchfanggehäuse; Rauchfangdeckel		
Heizelement f. Digesdahl, 115 V	1	18565-01
Heizelement f. Digesdahl, 240 V	1	18565-02
Heizgerät, 115 V	1	44336-20
Heizgerät, 230 V	1	44336-21
Hitzeschild	1	18380-00
Kapillartrichter	1	22856-00
Kolbengewicht	1	44340-00
Kühlkissen	1	18376-00
Netzkabel, 115 V, UL/CSA-Zulassung	1	18010-00
Netzkabel, 230 V, VDE-Zulassung f. Europa	1	46836-00
Rückwand, Heizung	1	44378-00
Säulenhalterung	1	45926-00
Schutzbrille	1	18421-00
Sicherung, 2 A, für 250 V Heizgerät	1	44398-00
Sicherung, 4 A, 125 V träg, für Heizgerät	1	44591-00
Wasserstrahlpumpe ohne Rückschlagventil 3/8" NPT	1	2131-02

ALLGEMEINE INFORMATIONEN

Für die Hach Company ist der Kundenservice für alle Produkte ein wichtiger Aspekt.

Unter diesem Gesichtspunkt wurden die folgenden Informationen für Sie zusammengestellt.

Ersatzteile

Erforderliche Reagenzien

Beschreibung	Pro Aufschluss erforderliche Menge	Menge	Kat. Nr.
Entsalztes Wasser	unterschiedl.	4 L	272-56
Schwefelsäure, ACS (konz., spez. Dichte 1,84)	≥ 2,5 mL	4 kg	979-09
Wasserstoffperoxid, 30%ig	15 mL	500 mL	21196-49

Erforderliches Gerät

Messpipette, 10 mL	1	1	532-38
Pipettenfüller, Sicherheitsball	1	1	14651-00
Schutzschild für Digesdahl	1	1	20974-00
Sicherheitsbrille	1	1	18421-00
Siedeperlen, Siliciumcarbid	unterschiedl.	500 g	20557-34
Spender, Ausguss, 10 mL	1	1	22200-38
Wählen Sie ein Gerät, je nach verfügbarer Spannung:			
Digesdahl Apparatur, 115 Vac		1	23130-20
Digesdahl Apparatur, 230 Vac		1	23130-21

Reagenzien (Sonderzubehör)

2,4-Dinitrophenol Indikatorlösung	100 mL MDB	1348-32
Kaliumhydroxid, 1 N	50 mL SCDB	23144-26
Kaliumhydroxid Standardlösung, 8 N	500 mL MDB	282-49
Kjeldahl Reduktionsreagenz (für Flüssigdünger)	40 g	23653-04
Natriumhydroxid, 1 N	118 mL* MDB	1045-37
Natriumhydroxid, 5 N	59 mL* SCDB	2450-26
Salpetersäurelösung, 1:1	500 mL	2540-49
TKN Indikatorlösung	50 mL SCDB	22519-26
Wasserstoffperoxid, 30%ig	200 mL	144-45

Gerät (Sonderzubehör)

Becherglas, 400 mL	1	500-48
Becherglas, Berzelius, 200 mL	12 Stck.	22761-75
Einwegpipette, Pasteur, 229 mm	250 Stck.	21234-01
Filterkolben, 500 mL	1	546-49
Filterscheiben, Glas, 47 mm	100 Stck.	2530-00
Gaswäscher, 115 V	1	23266-00
Gaswäscher, 230 V	1	23266-02
Laborofen, 120 V	1	14289-00
Laborofen, 230 V	1	14289-02
Magnetrührplatte, 7X7, 115 Vac	1	23444-00
Magnetrührplatte, 7X7, 230 Vac	1	23444-02
Membranfilter	1	2340-00
Messkolben, flacher Boden, 100 mL	1	23125-42
Messlöffel, 0,05 g	1	492-00
Messzylinder, 50 mL	1	508-41
pH-Meter *sens**ion™1***, tragbar, m. Elektrode	1	51700-10
pH Papier, pH 1-11	5 Rollen/Pckg.	391-33
Rührstäbchen, PTFE, 1"	1	20953-51
Spatel, rostfrei, 10 cm	1	561-64
Spender, 1-5 mL, (für H_2SO_4, Fleisch)	1	23121-37
Spender, 10-50 mL, (für H_2SO_4, Fleisch)	1	23121-41

* größere Mengen lieferbar

Gerät (Sonderzubehör) (Fortsetzung)

Beschreibung	Menge	Kat. Nr.
Spritze, 5 mL, Plastik	100 Stck	23433-33
Spritzflasche, 1 L	1	620-16
Stöpsel, hohl, Größe #5	6 Stck	14480-05
Tropfpipette, 2 mL	12 Stck	21189-00
Uhrglas, 65 mm	12 Stck	578-97
Waage, Precision, 115 V	1	26104-00
Waage, Precision, 220 V	1	26104-02
Wägepapier, 76 x 76 mm	500 Stck	14738-00

Bitte wenden Sie sich an Ihre zuständigdge Hach Generalvertretung in Deutschland:

Dr. Bruno Lange GmbH & Co. KG
Willstätterstr. 11
40549 Düsseldorf
Telefon: (0211) 5288-0
Telefax: (0211) 5288-143
Internet: http://www.drlange.de

Erforderliche Informationen

- Hach Kundennummer (falls bekannt)
- Rechnungsanschrift
- Lieferanschrift
- Ihr Name und Telefonnummer
- Bestell-/Auftragsnummer
- Katalognummer
- Kurzbeschreibung oder Modellnummer
- Menge

Kurzbetriebsanleitung Digesdahl Aufschlussapparatur

Probengröße

Feste oder organische Proben müssen ein Trockengewicht von weniger als 0,5 g haben. Im Allgemeinen ist eine Probengröße von 0,25 g angemessen.

Das Maximalvolumen von Flüssigproben liegt bei 40 mL, wenn der Prozentsatz an Feststoffen ≤1% liegt. Wenn der Prozentsatz an Feststoffen 1% übersteigt, bestimmen Sie das geeignete Probenvolumen anhand der folgenden Formel:

mL Probe = 40 ÷ %Feststoffe

Aufschlusstemperatur

Die Aufschlusstemperatur ist ein kritischer Punkt bei der Zugabe von Wasserstoffperoxid. Die empfohlene Temperatur für die meisten Proben liegt bei 440°C.

Spezielle Aufschlussverfahren

Die Aufschlussverfahren für feste und flüssige Proben bzw. Ölproben weisen leichte Unterschiede auf. Spezielle Aufschlussanweisungen finden Sie im Abschnitt 4 der Betriebsanleitung.

Sicherheitshinweise

1. Arbeiten Sie mit der Digesdahl Aufschlussapparatur immer hinter einem Schutzschild bzw. in einem geschlossenen Abzug.
2. Das Tragen einer Schutzbrille und von Schutzkleidung ist Vorschrift.
3. Arbeiten Sie mit einer Wasserstrahlpumpe oder dem Gaswäscher.
4. Öle und organische Flüssigkeiten sollten bei Bestimmung der Probengröße als Feststoffe angesehen werden.
5. Arbeiten Sie nur mit in den Hach Verfahren angegebener Säure (H_2SO_4 ACS oder Analysereagenz).
6. Nehmen Sie nie weniger als 3 mL Schwefelsäure. Nehmen Sie immer soviel Säure, dass ca. 2 mL Rückstand verbleiben, die den Boden nach Abschluss des Aufschlusses bedecken.
7. Wenn die Probe vor der Zugabe von Wasserstoffperoxid fast oder vollständig austrocknet, muss sie sofort von der Heizplatte genommen und gekühlt werden. Wiederholen Sie das Verfahren mit einer kleineren Probenmenge oder mehr Säure.
8. Wasserstoffperoxid darf vor dem Einfüllen in den Aufschlusskolben mit keinem anderen chemischen Reagenz als in der Anleitung angegeben vermischt werden.
9. Geben Sie Wasserstoffperoxid nicht direkt in die Säule auf dem Aufschlusskolben. Wasserstoffperoxid muss immer langsam und kontrolliert zugegeben werden; arbeiten Sie mit dem Kapillartrichter.

10. Wasserstoffperoxid darf den organischen Materialien im Kolben nur zugesetzt werden, wenn Schwefelsäure vorhanden ist.

11. Geben Sie weder vor noch nach dem Aufschluss Alkohol, Azeton oder andere Lösemittel in den Kolben.

12. Arbeiten Sie mit in den jeweiligen Bedienungsanleitungen angegebenen Temperatureinstellungen und Aufschlusszeiten.

13. Wenn zum ersten mal eine neue Substanz aufgeschlossen wird, beginnen Sie mit einer kleineren Menge und erhöhen dann Schritt für Schritt auf die für den Aufschluss optimale Menge. Der Kolben darf nicht bis zur Trockene kochen.

Allgemeiner Aufschluss

1. Die Probe wird in einen flachbödigen 100 mL Messkolben überführt.

2. Eine geeignete Menge Schwefelsäure und Siedeperlen werden in den Kolben gegeben.

3. Öffnen Sie den Wasserzulauf zur Wasserstrahlpumpe. Stellen Sie die Temperatur auf 440°C ein.

4. Bringen Sie das Kolbengewicht und anschließend die Fraktioniersäule mit Trichter am Kolben an. Stellen Sie den Kolben auf die Heizplatte und erhitzen Sie, bis der Siedepunkt von Schwefelsäure erreicht ist.

5. Es wird für 3-5 Minuten erhitzt. Die Probe darf **NICHT** zur Trockene kochen.

6. Geben Sie 15 mL 30%iges Wasserstoffperoxid zu. Kochen Sie überschüssiges Wasserstoffperoxid durch Erhitzen für eine weitere Minute nach vollständiger Zugabe des Wasserstoffperoxids aus.

7. Der heiße Kolben wird von der Heizplatte genommen und zum Abkühlen auf das Kühlkissen gestellt. Die Fraktioniersäule wird vom Kolben abgenommen.

8. Der Aufschluss wird auf ca. 70 mL mit entsalztem Wasser verdünnt. Wenn weder Al noch Ni oder Fe analysiert werden, fahren Sie mit Schritt 10 fort. Wenn eines der genannten Metalle analysiert wird, fahren Sie mit Schritt 9 fort.

9. Stellen Sie die Temperatur auf 204°C ein. Geben Sie 150 mL Wasser in ein 400 mL Becherglas. Kochen Sie für 15 Minuten. Lassen Sie auf Raumtemperatur abkühlen und verdünnen Sie bis zur 100 mL Markierung mit entsalztem Wasser. Gut vermischen.

10. Wenn die Probe trüb ist, wird sie filtriert oder man wartet, bis sich die Trübung gesetzt hat und der obere Teil der Probe klar ist.

11. Stellen Sie den pH-Wert ein. Weitere Informationen finden Sie in der Betriebsanleitung der Digesdahl Apparatur.