

Umweltanalytik



Qualitätskontrolle von Wasser, Boden und Luft



Metrohm ...

- ist der Weltmarktführer im Bereich Titration
- bietet neben sämtlichen Methoden der Ionenanalytik – Titration, Voltammetrie und Ionenchromatographie – ein komplettes Portfolio für die NIR- und Raman-Analytik
- ist ein Schweizer Unternehmen und produziert ausschliesslich in der Schweiz
- gewährt 3 Jahre Garantie auf Geräte und 10 Jahre auf chemische Suppressoren für die Anionenchromatographie
- unterstützt Sie bei Fragen mit einzigartigem Applikations-Know-how
- stellt Ihnen kostenlos über 1800 Applikationen zur Verfügung
- unterstützt Sie weltweit mit zuverlässigem Vor-Ort-Service
- ist nicht an der Börse notiert, sondern im Besitz einer gemeinnützigen Stiftung
- gibt einer nachhaltigen, den Interessen von Kunden und Mitarbeitern verpflichteten Unternehmensführung Vorrang vor einer Maximierung der Rendite

Metrohm – massgeschneiderte Umweltanalytik für Wasser-, Boden- und Luftproben

Bedeutung der Umweltanalytik

Mit dem rasanten Wachsen der Erdbevölkerung ist der Energie- und Ressourcenverbrauch sowie auch die Produktion von Konsumgütern und Chemikalien stark gestiegen. Man schätzt, dass insgesamt 17 Millionen chemische Verbindungen auf dem Markt sind, von denen allein 100'000 im industriellen Grossmassstab produziert werden.

Die Auswirkungen der menschlichen Aktivitäten auf die Umwelt sind komplex und verlangen nach empfindlichen Analysenverfahren und leistungsstarken Analyseninstrumenten.

Als führender Hersteller von Geräten für die chemische Analytik wissen wir um diese Herausforderungen. Wir bieten Ihnen modernste Geräte und Systeme, mit denen Sie die Zusammensetzung Ihrer Wasser-, Boden- und Luftproben überwachen können.

Auf unser Know-how können Sie zählen

Metrohm bietet Ihnen komplette Lösungen für ganz konkrete analytische Fragestellungen. Ihre Ansprechpartner bei uns sind Spezialisten, die massgeschneiderte Applikationen für Sie entwickeln und Sie kompetent rund um das Thema Umweltanalytik unterstützen.

Entdecken Sie auf den folgenden Seiten, welche überzeugenden Lösungen Metrohm für die Analytik der Umweltkompartimente Wasser, Boden und Luft bietet.

3



Ausgewählte Normen aus der Umweltanalytik

4

In die Umwelt eingetragene Stoffe verteilen sich zwischen den Umweltkompartimenten Wasser (Hydrosphäre), Boden (Pedosphäre), Gestein (Lithosphäre) und Luft (Atmosphäre) sowie auf die sie besiedelnden Organismen (Biosphäre). Nur wenn wir Art und Menge dieser Belastungen kennen, können wir die Umwelt mit ihren Bewohnern schützen. Dies erfordert international anerkannte Normen mit Grenzwerten und Prüfverfahren. Metrohm-Geräte erfüllen sämtliche in den aufgeführten Normen festgelegten Mindestanforderungen und Grenzwerte. Nachfolgend eine Auswahl nach Umweltkompartimenten.

I. Wasser

In wechselnden Aggregatzuständen durchläuft Wasser alle Sphären. Es ist das am häufigsten und am leichtesten zu analysierende Umweltkompartiment, da es – anders als im Fall der Luft oder des Bodens – bereits in der flüssigen Phase vorliegt. Handelt es sich um Analysen von Trinkwasserproben ist meist keine Probenvorbereitung notwendig; dagegen ist sie bei Abwasserproben meist unumgänglich.

Parameter	Norm	Matrix	Methode	Seite
Permanganat-Index	DIN EN ISO 8467	Trinkwasser Oberflächenwasser	Titration	6
Chemischer Sauerstoffbedarf (CSB)	ISO 6060 ISO 15705 ASTM D1252 DIN 38409-44	Trinkwasser, Meerwasser, Abwasser	Titration	7
Ca, Mg	ASTM D1126-12 EPA 130.2 DIN 38406-3 DIN 38409-6	Trinkwasser	Titration	8
Säure- und Basekapazität	DIN 38409-7	Wasser allgemein	Titration	
Sulfid	ASTM D4658	Wasser allgemein	Titration	
Fluorid	ASTM D3868 EPA 340.2	Trinkwasser Abwasser	Titration Titration, Ionenselektive Elektrode (ISE)	
Freies Chlor	ASTM D1253-12 EPA 330.1	Wasser allgemein	Titration	10
Anionen, z. B. F ⁻ , Cl ⁻ , Br ⁻ , NO ₂ ⁻ , NO ₃ ⁻ , SO ₄ ²⁻ etc.	DIN EN ISO 10304-1 EPA 300.0, Part A EPA 300.1, Part A EPA 9056A	Wasser allgemein Trink- und Abwasser Trinkwasser, Trinkwasser, Abwasser	Ionenchromatographie	
Chrom(VI), Anionen	DIN EN ISO 10304-3	Wasser allgemein	Ionenchromatographie	
Chrom(VI)	ASTM D5257 EPA 218.7	Wasser allgemein Abwasser	Ionenchromatographie	
Oxohalogenide	DIN EN ISO 11206 ASTM D6581 DIN EN ISO 10304-4 DIN EN ISO 15061 EPA 300.0, Part B EPA 300.1, Part B EPA 317.0 EPA 326.0	Trinkwasser Trinkwasser Wasser allgemein Trink- und Mineralwasser Trink- und Abwasser Trinkwasser Trinkwasser Trinkwasser	Ionenchromatographie	11
Kationen, z. B. Li ⁺ , Na ⁺ , K ⁺ , NH ₄ ⁺ , Mg ²⁺ , Ca ²⁺ etc.	ISO 14911 ASTM D6919	Oberflächen- & Trinkwasser Abwasser	Ionenchromatographie	
Amine (MMA, Guanidin)	–	Abwasser	Ionenchromatographie	
Bromat	EPA 321.8	Trinkwasser	Ionenchromatographie (IC-ICP/MS)	
Bromat, Halogenessigsäuren	EPA 557	Trinkwasser	Ionenchromatographie (IC-MS/MS)	13
Perchlorat	EPA 314.0 EPA 332.0	Trinkwasser	Ionenchromatographie	
Hg, As, Cr	EPA 6800	Hydrosphäre, Biosphäre	Ionenchromatographie (IC-ICP/MS)	
Zn, Cd, Pb, Cu, Tl, Ni, Co	DIN 38406-16	Trinkwasser, Abwasser	Voltammetrie	
Cd, Pb, Cu, Fe ^{II} /Fe ^{III} , Cr ^{VI}	–	Meerwasser	Voltammetrie	15
CN ⁻	Probenvorbereitung gemäss DIN 38405-13	Trinkwasser, Abwasser	Voltammetrie	
U	DIN 38406-17	Grundwasser, Rohwasser, Trinkwasser	Voltammetrie	16
Anionen, Kationen, Schwermetalle	Verschiedene	Wasser allgemein	VoltIC (Voltammetrie und Ionenchromatographie)	
pH-Wert, Leitfähigkeit, Anionen, Kationen	Verschiedene	Wasser allgemein	TitriC (Titration und Ionenchromatographie)	17
pH-Wert, Leitfähigkeit, TOC, mit Titration und Voltammetrie bestimmbare Parameter	prozessabhängige Grenzwertvorgaben	Trinkwasser, Kesselspeisewasser, Kühlwasser, Abwasser	Online- und Atline- Prozessanalytik	19

Weitere normkonforme Prüfmethode für die Wasseranalytik finden Sie in der Broschüre «Wasseranalytik» (8.000.5141DE).

II. Boden

Der Boden ist ein Mehrphasensystem, in dem Hydrosphäre, Atmosphäre, Lithosphäre und Biosphäre nebeneinander existieren. Er dient als Wasser- und Nährstoffquelle für Pflanzen, ist Lebensraum für eine grosse Zahl von Organismen und ist ein wichtiger Kohlenstoffspeicher. Über

Pflanzen und Tiere gelangen Bodenschadstoffe leicht in den menschlichen Körper. Bodeneinhaltsstoffe sind nur sehr schwer zugänglich und schwer zu mobilisieren. Die Probenvorbereitung umfasst meist Extraktionen und Aufschlüsse.

Parameter	Norm	Matrix	Methode	Seite
pH-Wert	ISO 10390	Boden	pH-Wert-Messung	22
Leitfähigkeit	ISO 11265	Boden	Leitfähigkeitsmessung	23
Gesamter organischer Kohlenstoff (TOC)	–	Boden	Titration	24
Cyanid	ISO 11262	Boden	Kontinuierliche Fliessanalyse	25
Anionen, z. B. F ⁻ , Cl ⁻	–	Boden	Titration	
Anionen	EPA Method 9056	Feste Abfallstoffe	Ionenchromatographie	
Perchlorat	EPA Method 6860	Boden Feste Abfallstoffe	Ionenchromatographie	
Chrom(VI)	ISO 15192 DIN EN 15192 EPA 3060A EPA 7199	Boden	Ionenchromatographie	26
Anionen und Kationen	–	Boden	Ionenchromatographie	27
Spurenelemente	DIN ISO 11466 DIN ISO 19730	Boden	Voltammetrie	28
Phosphororganische Pestizide	AOAC 970.53	Boden	Voltammetrie	

III. Luft

Die Atmosphäre bildet einen wichtigen Wärmepuffer gegen den Weltraum und schützt die Erde vor kosmischer Strahlung. Sie ist der Ort der Wolkenbildung und in ihr kommt Wasser in allen Aggregatzuständen vor. Sie stellt somit ein heterogenes Gemisch von fein verteilten, festen oder flüssigen Teilchen in einem Gas (Luft) dar. Inhalts-

stoffe zeichnen sich durch eine extreme Mobilität aus, gelangen über die Atmung leicht in den menschlichen Organismus und beeinflussen Klima und Wetter. Filtermethoden sowie Aerosol- und Gassammler überführen die Luftinhaltsstoffe in die für chemische Analysen bevorzugte wässrige Phase.

Parameter	Norm	Matrix	Methode	Seite
Saccharidmarker	–	Aerosole	Ionenchromatographie, Filter	31
Chrom(VI)	ISO 16740 ASTM D6832 ASTM D7614-12	Luft am Arbeitsplatz	Ionenchromatographie, Filter	32
Pb, Cd, Zn, Cu	–	Aerosole	Voltammetrie, Filter	33
Anionen und Kationen	–	Aerosole	Ionenchromatographie, PILS*	35
Pb, Cd, Zn, Cu	–	Aerosole	Voltammetrie, PILS*	
Anionen, Kationen, Pb, Cd, Zn, Cu	–	Aerosole	Ionenchromatographie und Voltammetrie, PILS*	36
Chlorwasserstoff	DIN EN 14791	Abgase, Schornsteine	Ionenchromatographie, MARGA*	
Schwefeldioxid	DIN EN 14791	Abgase Schornsteine	Ionenchromatographie, MARGA*	38
Stickstoffdioxid	DIN EN 16339	Umgebungsluft	Ionenchromatographie, MARGA*	

* PILS bezeichnet einen semikontinuierlichen Aerosolsammler, der an einen oder mehrere Analysatoren (z. B. IC und/oder VA) gekoppelt ist; MARGA ist die Kombination aus Aerosol- und Gassammler sowie Ionenchromatographen.



I. Wasser

6

Titration

Summenparameter kennzeichnen meist gleichartige chemische, physikalische, physikalisch-chemische oder biologische Merkmale unterschiedlicher Inhaltsstoffe. Ihr Vorteil liegt in der schnellen Bestimmung und Aussagekraft, die eine rasche Bewertung der Probe erlauben. So wie die elektrische Leitfähigkeit Rückschlüsse auf den Salzgehalt einer Wasserprobe ermöglicht, ist die chemische Oxidierbarkeit von Wasserinhaltsstoffen ein aussagekräftiger Parameter für Art und Menge der in der Wasserprobe vorhandenen organischen Materie.

Gemäss der Oxidationskraft der eingesetzten Oxidationsmittel unterscheidet man zwischen dem Permanganat-Index und dem chemischen Sauerstoffbedarf (CSB). Ist der Permanganat-Index für kaum bis schwach belastete Proben der aussagekräftigere Parameter, so eignet sich der CSB für stark belastete Proben.

Permanganat-Index nach DIN EN ISO 8467

Der Permanganat-Index bestimmt den leicht oxidierbaren Anteil der organischen Inhaltsstoffe im Wasser und dient im weiteren Sinne als Mass zur Beurteilung der organisch-chemischen Belastung in kaum oder gering belasteten Wässern wie Trinkwasserproben. Zur Bestimmung wird die Wasserprobe mit Schwefelsäure und einem Überschuss Permanganatlösung bekannter Konzentration für zehn Minuten in einem siedenden Wasserbad erhitzt. Im Anschluss bestimmt man den Permanganatverbrauch durch Zugabe eines Überschusses an Natriumoxalatlösung und Rücktitration des verbrauchten Oxalats mit Permanganatlösung. Ausgedrückt wird der Permanganat-Index als Menge Sauerstoff in mg/L, der für die Oxidation notwendig wäre.



Das MATi 13-System für die vollautomatische Bestimmung des Permanganat-Indexes



Das MATI 12-System für die vollautomatische CSB-Bestimmung

Chemischer Sauerstoffbedarf gemäss DIN 38409-44 und ASTM D1252

Der chemische Sauerstoffbedarf (CSB) ist eine Masszahl für die Summe der in einem bestimmten Wasservolumen durch Chromat oxidierbaren Stoffe. Chromat ist ein deutlich stärkeres Oxidationsmittel als Permanganat, weshalb es auch die meisten organischen Verbindungen praktisch vollständig zu CO_2 oxidiert. In Kläranlagen gilt der CSB als aussagekräftiger Leitparameter zur Beurteilung der Klärleistung.

Zur massanalytischen Bestimmung des CSBs wird die Wasserprobe über einen definierten Zeitraum mit Kaliumdichromat erhitzt. Anschliessend titriert man die verbliebene Menge Kaliumdichromat mit Ammonium Eisen(II)-sulfat zurück.

Die Oxidation der Wasserinhaltsstoffe erfolgt entweder in einer speziellen CSB-Heizvorrichtung unter Rückflusskühlung oder in einem geschlossenen Reaktionsgefäss und einer externen Heizquelle. Die Titration erfolgt direkt in den Reaktionsgefässen, ohne dafür den Inhalt in andere Gefässe überführen zu müssen. Dies verhindert Probenverluste und erspart insbesondere bei hohem Probenumsatz wertvolle Zeit.

Automationslösungen von Metrohm

Die manuelle Bestimmung des Permanganat-Indexes und des CSBs ist mit einem hohen Arbeitsaufwand und infolge der schwer reproduzierbaren manuellen Einzelschritte meist mit ungenauen Ergebnissen verbunden.

Metrohm löst diese Aufgabe jeweils mit einem vollautomatisierten System, in dem die Titrationssoftware **tiamo** alle einzelnen Schritte steuert, von der Probenvorbereitung über die Zugabe der diversen Lösungen bis hin zur Datenerfassung und -archivierung. Die identischen Abläufe garantieren eine einmalige Reproduzierbarkeit. Die frei konfigurierbaren Systeme können jederzeit um neue Applikationen erweitert werden, ganz gleich ob es sich um die Bestimmung des pH-Werts, der Leitfähigkeit, der Säurekapazität oder um eine Kopplung mit einem Ionenchromatographen handelt. Damit besteht die Möglichkeit, jedes Standardsystem individuell an die jeweilige Aufgabenstellung im Labor anzupassen.

Säure- und Basenkapazität nach DIN 38409-7

Die Säure- und Basekapazität sind Kenngrößen für die Pufferkapazität des Wassers gegenüber Säuren und Basen. Es sind wichtige Summenparameter in der Wasseranalytik, die die pH-Stabilität der Probe kennzeichnen. Beide werden durch Titration bis zu den pH-Werten 4.3 und 8.2 bestimmt. Erstere erfasst alle alkalischen Bestandteile durch Titration mit Salzsäure, letztere alle sauren Bestandteile durch Titration mit Natronlauge. Anders als Standard-pH-Elektroden garantiert die Aquatrode Plus mit ihrer speziellen Glasmembran schnelle, korrekte und sehr genaue pH-Messungen und pH-Titrationen in Lösungen, die eine niedrige Ionenstärke aufweisen oder schwach gepuffert sind.

Calcium und Magnesium nach DIN 38406-3 und EPA 130.2

Bei der Wasserhärte unterscheidet man zwischen temporärer (Carbonathärte) und permanenter Härte (Sulfathärte). Ein weiterer wichtiger Parameter ist die Gesamthärte, welche die Summe der Erdalkalimetallkationen angibt und sich näherungsweise aus der Summe der Calcium- und Magnesiumhärte zusammensetzt. Die Bestimmung der temporären Härte erfolgt durch Endpunkttitration mit Salzsäure, die Bestimmung der Gesamthärte mittels komplexometrischer Titration mit dem Titranten Na_2EDTA und einer Ca^{2+} -selektiven Elektrode.

Chlorid

Die Bestimmung der Chloridionen erfolgt mittels potentiometrischer Titration mit dem Titranten AgNO_3 nach vorhergehender pH-Wert-Einstellung mit Salpetersäure und einer kombinierten Ag-Ring-Elektrode, der Ag-Titrode. Die wartungsfreie Ag-Titrode verwendet als Referenzelektrode eine pH-Glasmembran, wodurch das regelmäßige Nachfüllen mit Elektrolyt entfällt.

Fluorid nach ASTM D3868 und Sulfid nach ASTM D4658

Fluorid- und Sulfidionen werden mittels ionenselektiver Elektroden bestimmt.

Für die Fluoridbestimmung wird der Probe eine Puffer-substanz zugegeben, die zum einen die Ionenstärke konstant hält und den pH-Wert reguliert und zum anderen störende Aluminium- und Eisen(III)-Ionen komplexiert.

Für die Messung von Sulfid wird ein Puffer zugesetzt, der sowohl den pH-Wert reguliert als auch die Oxidation von Sulfid durch Luftsauerstoff verhindert.



Kombinierte Polymermembranelektrode zur Calcium- und Magnesiumbestimmung



Ag-Titrode zur Chloridbestimmung



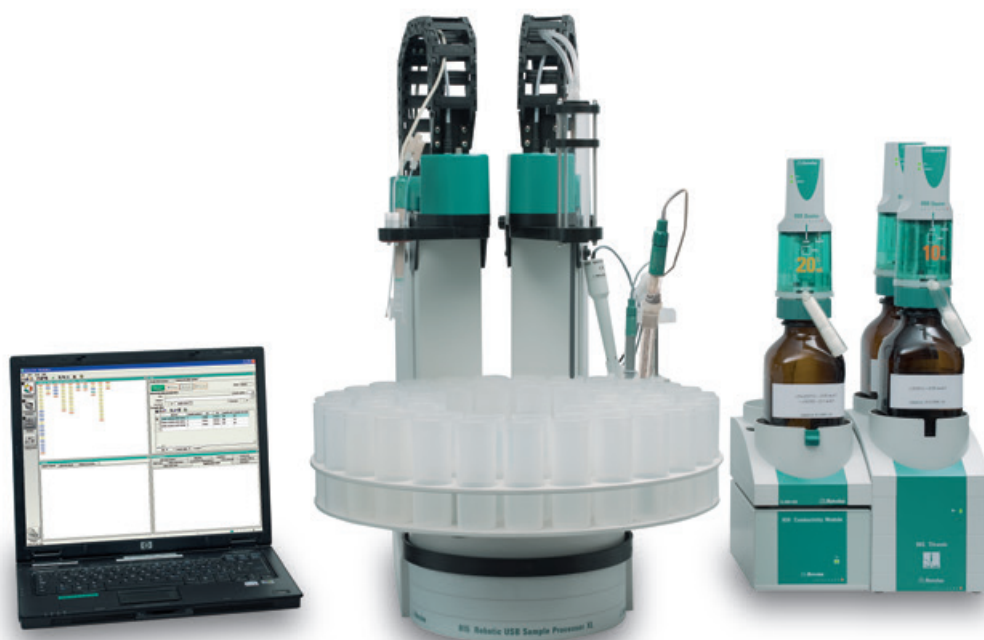
Ionenselektive Elektrode F



Automation – effizienter und reproduzierbarer

Das MATi 01 ist ein ausgezeichnetes Beispiel dafür, wie unsere Systemlösungen Ihren Laboralltag vereinfachen, sei es die Probenvorbereitung, die Leitfähigkeits- und pH-Messung oder die vollautomatische Bestimmung der Alkalinität und Wasserhärte in einem Lauf aus nur einem bereit gestellten Probenbecher. Vorbei sind die Zeiten, in denen man für jeden Parameter ein anderes Gerät benötigte und die Daten mühsam manuell ins LIMS übertra-

gen hat. Neben der Zeitersparnis erzielt man gerade bei vielen Proben durch die Automatisierung reproduzierbarere Ergebnisse, insbesondere bei Schichtbetrieb. Doch damit nicht genug: Die Titrationssoftware **tiamo** erlaubt es, zahlreiche Drittgeräte einzubinden, sei es die Bestimmung der Trübung gemäss DIN EN ISO 7027 oder die Bestimmung der Färbung nach DIN EN ISO 7887.



Das MATi 01-System für die vollautomatische Wasseranalyse inklusive Probenabmessung

Ionenchromatographie

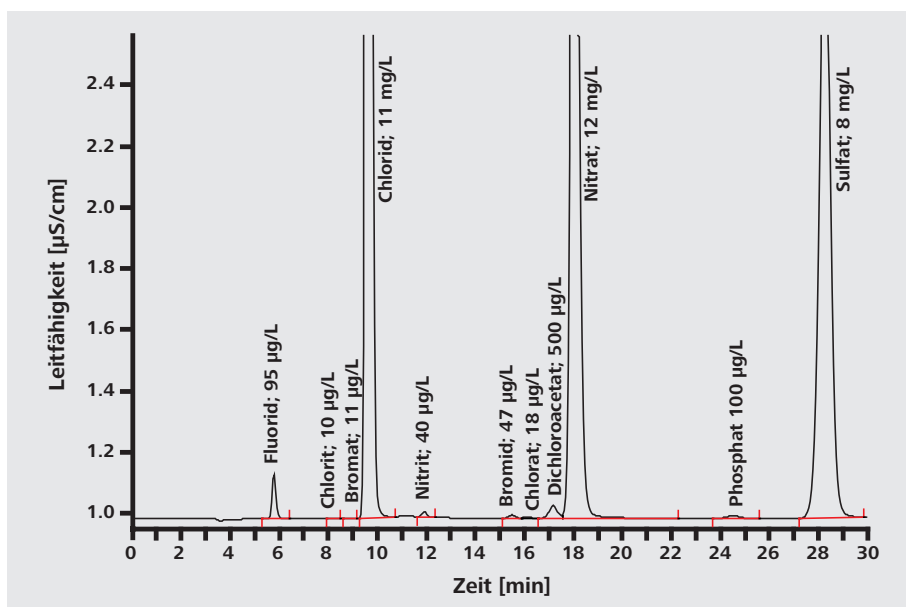
Die moderne Ionenchromatographie (IC) erlaubt es, anorganische und niedermolekulare organische Anionen und Kationen effizient zu trennen und zu bestimmen. Verschiedene Trennmechanismen und Detektionsarten sowie die Möglichkeit der Automatisierung und Probenvorbereitung machen die IC zur Routinemethode in der Wasser- und Umweltanalytik.

Oxohalogenide und Standardanionen im Trinkwasser (EPA 300.1)

Chlorat, Chlorit und Bromat sind Nebenprodukte, die bei der Desinfektion des Trink- und Mineralwassers durch Oxi-

dation der im Wasser vorhandenen Halogenide entstehen. Aufgrund ihrer vermuteten karzinogenen Eigenschaften muss ihre Konzentration im Trinkwasser kontrolliert werden.

Vor der Injektion passieren die Proben die direkt am 858 Professional Sample Processor installierte Ultrafiltrationszelle. Probenvorbereitung und Analyse laufen voll automatisch ab. Gerätesteuerung, Datenerfassung und -management sowie Systemüberwachung erfolgen durch die intelligente Chromatographie-Software MagIC Net. Die klaren Symbole, die übersichtliche Darstellung und die intuitive Bedienung machen die Analyse denkbar einfach.



Trinkwasserprobe, aufgestockt mit je 10 µg/L ClO_2^- , BrO_3^- , ClO_3^- , je 40 µg/L NO_2^- , Br^- , 100 µg/L PO_4^{3-} , 500 µg/L Dichloroacetat; Säule: Metrosep A Supp 7 - 250/4.0; Eluent: 3.6 mmol/L Na_2CO_3 , 0.8 mL/min; Säulentemperatur: 45 °C; Probenvolumen: 20 µL; Leitfähigkeitsdetektion nach sequenzieller Suppression

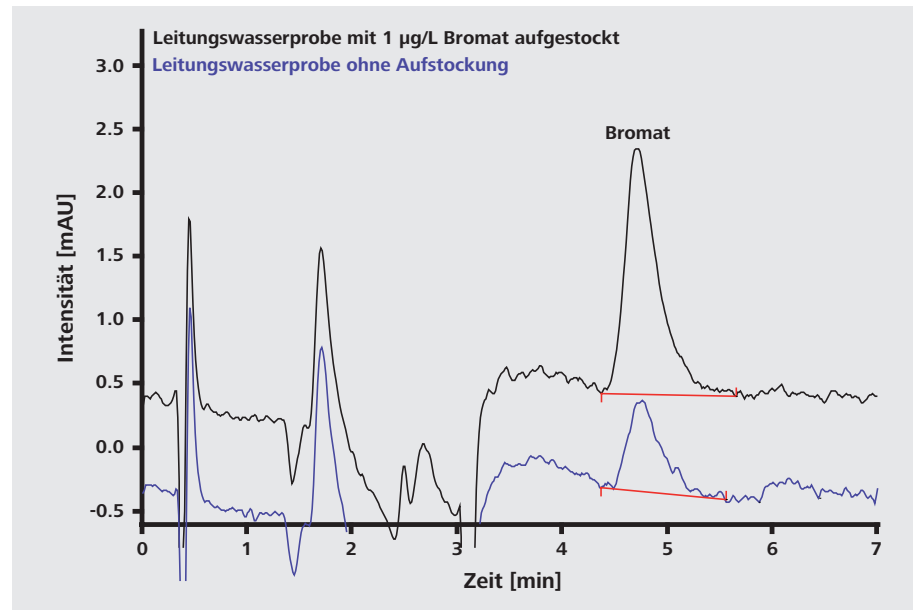
940 Professional IC Vario mit 941 Eluent Production Module und 858 Professional Sample Processor für die vollautomatische Anionen- und Kationenanalytik im Trinkwasser



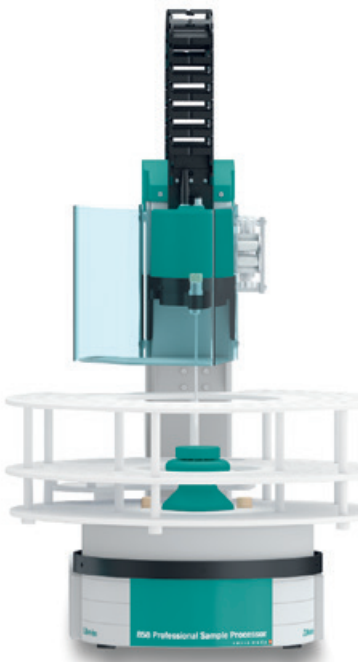
Bromat im Trinkwasser (EPA 326.0)

Bromat entsteht während der Ozonisierung von Trinkwasser. In zahlreichen internationalen Normen sind Grenzwerte und Prüfmethoden festgelegt. Je nach geforderter Nachweisgrenze kommen verschiedene Detektionsmethoden zum Einsatz: Die Leitfähigkeitsdetektion mit

sequenzieller Suppression erlaubt die Bestimmung von Bromat im unteren $\mu\text{g/L}$ -Bereich. Im ng/L -Bereich lässt sich Bromat mittels IC/MS-Kopplung oder Nachsäulenderivatisierung mit Kaliumiodid und anschliessender UV-Detektion nachweisen.



Aufgestockte und nicht aufgestockte Trinkwasserprobe; Säule: Metrosep A Supp 16 - 100/4.0; Eluent: 100 mmol/L H_2SO_4 , 19.3 $\mu\text{mol/L}$ Ammoniumheptamolybdat, 0.8 mL/min; Nachsäulenderivatisierungsreagenz: 0.27 mol/L KI, Flussrate Nachsäulenreagenz: 0.2 mL/min; Säulentemperatur: 45 °C; UV-Detektion, Wellenlänge: 352 nm; Probenvolumen: 1000 μL



Prüfmethode und Nachweisgrenzen (gemäss DIN 32645) der Bromatbestimmung

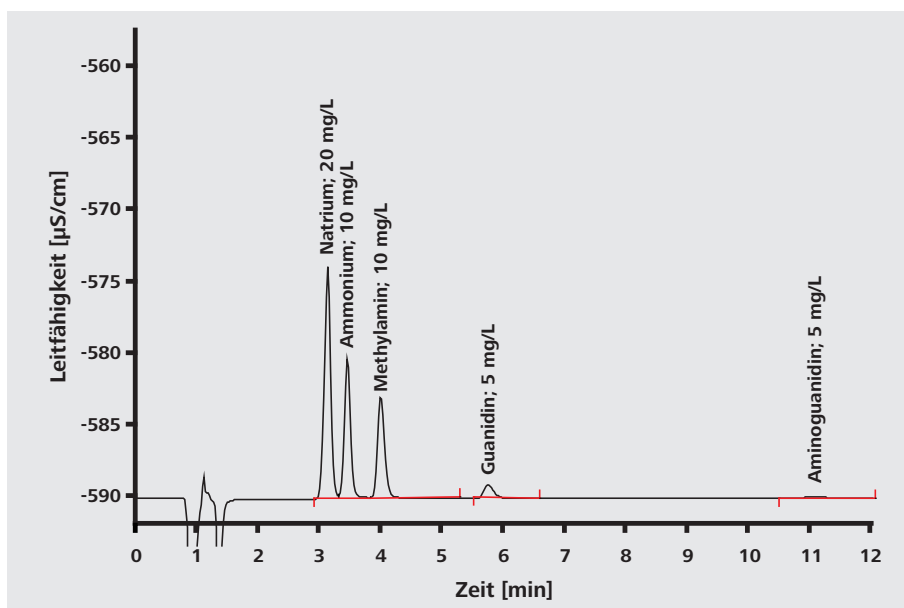
	EPA Methode	Injektions- volumen [μL]	Nachweisgrenzen	
			Reinstwasser	Trinkwasser*
			[$\mu\text{g/L}$]	[$\mu\text{g/L}$]
Leitfähigkeitsdetektion mit sequenzieller Suppression	300.1	100	0.130	0.390
IC/MS-Kopplung; MS-Detektion	—	100	0.006	0.007
Nachsäulenderivatisierung mit o-Dianisidin; VIS-Detektion	317.0	100	0.210	0.640
Nachsäulenderivatisierung mit KI; UV-Detektion	326.0	1000	0.032	0.066

*Trinkwasser-Matrix: je 100 mg/L Chlorid, Sulfat und Carbonat

Aliphatische Amine im Abwasser

Aliphatische Amine sind wichtige Ausgangs- und Zwischenprodukte der chemischen und pharmazeutischen Industrie. Sie dienen der Herstellung von Lösungs- und Pflanzenschutzmitteln, Polymeren, Detergenzien, Farb-, Spreng- und Schmierstoffen sowie von Pharmazeutika. Ihre massive industrielle Verarbeitung hat zu einem starken Eintrag in aquatische Systeme geführt. Insbesondere die sekundären Amine gelten als wassergefährdend, reagieren sie doch bereits im Spurenbereich mit Nitrit zu den karzinogenen Nitrosaminen.

Die Bestimmung von kurzkettigen aliphatischen Aminen in Industrieabwässern erfolgt bequem auf einer Kationenaustauschersäule mit anschließender Leitfähigkeitsdetektion. Neben wichtigen Aminen (Methylamin, Dimethylamin, Trimethylamin, Ethanolamin, Guanidin etc.) können auch Alkali- und Erdalkalimetalle in einer einzigen Bestimmung nachgewiesen werden. Aufwändige Derivatisierungen sind nicht erforderlich. Die in vielen (Ab-)Wasserproben störenden Partikel, Kolloide, Algen oder Bakterien werden durch Inline-Ultrafiltration vollautomatisch vor der Analyse entfernt.



Mit abwassertypischen Aminen aufgestockte Wasserprobe; Säule: Metrosep C 4 - 100/4.0; Eluent: 1.7 mmol/L HNO_3 , 0.7 mmol/L Dipicolinsäure, 5 % Aceton, 0.9 mL/min; Säulentemperatur: 25 °C; Probenvolumen: 10 µL; Leitfähigkeitsdetektion ohne Suppression

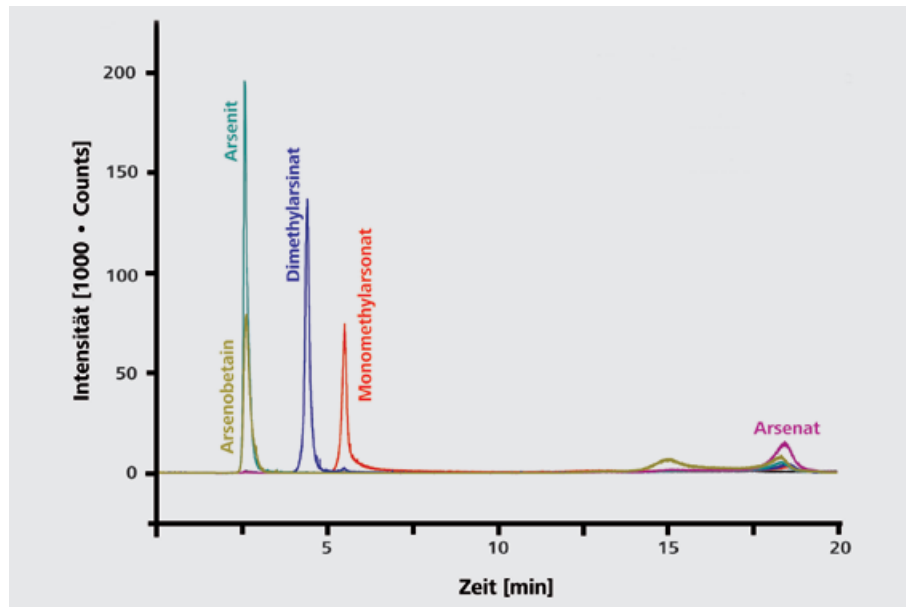


Kationenanalytik nach Inline-Ultrafiltration: 930 Compact IC Flex mit 919 IC Autosampler plus

Moderne Detektionsmethoden in der IC

Durch die Kopplung der IC mit der Massenspektrometrie (MS) und der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP/MS) rücken Nachweisgrenzen in den Ultraspurenbereich. Liegt der grosse Vorteil der strukturspezifischen IC/MS in der Möglichkeit, Verbindungen nicht nur durch ihre Retentionszeit sondern auch anhand ihres MS-Spektrums zu identifizieren (organische Säuren), so ermöglicht die IC-ICP/MS eine Unterscheidung zwischen

den verschiedenen Oxidationsstufen ein und desselben Elements. Diese Elementspeziesanalytik ist bedeutend für Elemente wie Arsen, Chrom, Quecksilber, Selen oder auch Gadolinium, die als einfache Element- und Molekülonen oder als polare und ionische Koordinationsverbindungen auftreten und in Abhängigkeit von ihrer Bindungsform unterschiedliche Toxizitäten aufweisen.



Trennung und Detektion von Arsenit, Monomethylarsinat, Dimethylarsinat sowie Arsenat mittels IC-ICP/MS; Säule: Metrosep A Supp 15 - 150/4.0; Eluent: 8 mmol/L Ammoniumnitrat, pH = 8.3, 0.7 mL/min; Probenvolumen: 10 µL; ICP/MS: ohne Reaktions- und Kollisionsmodus, m/z: 75

Weitere Applikationen

Analyt	Kopplung	EPA-Methode	Bemerkung
Bromat	IC/MS	–	neben anderen Oxohalogeniden
	IC-MS/MS	EPA 557	neben Halogenessigsäuren und Dalapon
	IC-ICP/MS	EPA 321.8	nach Entfernung von Halogenessigsäuren
Perchlorat	IC/MS	EPA 332.0 EPA 6860	in Wasser- und Bodenproben
Anionen und organische Säuren	IC/MS	–	Parallelbestimmung in verschiedenen Matrices
Kationen	IC/MS	–	Alkali- und Erdalkalimetalle sowie Übergangsmetalle
Amine	IC/MS	–	sehr empfindliche Bestimmung in Wasser- und Lebensmittelproben
Organische Säuren	IC/MS	–	in Prozesswasser neben einer hoher Salzmatrix
Kohlenhydrate	IC/MS	–	zur Peakidentifizierung nach Quantifizierung mit amperometrischem Detektor
Chrom(VI)	IC-ICP/MS	EPA 6800	Speziationsanalytik
Arsen	IC-ICP/MS	–	Speziationsanalytik
Selen	IC-ICP/MS	EPA 6800	Speziationsanalytik
Quecksilber	IC-ICP/MS	EPA 6800	Isotopenverdünnungs-Massenspektrometrie
Gadoliniumhaltige MRT-Kontrastmittel	IC-ICP/MS	–	Analytik von Gadoliniumchelaten (Gadovist, Magnevist etc.) und freien Gadoliniumionen

Voltammetrie

Die voltammetrische Spuren- und Ultraspurenanalytik von Trink-, Grund-, Oberflächen-, Meer- und Abwasser dient der Bestimmung von elektrochemisch aktiven anorganischen Ionen. Sie wird häufig zur Ergänzung und Validierung spektroskopischer Methoden eingesetzt und überzeugt durch geringen apparativen Aufwand, vergleichsweise niedrige Investitions- und Betriebskosten, einfache Probenvorbereitung, kurze Analysenzeiten sowie hohe Genauigkeit und Empfindlichkeit.

Speziationsanalytik

Ein besonderer Vorteil der Voltammetrie liegt in der Möglichkeit einer Speziationsanalytik: Der Analyt wird nicht in seiner Gesamtheit, sondern in den vorliegenden verschiedenen Oxidationsstufen und Bindungsformen bestimmt. Die Speziationsanalytik erlaubt wichtige Aussagen zur Bioverfügbarkeit und Toxizität von Schwermetallen.

Bestimmung der Komplexierungskapazität

Natürliche Wasserproben enthalten häufig organische Verbindungen. Diese können Schwermetalle komplexieren und verändern somit deren Bioverfügbarkeit und Toxizität. Als Kenngrösse zur Quantifizierung der in der Probe vorhandenen Komplexbildner dient die Komplexierungskapazität; sie bezeichnet die Menge an Schwermetallionen, die in einer Wasserprobe noch komplexiert wird. Ihre Bestimmung erfolgt durch voltammetrische Titration.

Nach jeder Zugabe einer Metallstandardlösung zur Wasserprobe wird ein Voltammogramm zur Messung der Peakhöhe aufgenommen. Das Auftragen der daraus erhaltenen Stromstärken gegen die in der Probenlösung jeweils vorhandene Metallmenge liefert eine Titrationskurve, aus der sich die Komplexierungskapazität bestimmen lässt.

Vielseitige Einsatzgebiete

Die Voltammetrie eignet sich insbesondere für Labors, in denen bei mittlerem Probendurchsatz nur einige wenige Parameter überwacht werden müssen. Wichtige Einsatzgebiete umfassen die Umweltkontrolle, Limnologie, Hydrographie, Ozeanographie, Meeresbiologie und Bodenkunde.

884 Professional VA

Das 884 Professional VA ist ein flexibles Messgerät für genaue und empfindliche voltammetrische Analysen. Die dazugehörige viva-Software erlaubt die individuelle Optimierung der Methoden.

909 UV Digester

Mit dem 909 UV Digester können störende Organika in Oberflächen- und Abwasserproben schnell, sicher und kontaminationsfrei aufgeschlossen werden. Der UV-Aufschluss ist die ideale Probenvorbereitung für die voltammetrische Bestimmung von Schwermetallen.

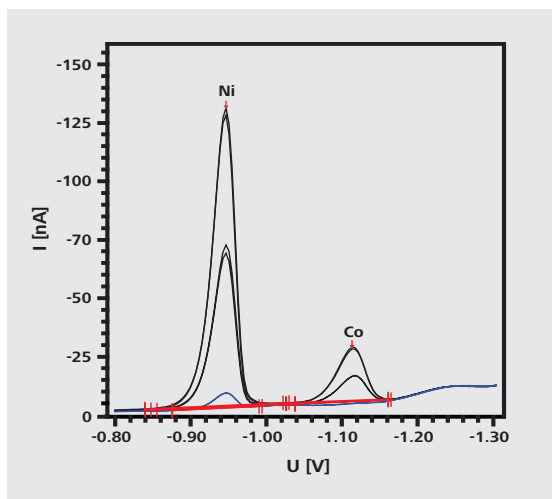




Viele toxische Übergangsmetalle und einige Anionen lassen sich voltammetrisch mit hoher Empfindlichkeit und ohne vorherige Probenvorbereitung in diversen Wässern bestimmen. Einige interessante Beispiele:

Nickel und Cobalt

Diese Metallionen müssen regelmässig in Wasserproben analysiert werden. DIN 38406 Teil 16 beschreibt deren Bestimmung in verschiedenen Wässern.



Voltammetrische Bestimmung von Nickel und Cobalt im Meerwasser gemäss DIN 38406 Teil 16

Arsen und Quecksilber mit der scTRACE Gold

Wegen der Giftigkeit von Arsen und Quecksilber empfiehlt die Weltgesundheitsorganisation einen maximalen Gehalt im Trinkwasser von 10 respektive 6 µg/L. Eine günstige und einfache Alternative zur spektroskopischen Bestimmung der beiden Elemente bietet die anodische

Stripping-Voltammetrie mit der scTRACE Gold.

Die scTRACE Gold vereint alle drei zur Messung erforderlichen Elektroden. Durch die Wahl der Messparameter ist eine Unterscheidung zwischen As(III) und As(V) möglich.

Darüber hinaus kann auch anorganisches Quecksilber mit der scTRACE Gold bestimmt werden. Hier liegt die Nachweisgrenze bei 0.1 µg/L.

Nachweisgrenzen

Element		Nachweisgrenze [ng/L]
Antimon	Sb ^{III} /Sb ^V	200
Arsen	As ^{III} /As ^V	100
Bismut	Bi	500
Blei	Pb	50
Cadmium	Cd	50
Chrom	Cr ^{III} /Cr ^{VI}	25
Cobalt	Co	50
Eisen	Fe ^{II} /Fe ^{III}	50
Kupfer	Cu	50
Molybdän	Mo	50
Nickel	Ni	50
Platin	Pt	0.1
Quecksilber	Hg	100
Rhodium	Rh	0.1
Selen	Se ^{IV} /Se ^{VI}	300
Thallium	Tl	50
Uran	U	25
Wolfram	W	200
Zink	Zn	50



Das vollautomatische VoltIC Vario pro bestehend aus mehreren 800 Dosinos, 884 Professional VA, 858 Professional Sample Processor und 940 Professional IC Vario (v.r.n.l.)

VoltIC Professional 1 – Voltammetrie und Ionenchromatographie

VoltIC Professional 1 vereint Voltammetrie (VA) und Ionenchromatographie (IC) in einem einzigen Gerät und ermöglicht die vollautomatische Analyse von Anionen, Kationen und Schwermetallen. Ein gemeinsames Liquid-Handling-System und ein Probenwechsler übernehmen die erforderlichen Probenvorbereitungsschritte und leiten die Proben dem voltammetrischen Messstand und den Ionenchromatographen zu. VoltIC Vario pro lässt sich mit nur einer einzigen Software kontrollieren. Alle Ergebnisse werden in einer gemeinsamen Datenbank abgelegt und auf Knopfdruck in einem übersichtlichen Report dargestellt.

VoltIC Professional 1 ist sehr flexibel und lässt sich den vielschichtigen Bedürfnissen im Analytiklabor leicht anpassen. Bereits vorhandene Metrohmgeräte (IC und VA) sind leicht auf ein «VoltIC Vario pro»-System erweiterbar.

Results				
Results				
Anions				
Component name	Retention time [min]	Height [μS/cm]	Area [(μS/cm) × min]	Concentration [ppm]
Fluoride	4.31	0.117	0.020	0.054
Chloride	6.61	13.860	2.651	8.181
Nitrate	11.67	5.957	1.505	8.126
Sulfate	18.20	2.883	1.061	4.845
Cations				
Component name	Retention time [min]	Height [μS/cm]	Area [(μS/cm) × min]	Concentration [ppm]
Sodium	5.13	62.993	14.709	110.074
Potassium	6.62	0.321	0.049	0.670
Magnesium	15.15	6.032	4.619	19.425
Calcium	18.28	2.945	1.896	16.355
Single results				
1_concentration Zn: 23.081 μg/L				
2_concentration Cd: N/A μg/L				
3_concentration Pb: 1.364 μg/L				
4_concentration Cu: 51.184 μg/L				

Der VoltIC-Vario-Pro-Report: Alle Ergebnisse auf einen Blick.

TitriC Vario pro – Titration und Ionenchromatographie

17

TitriC Vario pro steht für die einzigartige Kombination von Direktmessung, Titration und Ionenchromatographie und erlaubt die vollautomatische Bestimmung von Temperatur, Leitfähigkeit, pH-, m- und p-Wert, Alkalinität, Gesamthärte sowie zahlreichen Ionenkonzentrationen. Ähnlich wie beim VoltiC-Vario-pro-System verwenden die Analysatoren dieselben Liquid-Handling-Geräte, einen gemeinsamen Probenwechsler und die gleiche Datenbank. Die Steuerung erfolgt durch die Mastersoftware MagIC Net, während die Titrationssoftware **tiamo** im Hintergrund läuft. TitriC Vario pro besticht durch kurze Analysenzeiten, einen geringen Platzbedarf und eine hohe Präzision der Messungen.

TitriC Vario pro gibt es in drei Grundausführungen. Allen gemeinsam ist die Bestimmung der Temperatur und Leitfähigkeit, des pH-, p- und m-Werts sowie die ionenchromatographische Bestimmung der Anionen.

In der Grundausführung TitriC Vario pro I werden die Ca- und Mg-Gehalte titrimetrisch erfasst. Die Kationenbestimmung in TitriC Vario pro II und TitriC Vario pro III erfolgt mittels Ionenchromatographie. TitriC Vario pro III verfügt darüber hinaus noch über einen Probenwechsler mit Discover-Funktion für die automatische Entfernung der Probengefäßdeckel. Bei Bedarf lassen sich weitere Bestimmungen in die «TitriC Vario pro»-Systeme integrieren.



TitriC Vario pro III besteht aus 856 Conductivity Module, zwei 800 Dosinos, 802 Stirrer, 905 Titrand, 815 Robotic USB Sample Processor XL und dem 940 Professional IC Vario für Anionen und Kationen.

Potentiostaten und Galvanostaten

18

Energie aus dem Abwasser: die mikrobiologische Brennstoffzelle

Wie alle Lebewesen decken Mikroorganismen ihren Energiebedarf über den Abbau von energiereichen Substanzen. Dies macht sich der Mensch in Kläranlagen zunutze, wo Bakterien die organische Schadstofffracht weitgehend mineralisieren. Dabei setzen die Mikroorganismen Elektronen frei, die sie auf Elektronenakzeptoren wie Sauerstoff, Nitrat und Sulfat übertragen. Geschieht dieser Elektronenübergang von einem Mediator – also einer Elektronenbrücke – auf einen festen Elektronenempfänger wie eine Anode, so fließt in Kombination mit einer Kathode und einem Verbraucher ein elektrischer Strom. Eine weitere Voraussetzung ist, dass die Bakterien in Form eines Biofilms in direktem Kontakt zur Elektrode stehen.

Erste Ergebnisse zeigen, dass sich der Schadstoffabbau im Abwasser zur Energiegewinnung nutzen lässt. Ziel ist eine energieneutrale Abwasserreinigung. Dazu müssen jedoch die Übertragungsprozesse der Elektronen, zum Beispiel durch Vergrößerung der Elektrodenoberfläche, noch optimiert werden. Derzeit arbeitet man mit Elektroden aus unzähligen leitfähigen Carbonfasern auf denen die Bakterien sitzen. Die spektroelektrochemischen Untersuchungsmethoden des PGSTAT128N von Autolab erlauben, die Übertragungsprozesse der Elektronen aufzuklären.

 **Metrohm**
Autolab B.V.

www.metrohm-autolab.com



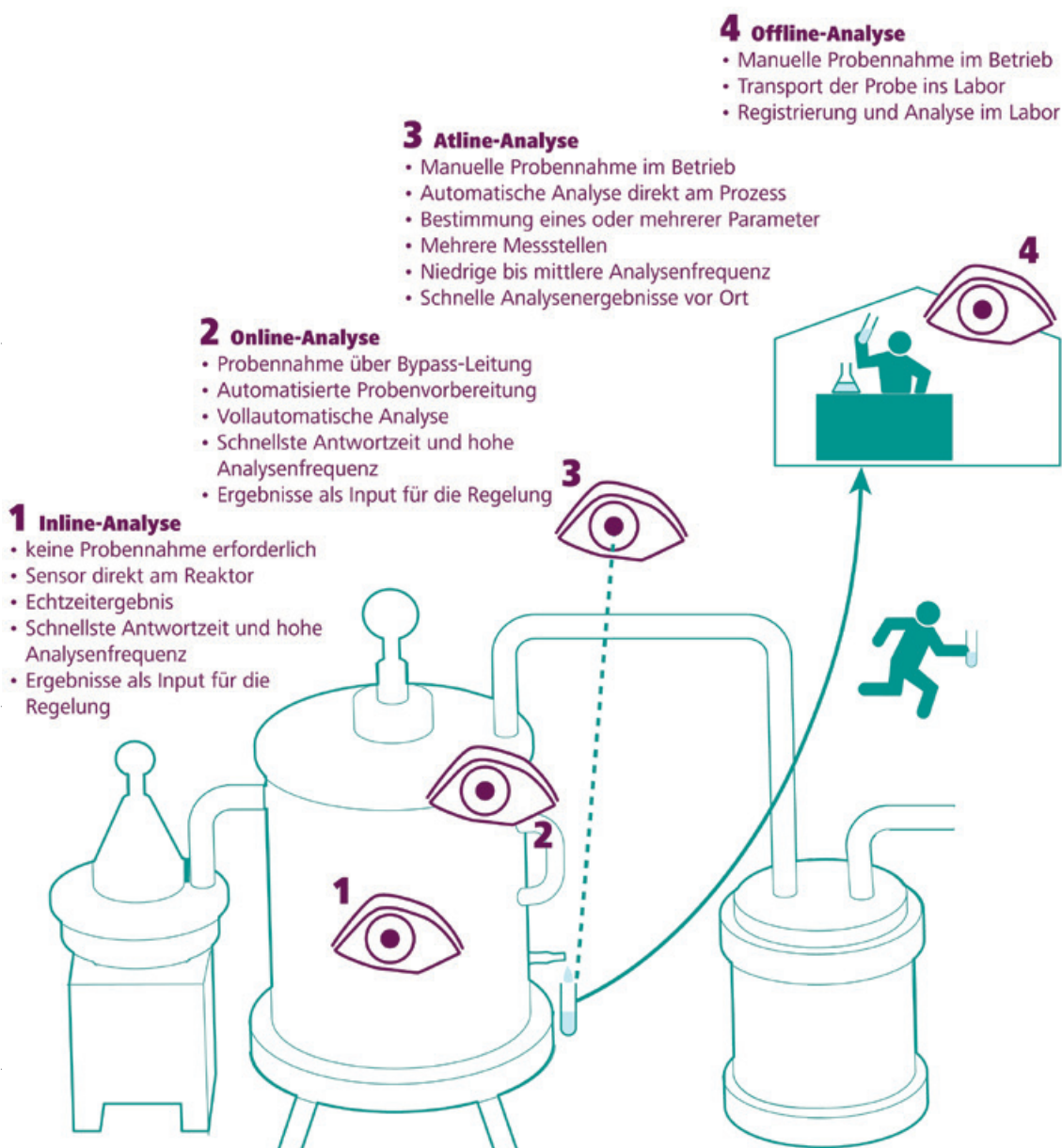
Online- und Atline-Analysensysteme von Metrohm Process Analytics

Online- und Atline-Analysensysteme von Metrohm Process Analytics werden in den unterschiedlichsten Branchen für die Prozesskontrolle eingesetzt. Verlässliche Analyseergebnisse werden direkt im Prozess mit modernsten Methoden der Ionenanalytik ermittelt: Messung von pH-Wert, Leitfähigkeit und Redoxpotential, Titrationen, Karl-Fischer-Titration, Photometrie, Messung mit ionenselektiven Elektroden (Dynamische Standardaddition) und Voltammetrie.

Metrohm Process Analytics ist Spezialist für die Online- und Atline-Analytik und verfügt auf diesem Gebiet über 40

Jahre Erfahrung. Wir bieten ein breites Programm von Prozessanalysatoren und Probenvorbereitungssystemen für verschiedenste Applikationen in unterschiedlichsten Branchen.

Metrohm Process Analytics ist ein Unternehmen der Metrohm-Gruppe und unterstützt Sie weltweit in 45 Ländern mit eigenen Niederlassungen. Unsere Spezialisten beraten Sie bei der Planung, projektieren Ihr massgeschneidertes Analysesystem, setzen es in Betrieb und unterstützen Sie im Routinebetrieb mit professionellen Wartungs- und Serviceleistungen.



Massgeschneiderte Online- und Atline-Prozesskontrolle

Die hervorragenden Löseeigenschaften des Wassers bedingen, dass sich eine grosse Anzahl von organischen und anorganischen Verbindungen darin ansammeln. Dies erfordert eine leistungsstarke Analytik, welche die Zusammensetzung des Wassers kontinuierlich überwacht. Mit den Prozessanalysatoren von Metrohm Process Analytics ist dies 24 Stunden am Tag und 7 Tage die Woche möglich. Die Analysatoren werden direkt vor Ort, so nah wie möglich am Prozess eingesetzt und arbeiten ohne jeglichen Bedieneringriff. Dabei spielt es keine Rolle, ob Sie in einem Probenstrom einen einzelnen Parameter oder in komplexen Mehrfach-Probenströmen verschiedene Parameter gleichzeitig erfassen möchten – Metrohm Process Analytics bietet Ihnen in jedem Fall den geeigneten Online- oder Atline-Analysator.

Bewährte nasschemische Verfahren

Fast alle Analyzer von Metrohm Process Analytics basieren auf nasschemischen Verfahren wie Titration, Kolorimetrie oder Messungen mit ionenselektiven Elektroden. Probenahme und Probenvorbereitung sind dabei mindestens ebenso wichtig wie die Analyse selbst.

Einfache Netzwerkintegration

Aber, was nützt die beste Wasseranalyse ohne leistungsfähige Schnittstellen für den Datentransfer? Alle Analyzer sind mit digitalen sowie analogen Datenausgängen ausgestattet. Ergebnisse können beispielsweise via analoge 4–20-mA-Signale übertragen und Alarme per digitale Ausgänge ausgelöst werden. Umgekehrt lassen sich digitale Eingänge für Remote-Start/Stop-Befehle verwenden.

Online Analyzer für die Einzelparameteranalytik

Die Familie der ICON Analyzer basiert auf kolorimetrischen und die der Alert Ion Analyzer auf ionenselektiven Elektrodenverfahren (ISE). Die ISE-Methoden werden generell für Messungen im ppm- und Prozent-Bereich eingesetzt, wohingegen kolorimetrische Verfahren für den µg/L- und mg/L-Bereich Verwendung finden. Einige typische Anwendungen:

Natrium- und Silikationen in Kraftwerken

Sowohl Natrium- als auch Silikationen spielen in den im Kühlwassersystem ablaufenden Korrosionsprozessen eine bedeutende Rolle. In Kraftwerken müssen ihre Konzentrationen ständig überwacht werden. In Kombination mit der Na-selektiven Elektrode von Metrohm kann der Alert Ion Analyzer Natriumkonzentrationen bis 1 µg/L bestimmen. Niedrigere Nachweisgrenzen erschliessen sich durch Kombination mit dem präziseren ICON Analyzer: Kolorimetrisch kann Silikat in Kühlwasser oder hochreinem Wasser bis zu Konzentrationen von 1 µg/L bestimmt werden.





Gesamter organischer Kohlenstoffgehalt (TOC)

Der gesamte organische Kohlenstoffgehalt (Total Organic Carbon; TOC) ist ein sehr aussagekräftiger Summenparameter, der die Gesamtheit des organischen Kohlenstoffs in der untersuchten Probe angibt. Sein Betrag steht für den Grad der organischen Verunreinigung. Als Online-Parameter lässt er sich bequem automatisieren und besticht durch eine hohe Präzision und Genauigkeit. Ein weiterer Vorteil: Seine Bestimmung kommt ohne giftige Chemikalien aus.

Zur kontinuierlichen Überwachung des TOC-Wertes in allen Wassertypen eignet sich der 7010 TOC Analyzer. Die Oxidation des organischen Kohlenstoffs erfolgt mittels Persulfat in Gegenwart von UV-Licht und steht im Einklang mit den Verordnungen der EPA, ASTM, NAMUR und ISO.

Chemischer Sauerstoffbedarf

Der chemische Sauerstoffbedarf (CSB) gehört zu den bedeutendsten Summenparametern für die Bewertung der Abwasserbelastung. Metrohm Process Analytics bietet sowohl die titrimetrische – beschrieben auf Seite 7 – als auch die kolorimetrische Bestimmung an: Je nach geforderter Nachweisgrenze übernimmt einer der beiden Online-Analysatoren – entweder der ADI 2045TI Process Analyzer oder das Process Colorimeter ADI 2019 – die kontinuierliche CSB-Bestimmung.

Schwermetalle, Phosphate, Nitrate und CSB im Abwasser

In industriellen und kommunalen Abwässern müssen zahlreiche Parameter kontinuierlich überwacht werden. Dazu gehören zum Beispiel die Schwermetalle Cadmium, Blei, Zink und Cobalt sowie die Ionen Nitrat, Ammonium, Phosphat und Sulfat. Metrohm Process Analytics verfügt über ein breites Spektrum von Analysatoren: Während der ADI 2045VA Process Analyzer auf die Bestimmung von Schwermetallen spezialisiert ist, übernehmen die ADI 201Y und ADI 2045TI Process Analyzer die übrigen Analysen. Des Weiteren bietet Metrohm Process Analytics noch eine grosse Anzahl von Probenvorbereitungssystemen an, die mit jeder Applikation – und sei sie noch so ausgefallen – kombinierbar ist.

Eisen in Trinkwasser

Der Geschmack des Trinkwassers hängt in erheblichem Masse von seiner Herkunft und Aufbereitung ab. Je nachdem, ob es durch Stein, Lehm oder Kiessand geflossen ist, enthält es einen unterschiedlichen Gehalt an Magnesium, Eisen, Sulfat und Carbonat. Insbesondere Eisenkonzentrationen über 2 mg/L beeinträchtigen den Geschmack. Viele Wasserversorger entfernen das Eisen mittels Sandfilter. Die für die Wasseranalytik entwickelten Alert Ion Analyzer kontrollieren die Filterleistung im 6-Minutentakt. Der Nachweis erfolgt kolorimetrisch.

II. Boden

22 pH-Wert- und Leitfähigkeitsbestimmung

Die Pedosphäre bezeichnet einen hochkomplexen Grenzbereich, in dem Lithosphäre, Hydrosphäre, Atmosphäre und Biosphäre koexistieren. Als Mehrphasensystem besteht die Pedosphäre vorwiegend aus mineralischer Bodensubstanz, zu ungefähr gleichen Teilen aus Bodenluft und Bodenwasser sowie aus einem geringen Anteil an organischer Materie. Die Pedosphäre bildet die zentrale Lebensgrundlage für Pflanzen, Tiere und Menschen. Darin enthaltene Schadstoffe stammen meist aus der Verwitterung, der Bewirtschaftung oder aus der Luft.

Boden-pH-Wert – die Bodenreaktion gemäss ISO 10390

Der pH-Wert einer Bodenprobe ist der am häufigsten bestimmte Parameter in der Bodenanalytik. Er ist die Kenngrösse der sogenannten Bodenreaktion und erlaubt es, Böden nach ihrer Säure- oder Basenwirkung einzuteilen. Der Boden-pH-Wert erlaubt wichtige Aussagen zu Nährstoffangebot, Schadstoffbindevermögen und mikrobieller Aktivität im Boden. So sind viele Metalle (Spurenelemente) in sauren Böden deutlich mobiler. Bei sehr niedrigen Boden-pH-Werten können schnell toxische Werte erreicht werden, welche die Wurzeln der Pflanze schädigen. Umgekehrt führen zu hohe pH-Werte infolge einer Immobilisierung schnell zu einem Spurenelementmangel.

Ein einfaches Verfahren zur Bestimmung des pH-Werts ist die in ISO 10390 beschriebene Aufschlämmung einer luftgetrockneten und gesiebten (max. 2-mm-Sieb) Bodenprobe mit destilliertem Wasser und anschliessender Messung. Zur Erfassung der an den Ionenaustauschern des Bodens absorbierten Protonen beschreibt die Norm zudem eine der pH-Bestimmung vorangehende Aufschlämmung mit einer 0.01 molaren CaCl_2 - oder einer 1 molaren KCl-Lösung.

Die Flachmembran-Elektrode eignet sich hervorragend für pH-Messungen in sedimenthaltigen Probenlösungen.



Das 914 pH/Conductometer: für das Labor und als robuster Begleiter für den mobilen Einsatz im Feld



Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit in Bodenproben gemäss ISO 11265

Die Bestimmung der Leitfähigkeit liefert qualitative Informationen über den gelösten Salzanteil im Boden. Sie erlaubt Rückschlüsse auf die Möglichkeit des Bodenwassers, Mineralstoffe im Boden zu mobilisieren.

Zur Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit wird eine abgewogene Menge einer getrockneten Bodenprobe mit einem definierten Volumen destillierten Wassers aufgeschüttelt und anschliessend direkt gemessen.

Titration

Gesamter organischer Kohlenstoff (TOC-Wert)

Die Gesamtheit der abgestorbenen organischen Bodensubstanz wird als Humus bezeichnet. Humus bildet keine einheitliche Bodenfraktion, sondern liegt je nach Zersetzungsgrad in den unterschiedlichsten Formen vor. Er versorgt die Pflanze mit Nährstoffen und bildet einen wichtigen Lebensraum für viele Bodenlebewesen. Der wichtigste Bestandteil des Humus ist der gesamte organische Kohlenstoff (Total Organic Carbon, TOC), der im allgemeinen auch als Mass für den Humusgehalt herangezogen wird.

Die Bestimmung des TOC-Werts einer Bodenprobe basiert auf dem Walkley-Black-Verfahren. Hierzu wird eine luftgetrocknete Bodenprobe (nach Bestimmung des Wassergehaltes) mit einer schwefelsauren, einmolaren Kaliumdichromatlösung versetzt, wodurch alle organischen Kohlenstoffbestandteile in der Bodenprobe oxidiert werden. Das unverbrauchte Dichromat wird anschliessend mit einer Eisensulfatlösung zurücktitriert.



Stand-alone Titrator 916 Ti-Touch für die Routineanalytik





Wichtige Bodenparameter – Übersicht

Methode	Probenvorbereitung	Detektionstyp	Titriermittel
pH-Wert (ISO 10390)	Aufschlammung	Direktmessung	–
pH-Wert im Rahmen der Bestimmung des Auslaugungsverhaltens von anorganischen Bestandteilen aus Abfall (DIN CEN/TS 14997)	Kontinuierliche Einstellung des pH-Werts, um pH-Abhängigkeit der Auslaugung zu untersuchen	pH-Direktmessung (mit anschließender Eluatanalytik)	–
Leitfähigkeit (ISO 11265)	Aufschlammung	Direktmessung	–
Gesamter organischer Kohlenstoff (TOC) nach Walkley-Black	$K_2Cr_2O_7/H_2SO_4$ -Aufschluss	Optisch mit Bariumdiphenylaminsulfonat	1 mol/L $FeSO_4$ (sauer)
Aluminium	Extraktion	Optisch, Phenolphthalein	0.02 mol/L NaOH
Carbonatgehalt nach Piper (auch als Schnelltitrations- oder als Säureneutralisationsmethode bezeichnet)	Bodenprobe wird mit 0.2 mol/L HCl geschüttelt und absitzen lassen; von der überstehenden Lösung werden 10 mL mit NaOH zurücktitriert	a) Photometrisch mit Phenolphthalein b) Potentiometrisch, SET-Titration auf pH 7.8	0.1 mol/L NaOH
Acidität «Exchangeable acidity» (H+Al)	Ionenaustausch mit 1 mol/L KCl	a) Photometrisch mit Phenolphthalein b) Potentiometrisch, SET-Titration auf pH 7.6	0.025 mol/L NaOH
Gesamtcyanid und leicht freisetzbares Cyanid (ISO 11262)	Destillation	a) Photometrisch mit Phenolphthalein b) Potentiometrisch	0.005 mol/L $AgNO_3$
Lösliche Anionen Carbonat/Bicarbonat (Alkalinität)	Extraktion mit CO_2 -freiem dest. Wasser	SET-Titration auf pH 8.4 und 4.4	0.1 mol/L HCl

Ionenchromatographie

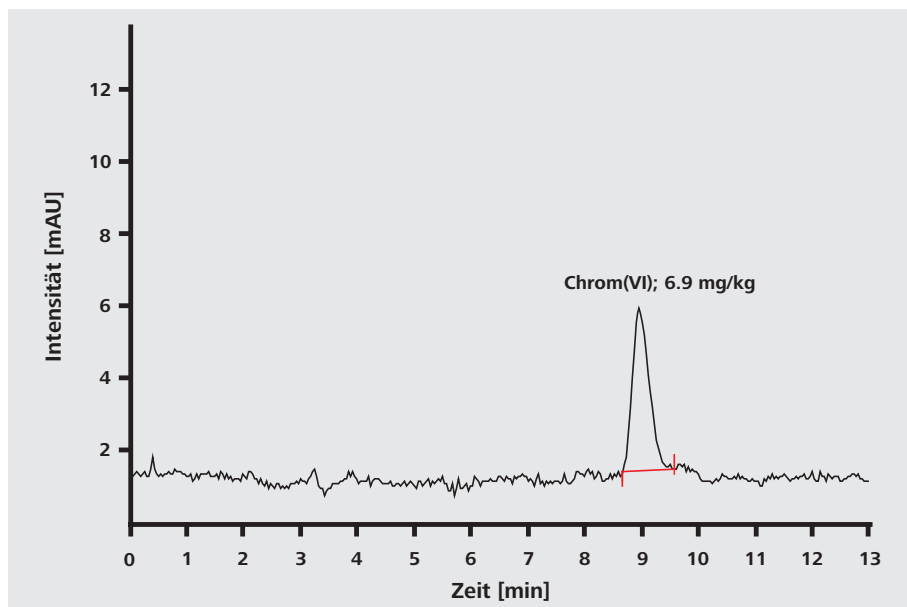
Chromat in Bodenproben

Chrom tritt bevorzugt in den stabilen Oxidationsstufen Cr(III) und Cr(VI) auf. Dabei bestimmt die Oxidationsstufe die biologischen und toxikologischen Eigenschaften, die unterschiedlicher kaum sein könnten: Cr(III) gehört zu den essentiellen Spurenelementen und spielt insbesondere beim Fett- und Glucosestoffwechsel eine wichtige Rolle, während das hexavalente Chrom hoch toxisch und kanzerogen ist.

Chrom ist in allen Boden- und Gesteinsarten in unterschiedlichen Konzentrationen vorhanden. Meist kommt es in der kationischen und wenig bioverfügbaren dreiwertigen Form vor; es kann aber auch – meist infolge anthropogener Einträge – als toxisches und sehr mobiles Chrom(VI)-Anion auftreten. Infolge der unterschiedlichen Toxizität ist weniger die Gesamtkonzentration des Chroms als vielmehr die Konzentration des Chromats von Interesse.

Die Ionenchromatographie weist Chromat im Boden bis in den $\mu\text{g/L}$ -Bereich nach. Dabei wird das relativ grosse, zweifach geladene Chromatanion auf einer Anionenaustauschersäule von den anderen Anionen getrennt und anschliessend mittels Nachsäulenreaktion mit 1,5-Diphenylcarbazidlösung zu einem rot-violetten Komplex umgesetzt, der mittels UV/VIS-Detektor bei 540 nm bestimmt wird.

Die Probenvorbereitung der Bodenprobe ist anspruchsvoll. Es muss sichergestellt werden, dass die Extraktionslösung das Chromat aus den Proben löst, ohne dass sich die Oxidationsstufe des Chromats dabei verändert. Für die meisten Bodenproben wird ein alkalischer Aufschluss nach EPA 3060A oder ISO EN 15192 empfohlen. Vor der ionenchromatographischen Bestimmung ist ein Filtrieren mit $0.45\ \mu\text{m}$ -Filtern notwendig. Dieser Schritt kann mittels Inline-Ultrafiltrationszelle auch bequem automatisiert werden.



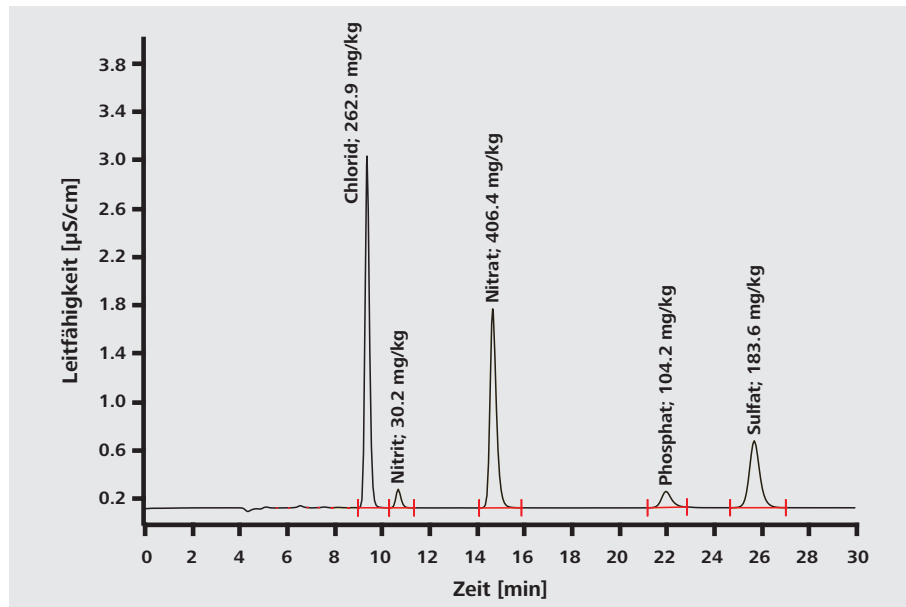
Aufgearbeitete Bodenprobe (2.5 g Boden in 100 mL 0.25 mol/L NaOH/0.14 mol/L Na_2CO_3 , danach mit Reinstwasser 1:10 verdünnen); Säule: Metrosep A Supp 5 - 250/4.0; Eluent: 15 mmol/L Na_2CO_3 , 10 mmol/L NaOH, 0.7 mL/min; Säulentemperatur: 25 °C; Probenvolumen: 100 μL ; Nachsäulenderivatisierung mit 0.5 g/L 1,5-Diphenylcarbazid, 10 % Methanol, 0.5 mol/L H_2SO_4 , Flussrate Nachsäulenreagenz: 0.5 mL/min; UV/VIS-Detektion bei 540 nm



Anionen und Kationen in Bodenproben

Der Nährstoffgehalt in Bodenproben bestimmt das Pflanzenwachstum und ist insbesondere im Hinblick auf die landwirtschaftliche Nutzung von grosser Bedeutung. Dabei interessieren in erster Linie die Konzentrationen der Hauptnährelemente (Makronährelemente) Stickstoff, Phosphor, Kalium, Calcium, Magnesium und Schwefel.

Die Ionenchromatographie mit Leitfähigkeitsdetektion ermöglicht eine rasche Bestimmung der Stickstoffkomponenten Nitrat, Nitrit und Ammonium sowie der Ionen Sulfat, Phosphat, Calcium, Magnesium und Kalium. Die Probenvorbereitung umfasst eine wässrige Extraktion der Bodenproben.



Anionenbestimmung in einer aufgearbeiteten Bodenprobe, 10 g Aussaaterde in 100 g Wasser, danach 10 Minuten im Ultraschallbad extrahieren, mit Reinstwasser 1:10 (v/v) verdünnen und anschliessend mit 0.45-µm-Filtern und RP-Kartuschen filtrieren; Säule: Metrosep A Supp 5 - 250/4.0; Eluent: 3.2 mmol/L Na_2CO_3 , 1.0 mmol/L NaHCO_3 , 5 % Aceton, 0.7 mL/min; Säulentemperatur: 30 °C; Probenvolumen: 20 µL; Leitfähigkeitsdetektion nach sequenzieller Suppression



940 Professional IC Vario mit 944 Professional UV/VIS Detector Vario und 943 Professional Reactor Vario: das ideale System für Ihre Chromatanalytik.

Spurenelemente und Schadstoffe im Boden

Die Bestimmung des Nährstoffgehalts im Boden setzt neben der ionenchromatographischen Analyse der Hauptnährelemente auch eine Bestimmung der essentiellen Spurenelemente Eisen, Mangan, Zink und Kupfer voraus. Dies kann mit einer sehr hohen Genauigkeit und Empfindlichkeit mittels der Voltammetrie erfolgen. Des Weiteren eignet sich die Voltammetrie zur Schadstoffanalytik von Schwermetallen wie Blei, Cadmium, Chrom, Quecksilber, Uran und Zink im Boden.

Im Gegensatz zu Wasseranalysen geht der Ionenanalyse in Böden meistens eine Extraktion oder ein Aufschluss voraus, um die Ionen in die wässrige Lösung zu überfüh-

ren. In Normen werden verschiedene Verfahren zur Probenvorbereitung (z. B. ISO 12914) beschrieben. Die gewonnenen Extrakte können meist direkt voltammetrisch bestimmt werden.

Ein weiteres Anwendungsgebiet der Voltammetrie umfasst die Bestimmung von phosphororganischen Pestizidrückständen wie zum Beispiel Diazinon, Malathion sowie Parathion-methyl und Parathion gemäss AOAC 970.53. Durch Extraktion mit organischen Lösungsmitteln werden die elektrochemisch aktiven Wirkstoffe von der Bodenmatrix abgetrennt und anschliessend an der HMDE adsorptiv angereichert und durch Reduktion bestimmt.



Potentiostaten und Galvanostaten

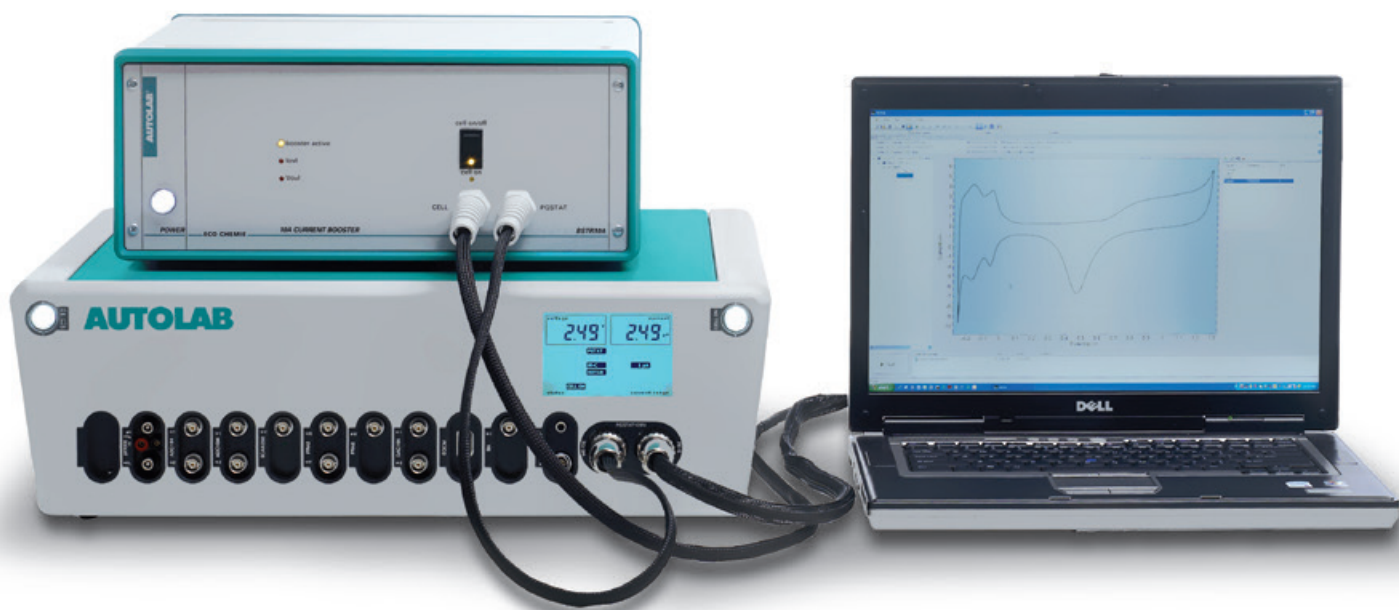
29

Analytik für die Elektrosanierung von kontaminierten Böden

Mit Schwermetallen und Organika kontaminierte Böden stellen ein grosses Risiko für die Umwelt dar, weshalb kostengünstige und umweltverträgliche Sanierungen der Altlastenstandorte immer dringlicher werden. Stand der Technik sind sogenannte In-situ-Verfahren, bei denen kontaminierte Böden behandelt werden, ohne diese auszuheben. Ein vielversprechendes Verfahren ist die Elektrosanierung (auch als elektrochemische Sanierung bezeichnet), bei der im Bodenkörper installierte und an eine Gleichstromquelle angeschlossene Anoden- und Kathodenreihen ein elektrisches Feld induzieren unter dessen Einfluss elektrokinetische Transport- und Redoxprozesse ablaufen. In deren Folge werden Schwermetalle an der Kathode reduziert und organische Schadstoffe wie Phe-

nole, aromatische Amine oder halogenierte Kohlenwasserstoffe an der Anode oxidiert. Elektrosanierungen eignen sich hervorragend für feinkörnige Ton-, Lehm- oder Schluffböden mit hohem Wasserrückhaltevermögen, bei denen andere In-situ-Sanierungsverfahren meist versagen.

Die ersten Autolab Potentiostaten/Galvanostaten wurden genau vor zwei Jahrzehnten für diese Art von Applikationen entwickelt. Eine Kombination aus Potentiostat/Galvanostat PGSTAT128N (Cyclische Voltammetrie und galvanostatische Analyse) und einem Booster ermöglicht es, die im Bodenkörper ablaufenden Redoxreaktionen – die Oxidation von Organika und die Reduktion von Schwermetallen – zu verfolgen.



Autolab PGSTAT128N mit BSTR10A 10A Current Booster

 **Metrohm**
Autolab B.V.

www.metrohm-autolab.com

III. Luft

Durchschnittlich etwa 300'000 m³ Luft strömen in einem Leben durch die Atemwege eines Menschen. Verunreinigungen in der Atmosphäre gelangen so direkt in die Lunge. Besonders gefährlich sind Aerosole, die Partikel mit Durchmessern von weniger als 10 µm enthalten und auch als Feinstaub bekannt sind. Es handelt sich um luftgetragene heterogene Substanzgemische aus kleinsten, teils festen, teils flüssigen Teilchen. Je kleiner diese sind, desto tiefer gelangen sie in die Lunge. Haben sie es bis an den Ort des Gasaustausches, die Lungenbläschen (Aveolen), geschafft, dann trennt sie nur noch ein Mikrometer Gewebe vom Blutkreislauf.

Aerosole stammen sowohl aus natürlichen (Vulkanausbrüche, Meeresgisch, Wüstenstaub, Feuer, biogenen Einträge) als auch anthropogenen (fossile Verbrennung, industrielle Produktion) Quellen. Indem sie das Sonnenlicht

reflektieren und als Kondensationskeime für die Wolkenbildung dienen, beeinflussen sie unser Klima und Wetter.

Die chemische Zusammensetzung der Aerosole ist hochkomplex und noch nicht vollständig aufgeklärt. Um die Auswirkungen der Aerosole auf die Gesundheit und das Klima abzuschätzen, ist es erforderlich, ihre chemische Zusammensetzung zu kennen. Die Probennahme erfolgt mittels zwei unterschiedlicher Typen von Aerosolsammlern: Da sind zum einen die Filtersammler, die auf einer Abscheidung der suspendierten Partikel auf Oberflächen beruhen, meist einer Pumpe bedürfen, im offline-Modus betrieben werden und Messdaten über längere akkumulierte Zeiträume liefern. Zum anderen gibt es die leistungsstarken Aerosolsammler wie PILS oder MARGA, die vorwiegend im online-Modus arbeiten und semikontinuierliche Daten bereit stellen.

Filtermethoden

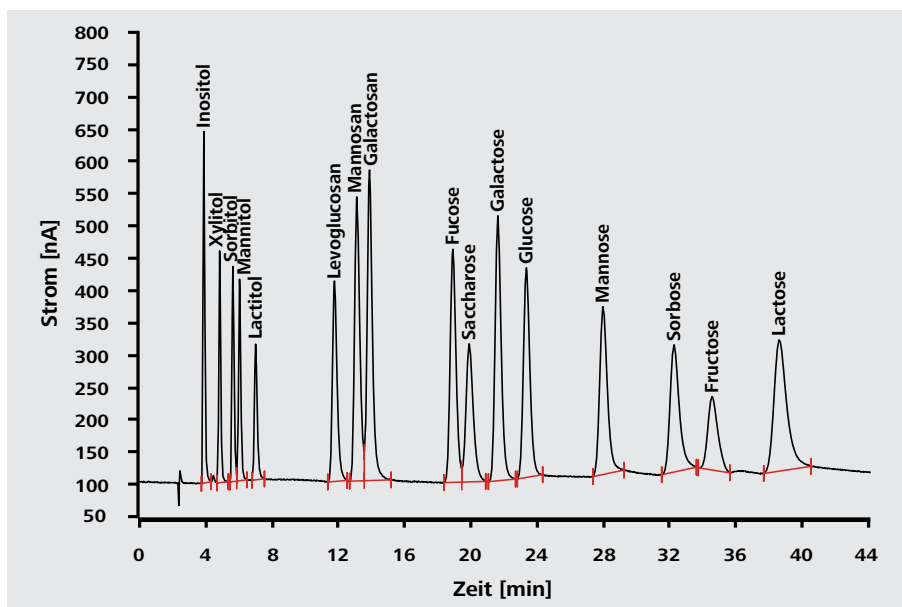
Der in der Luft enthaltene Feinstaub wird mit einem bestimmten Luftfluss über einen definierten Zeitraum auf Filtern gesammelt. Die Probennahme erfolgt meist gemäss DIN EN 12341. Die Staubsammelproben werden extrahiert und der Extrakt im Anschluss ionenchromatographisch oder voltammetrisch analysiert.

Saccharidmarker im Feinstaub mittels IC

Die Anhydrozucker Levoglucosan, Mannosan und Galactosan entstehen bei der Verbrennung von Cellulose und Hemicellulose und fungieren als Marker für die Verbrennung von Biomasse. Dagegen sind die Zuckeralkohole Arabitol und Mannitol Markersubstanzen für biologische Prozesse: Schleudern Pilze Sporen in die Luft, so steigt die Mannitolkonzentration im Aerosol. Untersuchungen im Amazonas-Regenwald ergaben einen von Pilzsporen ver-

ursachten biogenen Aerosolanteil von bis zu 50 %. Konzentrationsprofile dieser Saccharidmarker erlauben somit, Hinweise auf Aerosolquellen zu erhalten. So zeigt die Analyse der Saccharidzusammensetzung in Sommerfiltern einen wesentlich höheren Anteil an Zuckeralkoholen; in Winterfiltern dominieren dagegen die Anhydrozucker, vor allem Levoglucosan.

Nach der direkten Wasserextraktion der Aerosolfilter werden die Saccharidmarker ionenchromatographisch getrennt und mittels der gepulsten amperometrischen Detektion zuverlässig bis in den unteren ng/m^3 -Bereich bestimmt. Die IC-PAD-Methode benötigt keine Derivatisierungen, ist leicht automatisierbar und eignet sich für den Routineeinsatz bei grösseren Probenreihen.



Bestimmung von Saccharidmarkern; Säule: Metrosep Carb 2 - 150/4.0; Eluent: 5 mmol/L Natriumhydroxid, 2 mmol/L Natriumacetat, 0.6 mL/min; Säulentemperatur: 40 °C; Probenvolumen: 20 μL ; PAD-Messmodus (Goldarbeitsselektrode)

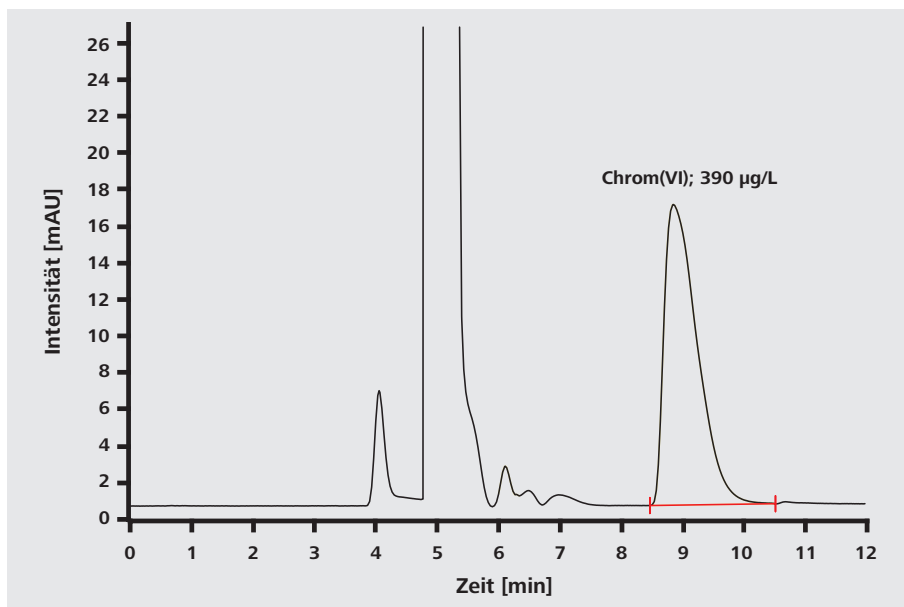


Chrom(VI) im Feinstaub der Raumluft – IC-Methode gemäss ASTM D6832

Wasserlösliche Chrom(VI)-Partikel der Fraktion $PM_{2.5}$ gelangen beim Einatmen bis in die Lungenbläschen. Dort durchdringen sie das äusserst dünne Gewebe und gelangen über das Blutplasma in Leber- und Nierenzellen. Ausgehend von den roten Blutkörperchen wechselwirkt $Cr(VI)$ so mit den zellulären Proteinmolekülen der DNA.

Wie für andere krebserregende Verbindungen gilt für Chrom(VI) anstelle eines Arbeitsplatzgrenzwertes das Minimierungsprinzip ALARA (As Low As Reasonably Achievable; so gering wie vernünftigerweise zu erzielen ist). Es fordert, Emissionen von kanzerogenen Stoffen auf ein

Minimum zu reduzieren. Dies verlangt neben der Speziationsanalytik Nachweisgrenzen im unteren $\mu g/L$ -Bereich. Die in der ASTM D6832 beschriebene Methode zur Chrom(VI)-Bestimmung im Feinstaub von Innenräumen beschreibt eine ionenchromatographische Trennung der Chrom(VI)-Spezies mit Nachsäulenderivatisierung und spektrophotometrischer Detektion. Probennahme und Probenvorbereitung sind so gewählt, dass keine Umwandlungen zwischen tri- und hexavalenten Chromverbindungen auftreten. Des Weiteren kann über die Wahl des Extraktionsmittels zwischen löslichen und unlöslichen Chrom(VI)-Verbindungen unterschieden werden.



Bestimmung des unlöslichen Chrom(VI)-Gehalts in Filterextrakten einer Luftprobe; Ultraschallunterstützte Extraktion mit 3 % Na_2CO_3 und 2 % $NaOH$ mit anschliessender 1:1-Verdünnung (v/v) des Extraktes mit Wasser; Säule: Metrosep A Supp 10 - 250/4.0; Eluent: 0.25 mol/L $(NH_4)_2SO_4$, 0.05 mol/L NH_4OH , 0.6 mL/min; Säulentemperatur: 25 °C; Probenvolumen: 1000 μL ; Nachsäulenderivatisierung mit 2 mmol/L 1,5-Diphenylcarbazid, 10 % Methanol, 0.5 mol/L H_2SO_4 ; Flussrate Nachsäulenreagenz: 0.2 mL/min; UV/VIS-Detektion bei 540 nm



Schwermetalle im Feinstaub mittels VA

Die im Feinstaub und Staubniederschlag enthaltenen Schwermetalle (wie Blei, Cadmium und Zink) wirken einerseits direkt über den Luftpfad auf die Atemwege, können sich andererseits aber auch durch nasse und trockene Deposition aus der Luft in Gewässern und Boden anreichern und so in den Nahrungskreislauf und von dort in den Organismus gelangen. Neben der kanzerogenen Wirkung schädigen Schwermetalle insbesondere Nieren, Leber sowie die Nerven- und Blutgefäßsysteme.

Obwohl die Schwermetallimmissionen seit des Verbots von verbleitem Benzin stark rückläufig sind, weisen Feinstaubproben verkehrs- und industrieexponierter Standorte noch immer merkliche Blei-, Arsen- und Cadmiumanteile auf. So schreibt die Luftqualitätsrichtlinie 2008/50/EG des Europäischen Parlaments und des Rates über Luftqualität und saubere Luft, Grenz- und Zielwerte für diverse Schadstoffkonzentrationen in der Luft vor.

Mit Hilfe der Voltammetrie können Schwermetalle in der Luft bis in den Spurenbereich bestimmt werden.

Semikontinuierliche Methoden

34

PILS – Particle Into Liquid Sampler

Im Gegensatz zu den Filtermethoden erlaubt der Particle Into Liquid Sampler (PILS) eine viel höhere zeitliche Auflösung. Etwa alle 15 Minuten sind fortlaufende Messungen möglich. Diese hohe Zeitauflösung erlaubt es, Veränderungen in der Aerosolzusammensetzung mit meteorologischen und anderen Daten zu korrelieren. Des Weiteren entfällt die aufwändige und fehleranfällige manuelle Probenvorbereitung sowie die lästige Probenaufbewahrung.

Die Funktionsweise des PILS ist einfach: Am Einlass begrenzt ein grössenselektive Glasspirale (Zyklon) die Partikelgrösse der Aerosole wahlweise auf maximal 1, 2.5 oder 10 μm (PM_{10} , $\text{PM}_{2.5}$, PM_{10}). Anschliessend gelangen die Aerosole in eine Kondensationskammer und treffen dort auf eine übersättigte Wasserdampfphase. Innerhalb kürzester Zeit wachsen sie zu Tröpfchen an, werden abgeschieden und mittels einer Hilfsflüssigkeit dem Ionenchromatographen oder der voltammetrischen Messzelle zugeleitet.

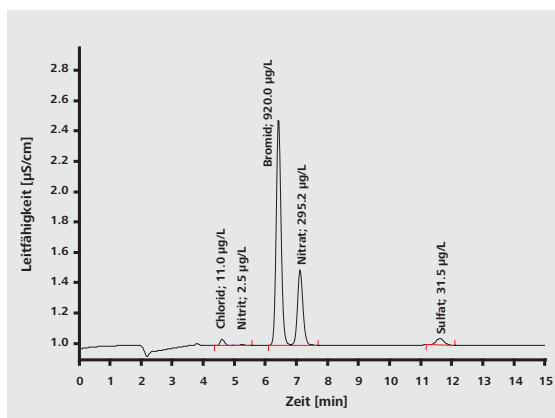
PILS kann mit den verschiedensten Analysatoren direkt verbunden werden. Neben der in dieser Broschüre beschriebenen Kopplung zu Ionenchromatographen und voltammetrischen Messständen sind auch Kopplungen zu TOC- oder ICP-Analysatoren verbreitet. Während ersterer den gesamten organischen Kohlenstoffgehalt (Total Organic Carbon) im Aerosol bestimmt, dient die ICP zur Multielementanalyse. Auch Offline-Probennahmen mit einem Autosampler sind möglich.

Semikontinuierliche Bestimmung von Anionen und Kationen mittels PILS-IC

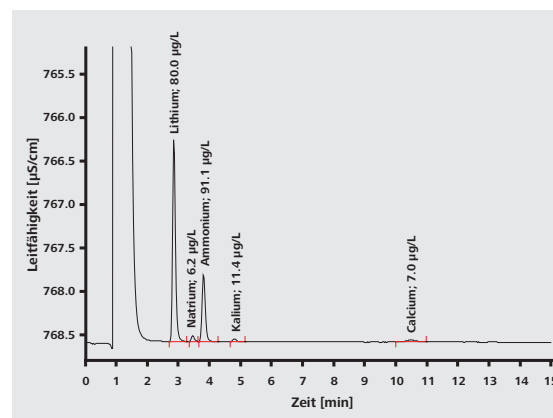
Die Kopplung mit der Ionenchromatographie erlaubt es, klimarelevante wasserlösliche Anionen und Kationen im Aerosol zu bestimmen. Dies erlaubt wichtige Rückschlüsse auf die Vorläufer und damit auf die Frage, ob Partikel direkt emittiert werden – wie im Fall der primären Seesalz-aerosole (NaCl) – oder ob es sich um sekundäre Aerosole handelt, die erst in einer chemischen Reaktion gebildet werden (z. B. Sulfataerosole).



Der Particle Into Liquid Sampler. Die Kopplung zwischen IC und VA erlaubt, Ionen in Aerosolen zu bestimmen.



Anionen in einer Aerosolprobe ($\text{PM}_{2.5}$) der Aussenluft; interner Standard ist LiBr ; Säule: Metrosep A Supp 5 - 100/4.0; Eluent: 3.2 mmol/L Na_2CO_3 , 1.0 mmol/L NaHCO_3 , 0.7 mL/min; Probenvolumen: 250 μL ; Leitfähigkeitsdetektion nach sequenzieller Suppression

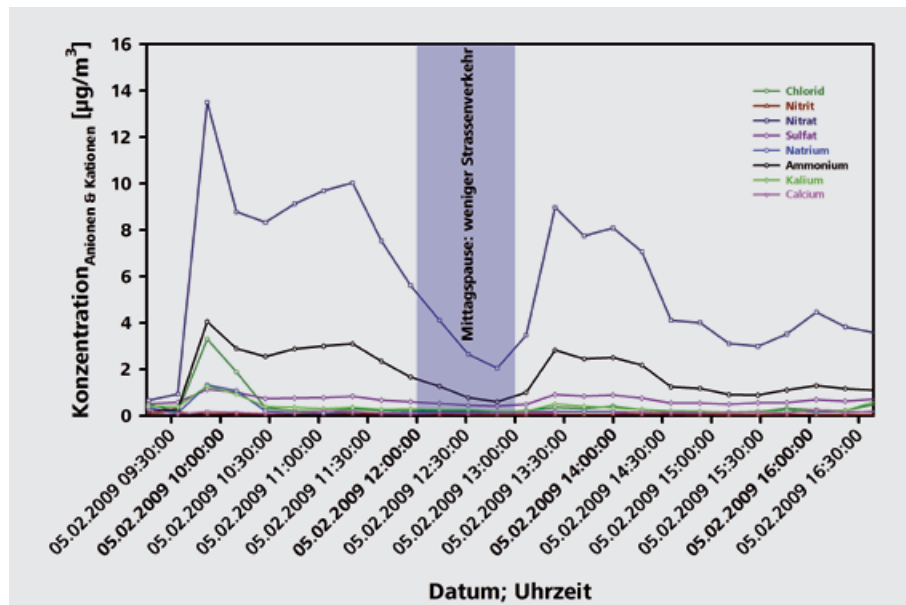


Kationen in einer Aerosolprobe ($\text{PM}_{2.5}$) der Aussenluft; interner Standard ist LiBr ; Säule: Metrosep C 4 - 100/4.0; Eluent: 1.7 mmol/L HNO_3 , 0.7 mmol/L Dicapolinsäure, 0.9 mL/min; Probenvolumen: 250 μL ; Leitfähigkeitsdetektion ohne Suppression

Anionen und Kationen mittels PILS-IC

Die semikontinuierliche Bestimmung der Anionen und Kationen in atmosphärischen Aerosolen erlaubt eine hohe zeitliche Auflösung, was ein Aufzeichnen des Konzentrationsverlaufs über einen längeren Zeitraum erlaubt. Plötzlich auftretende Änderungen in der Aerosolzusam-

mensetzung können sofort festgestellt werden. Die abnehmenden Nitrat- und Ammoniumkonzentrationen zwischen 12.00 und 13.00 Uhr sind Folge des geringeren Verkehrsaufkommens in der Mittagspause.

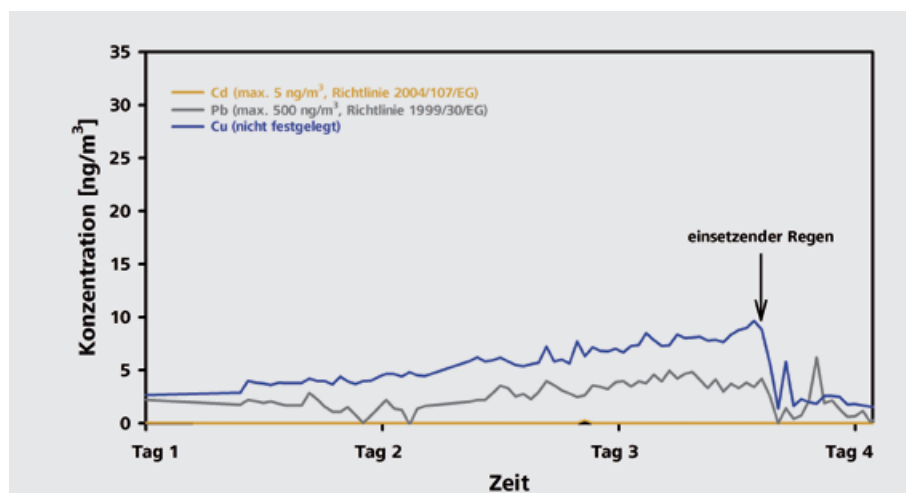


Semikontinuierliche ionenchromatographische Bestimmung der Anionen- und Kationengehalte in Luftproben aus Herisau (CH) mittels eines PILS-Probennahmesystems

Schwermetalle mittels PILS-VA

Die Kombination des PILS-Aerosolsammlers mit dem 797 VA Computrace erlaubt die semikontinuierliche Bestimmung verschiedener Schwermetalle (Cd, Pb, Zn, Cu, Ni, Co etc.) im Feinstaub. Die hohe zeitliche Auflösung erfasst auch geringste Änderungen in der chemischen

Zusammensetzung des Aerosols: Die Kupfer- und Cadmiumkonzentrationen in der Luft steigen stetig über mehrere Tage an bis der einsetzende Regen einen Grossteil des Kupfers und Cadmiums aus der Luft wäscht (nasse Deposition).



Semikontinuierliche voltammetrische Bestimmung der Schwermetallgehalte (Cd, Pb und Cu) in Luftproben aus Herisau (CH) mittels eines PILS-Probennahmesystems

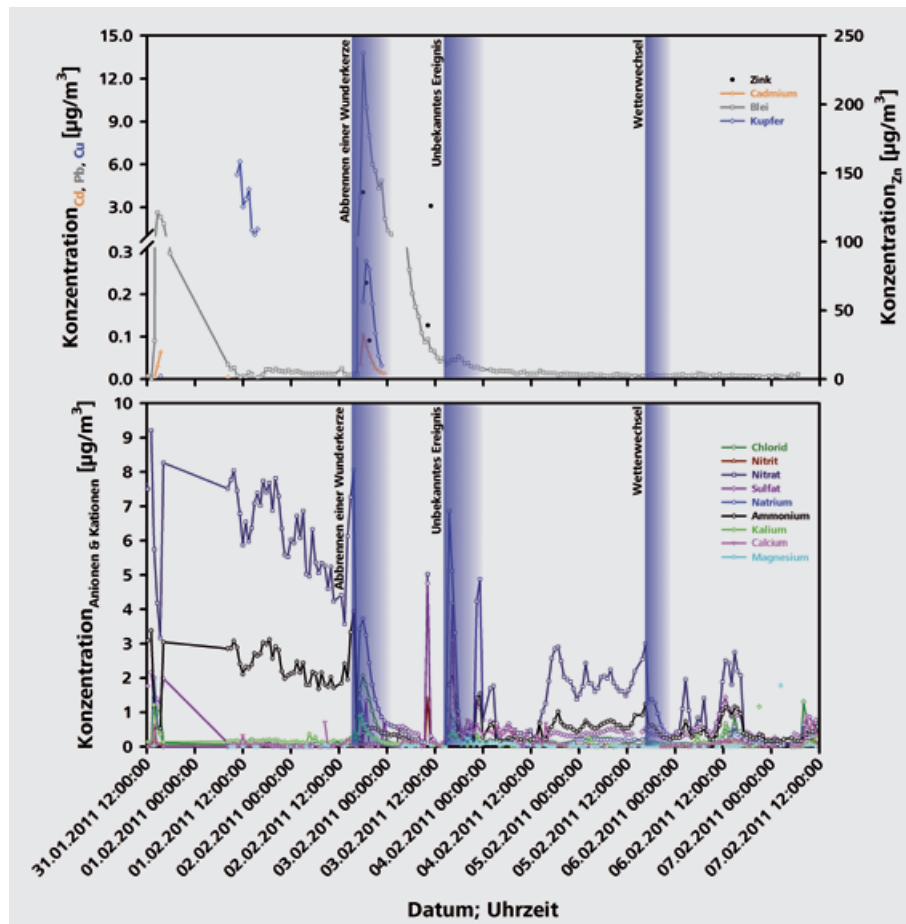


Standardionen und Schwermetalle mittels

PILS-IC-VA

Auch die gleichzeitige Kopplung mit mehreren Analysatoren ist möglich: Im PILS-IC-VA werden die in Lösung gebrachten Partikel in drei Strömen einem Zweikanal-

Ionenchromatographen zur Anionen- und Kationenbestimmung und einem voltammetrischen Messstand zur Bestimmung der Schwermetallkationen zugeführt.



Semikontinuierliche Bestimmung der Aerosolbestandteile in Luftproben aus Herisau (CH), zum einen die der Anionen und Kationen mithilfe der Ionenchromatographie, zum anderen die der Schwermetalle mithilfe der Voltammetrie. Die Schwermetalle im Aerosol stammten vom Abbrennen von Wunderkerzen, die zuvor in Schwermetallsalzlösungen getaucht wurden.

MARGA – Monitor for AeRosols and Gases

Ermöglicht der PILS-Aerosolsammler die semikontinuierliche Bestimmung von wasserlöslichen Ionen in Aerosolpartikeln, so bietet MARGA (Monitor for AeRosols & Gases in Ambient Air) die Option, zusätzlich noch die Zusammensetzung der wasserlöslichen Gasphase zu analysieren. Wie beim PILS-System wird Luft über einen teilchengrössenselektiven Abscheider ins Gerät gesaugt. Gase und Aerosole gelangen gemeinsam in einen rotierenden Gasphasendiffusionsabscheider (Denuder), wo erstere in einer dünnen Wasserschicht absorbiert (NH_4^+ , SO_x , NO_x , HCl), und den Ionenchromatographen zur Anionen- und Kationenbestimmung zugeführt werden. Die Aerosole gelangen aus dem Gasphasendiffusionsabscheider in den Dampfstrahl-Aerosolsammler (Steam-Jet

Aerosol Collector, SJAC), wo sie auf eine übersättigte Wasserdampfphase treffen, als Kondensationskeime immer mehr Wasser aufnehmen, dadurch wachsen und schliesslich in einer Glasspirale (Zyklon) mechanisch abgetrennt werden. Die resultierende Lösung wird gesammelt und deren Anionen- und Kationengehalt stündlich mittels der integrierten Ionenchromatographen bestimmt.

Ein MARGA-System liefert im Stundenrhythmus exakte Ergebnisse. Da das System tagelang arbeiten kann, ohne neue Lösungen nachzufüllen, eignet sich MARGA optimal für den Feldeinsatz in entlegenen Regionen.

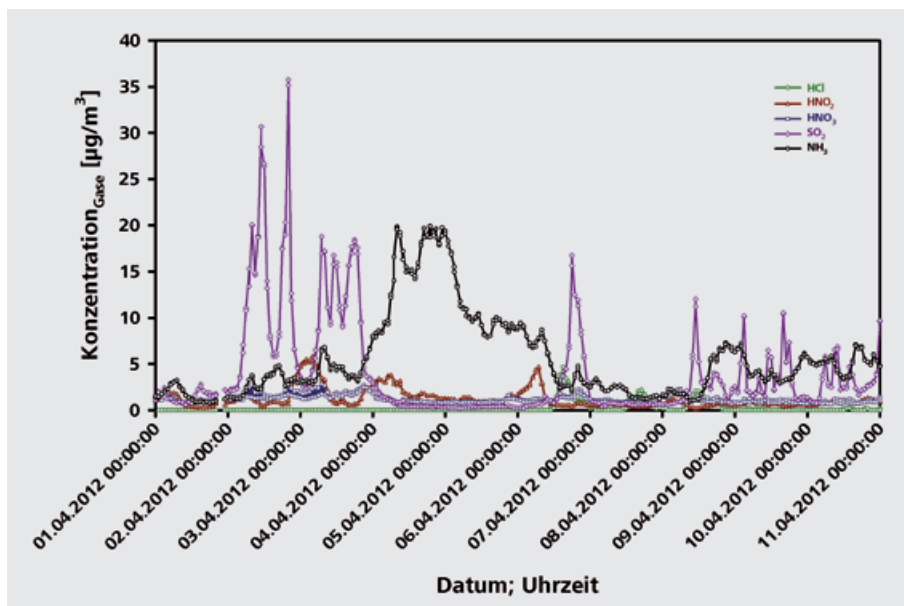


Das MARGA-System im Überblick. Oben befinden sich die Box mit Luftzuführung, Diffusionsabscheider, Dampfstrahlaerosolsammler (SJAC), Eluentenbehälter und einige Pumpen, in der Mitte, neben einem integrierten Computer, die Probenzuführung und die beiden Ionenchromatographen zur Anionen- und Kationenbestimmung. Auf dem untersten Gestellbrett stehen diverse Vorratsbehälter, ein unterbrechungsfreies Stromversorgungssystem und eine Vakuumpumpe.

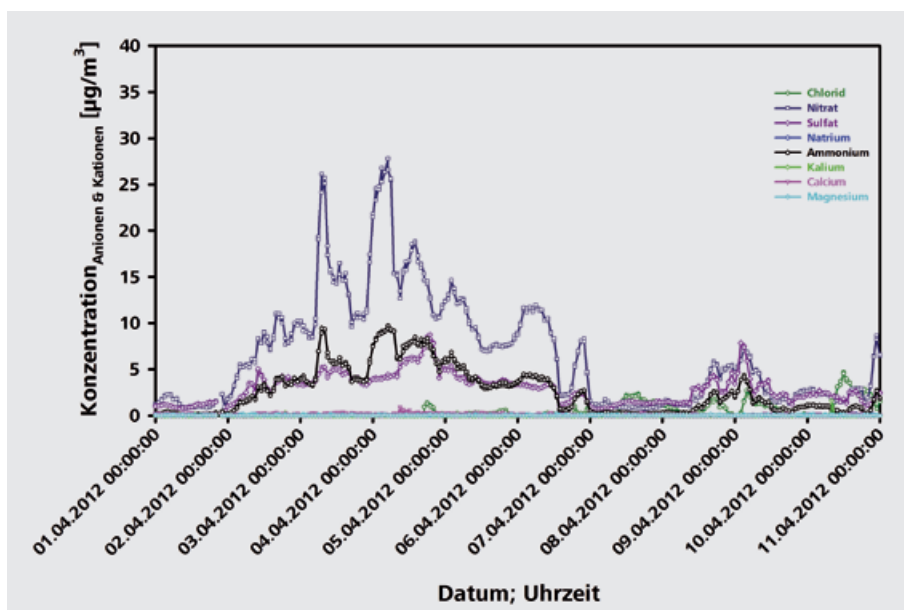
MARGA – simultane Überwachung von Gasen und Aerosolen

MARGA ist eine Kombination aus Probenvorbereitungssystem und Online-Ionenchromatographen und ist in der

Lage, gleichzeitig die Gas- und Aerosolzusammensetzung der Umgebungsluft stündlich vollautomatisch zu bestimmen.



Zeitlicher Verlauf der Konzentration einiger Gase in der Umgebungsluft in Schiedam (Niederlande) vom April 2012. Der Konzentrationsverlauf der Gase wurde durch semikontinuierliche IC-Analysen der wässrigen Phasen aus dem rotierenden Gasdiffusionsabscheider bestimmt.



Zeitlicher Verlauf der ionischen Aerosolbestandteile in der Umgebungsluft in Schiedam (Niederlande) vom April 2012. Die wässrigen Proben für die Ionenanalyse stammen vom Dampfstrahl-Aerosolsammler (SJAC).

Potentiostaten und Galvanostaten

39

Vom Treibhausgas zur Kohlenstoffquelle – die elektrochemische CO₂-Reduktion

Atmosphärisches Kohlendioxid ist ein klimarelevantes Gas, das bei der Verbrennung von organischer Materie als Oxidationsprodukt entsteht. Weltweites Ziel ist die Senkung der CO₂-Konzentration in der Atmosphäre. Ein vielversprechender Ansatz verfolgt das Ziel, das CO₂ in der Atmosphäre als Rohstoffquelle zu nutzen, etwa zur Synthese von Kraft- oder Chemierohstoffen.

Das Prinzip ist eine formale Umkehrung der Verbrennung gemäss dem Vorbild der Photosynthese. Dabei wird CO₂ durch den elektrischen Gleichstrom in der Anwesenheit verschiedener Katalysatoren zum reaktionsfähigen Kohlenmonoxid oder Methanol reduziert. Durch Variation der Katalysatoren auf den Elektroden ist eine Vielzahl organischer Produkte wie Ameisensäure, Formaldehyd und höhere Alkohole als Energieträger synthetisierbar.

Der Potentiostat/Galvanostat PGSTAT302N erlaubt es, die Reaktionen, die an den Katalysatoroberflächen ablaufen, zu verfolgen und liefert damit ein unverzichtbares Werkzeug für die Optimierung der Katalysatoren.



www.metrohm-autolab.com

CO₂



Metrohm Quality Service – Service, auf den Sie sich verlassen können

Sichere Messergebnisse – ein Geräteleben lang

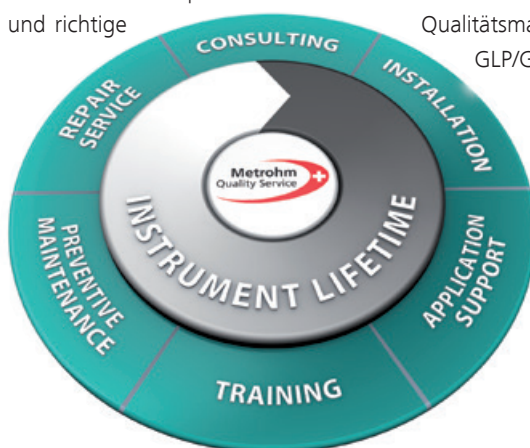
Die Umweltanalytik ist ein integraler Bestandteil der chemischen Analytik und umfasst die Untersuchung der Inhaltsstoffe der Kompartimente Wasser, Boden und Luft. Wer im chemischen Labor Verantwortung für die Korrektheit der Analysenergebnisse trägt, darf keine Kompromisse eingehen. Hier gilt: Fachmännisch installierte und in Betrieb genommene Systeme, die regelmässig gewartet werden, garantieren grösstmögliche Sicherheit.

Mit dem Leistungsangebot des Metrohm Quality Service sind Sie von Anfang an auf der sicheren Seite. Von der Installation über die Inbetriebnahme bis zur regelmässigen Wartung und – im Fall der Fälle – raschen Reparatur garantieren wir Ihnen präzise und richtige Messergebnisse.

Metrohm Compliance Service

Vertrauen Sie dem Metrohm Compliance Service, wenn es um die professionelle Erstqualifizierung Ihrer Analysengeräte geht. Durch die Installation Qualification/Operational Qualification (IQ/OQ) oder einer Certified Installation (CI) sparen Sie Zeit und Kosten, indem wir das System gemäss Ihren Anforderungen konfigurieren und für eine schnelle und professionelle Inbetriebnahme sorgen.

Ferner werden im Rahmen von Anwendereinschulungen die Grundlagen für eine sichere und fehlerfreie Bedienung vermittelt. Der Metrohm Compliance Service beinhaltet zudem eine vollständige Dokumentation und garantiert die Konformität mit den gängigen Anforderungen im Qualitätsmanagement, wie beispielsweise GLP/GMP und ISO.



Metrohm Quality Service

Der weltweite Metrohm Quality Service, insbesondere die planmässige und vorbeugende Wartung, verlängert die störungsfreie Lebens- und Betriebsdauer Ihrer Analysensysteme. Qualifizierte Servicetechniker mit Ausbildungsnachweis führen die Wartungsarbeiten durch. Sie

können zwischen verschiedenen Servicevertragstypen auswählen. Ein Vollservicevertrag beispielsweise bietet Ihnen optimale Sicherheit für ein sorgenfreies Arbeiten bei voller Kostenkontrolle und vollständig konformer Nachweisdokumentation.

Metrohm Quality Service	Kundennutzen
Metrohm Care Contracts	• Geringe Ausfallzeiten durch vorbeugende Wartung • Budgetkontrolle und Einsparungen durch kostenlose oder kostenreduzierte Ersatz- und Verbrauchsmaterialien • Garantierte Reaktionszeiten und rasche Problembehebung vor Ort • Dokumentierte Gerätezertifizierung als ideale Vorbereitung auf Audits
Metrohm Software Care	• Hohe Datensicherheit und maximale Systemperformance durch regelmässige und professionelle Softwarewartung
Metrohm Compliance Service	• Massgeschneiderte Dienstleistungen und Dokumentation zur analytischen Instrumentenqualifizierung (AIQ) • Professionelle Inbetriebnahme (IQ/OQ oder Certified Installation) sowie Requalifizierung bzw. Rezertifizierung durch speziell geschulte Mitarbeiter
Metrohm Remote Support	• Schnelle Lösung von Software- und Applikationsfragen direkt am Arbeitsplatz
Metrohm Dosing Test	• Kalibrieren von Büretten (z. B. Dosier- und Wechseleinheiten) mit Zertifikat-erstellung • Genaue Messergebnisse • Nachweisdokumentation zur Einhaltung von Vorschriften und für problemlose Audits
Metrohm Repair Service	• Schnelle Wiederverfügbarkeit der Geräte dank dezentraler, weltweiter Reparaturwerkstätten und einer Zentralwerkstatt beim Hersteller • Nachhaltiger Reparaturserfolg durch hochqualifizierte Servicetechniker • Schnelle Problemlösung und Minimierung von Stillstandzeiten durch Notfalldienste und Expressreparaturen vor Ort
Metrohm Spare Parts	• Weltweit verfügbare, von Metrohm in der Schweiz produzierte Originalersatzteile • Kurze Lieferzeiten durch Lagerhaltung in lokalen Vertretungen • Investitionssicherheit durch zehnjährige Ersatzteilgarantie nach Produktionsende
Metrohm Application Support	• Kostenloser Zugriff auf den Metrohm Application Finder (www.metrohm.com/applications/) mit mehr als 1800 Applikationen (Application Bulletins, Application Notes, Monographien, technische Poster und Fachartikel) • Schnelle und professionelle Lösung aller anfallenden Anwendungsfragen durch persönliche Beratung unserer Spezialisten per E-Mail, Telefon oder Remote Support • Unterstützung bei der Lösung komplexer Analysenprobleme sowie Methodenoptimierung vor Ort oder in unseren Applikationslabors
Metrohm Training Programs	• Basis- und Expertenschulungen in den lokalen Vertretungen, in der Metrohm Academy oder aber direkt vor Ort • Effiziente und sichere Anwendung aller Analysenmethoden sowie Ergebnissicherheit durch kompetent geschulte Anwender • Schulungsnachweise und Zertifikate für problemlose Audits

Bestellinformationen

42

pH-/Ionenmessung

2.913.0110	913 pH Meter mit Primatrode im Tragkoffer und diverserem Zubehör
2.913.0210	913 pH Meter, Laborversion mit Stativkonsole
2.780.0010	780 pH Meter inklusive Unitrode
2.781.0010	781 pH/Ion Meter inklusive Unitrode
2.867.0110	867 pH Module für die pH- und Ionenmessung mit Touch Control inklusive iUnitrode
6.0502.150	Ionenselektive Elektrode Fluorid
6.0502.180	Ionenselektive Elektrode Ag/S
6.0750.100	ISE Referenzelektrode
6.2104.020	Elektrodenkabel Stecker F, 1 m
6.2106.020	Elektrodenkabel 2 × Stecker B, 1 m

Leitfähigkeitsmessung

2.856.0110	856 Conductivity Module mit Touch Control und 5-Ring-Leitfähigkeitsmesszelle $c = 0.7 \text{ cm}^{-1}$
2.912.0210	912 Conductometer, Laborversion mit Stativkonsole
2.912.0110	912 Conductometer mit Leitfähigkeitssensor im Koffer mit diverserem Zubehör
2.914.0120	914 pH/Conductometer mit Primatrode, Leitfähigkeitssensor im Koffer mit diverserem Zubehör
2.914.0220	914 pH/Conductometer, Laborversion mit Stativkonsole
6.0915.100	5-Ring-Leitfähigkeitsmesszelle, $c = 0.7 \text{ cm}^{-1}$ mit Pt 1000 für 856 Conductivity Module
6.0915.130	5-Ring-Leitfähigkeitsmesszelle, $c = 1.0 \text{ cm}^{-1}$ mit Pt 1000 für 856 Conductivity Module
6.0916.040	Leitfähigkeitsmesszelle Stahl, $c = 0.1 \text{ cm}^{-1}$ mit Pt 1000 für 856 Conductivity Module
6.0917.080	Leitfähigkeitsmesszelle, $c = 0.5 \text{ cm}^{-1}$ mit Pt 1000 für 912/914
6.0918.040	Leitfähigkeitsmesszelle aus Edelstahl, $c = 0.1 \text{ cm}^{-1}$ mit Pt 1000 für 912/914
6.0919.140	Leitfähigkeitsmesszelle, $c = 1.6 \text{ cm}^{-1}$ mit Pt 1000 für 912/914

Titration

(Alkalinität, CSB, Chlorid, Ca/Mg-Härte, TOC-Wert)

2.905.0010	905 Titrando
2.800.0010	800 Dosino
2.801.0040	801 Stirrer
2.854.0010	854 iConnect
MATi 01	Vollautomatische Wasseranalyse
MATi 12	Vollautomatische CSB-Bestimmung
MATi 13	Vollautomatische Bestimmung des Permanganat-Index nach DIN EN ISO 8467
6.0253.100	Aquatrode plus
6.0257.600	Aquatrode plus mit Pt 1000
6.0277.300	iAquatrode plus mit Pt 1000
6.0470.300	iAg-Titrode
6.0471.300	iPt-Titrode
6.0510.100	Kombinierte Polymermembranelektrode für die Ca-Bestimmung
6.2104.020	Elektrodenkabel Stecker F
6.2104.600	Elektrodenkabel, Steckkopf U, Stecker F

SET-Titration Bodenanalytik (Carbonate/Bicarbonat/Exchangeable Acidity)

2.877.0010	877 Titrino plus
2.801.0010	801 Stirrer
2.141.0100	USB-Thermodrucker Neo's
6.0221.600	Ecotrode Gel mit Temperaturfühler, Steckkopf U
6.2104.600	Elektrodenkabel, Steckkopf U, Stecker F
6.3026.220	Wechseleinheit 20 mL



Ionenchromatographie

Oxohalogenide und Standardionen im Trinkwasser

2.940.2500	940 Professional IC Vario TWO/SeS/PP
2.850.9010	IC Conductivity Detector (2 x)
2.858.0020	858 Professional Sample Processor – Pump
2.941.0010	941 Eluent Production Module
6.2041.440	Sample Rack 148 x 11 mL
6.1006.630	Metrosep A Supp 7 - 250/4.0
6.1011.030	Metrosep RP 2 Guard/3.5
6.2842.000	MSM-HC Rotor A
6.6059.312	MagIC Net 3.1 Professional
6.05330.010	IC-Ausrüstung: Inline-Ultrafiltration 2 – pull mode
6.05330.110	IC-Ausrüstung: Inline-Ultrafiltration 2 – push mode

Bromat im Trinkwasser

2.930.2160	930 Compact IC Flex Oven/Deg
2.943.0110	943 Professional Reactor Vario
2.944.0010	944 Professional UV/VIS Detector Vario
2.858.0020	858 Professional Sample Processor – Pump
2.800.0010	800 Dosino
6.3032.150	Dosiereinheit 5 mL
6.2041.440	Sample Rack 148 x 11 mL
6.1031.410	Metrosep A Supp 16 - 100/4.0
6.1031.500	Metrosep A Supp 16 Guard/4.0
6.6059.311	MagIC Net 3.1 Compact

Aliphatische Amine im Abwasser

2.930.1160	930 Compact IC Flex Deg
2.850.9010	IC Conductivity Detector
2.919.0020	919 IC Autosampler plus
6.1050.410	Metrosep C 4 - 100/4.0
6.1050.500	Metrosep C 4 Guard/4.0
6.6059.311	MagIC Net 3.1 Compact
6.05330.010	IC-Ausrüstung: Inline-Ultrafiltration 2 – pull mode
6.05330.110	IC-Ausrüstung: Inline-Ultrafiltration 2 – push mode

Chromat in Boden- und Luftproben

2.940.1100	940 Professional IC Vario ONE
2.943.0110	943 Professional Reactor Vario
2.944.0010	944 Professional UV/VIS Detector Vario
2.858.0020	858 Professional Sample Processor – Pump
2.800.0010	800 Dosino
6.3032.150	Dosiereinheit 5 mL
6.2041.440	Sample Rack 148 x 11 mL
6.1006.530	Metrosep A Supp 5 - 250/4.0
6.1006.500	Metrosep A Supp 4/5 Guard/4.0
6.6059.312	MagIC Net 3.1 Professional
6.1020.030	Metrosep A Supp 10 - 250/4.0
6.1020.500	Metrosep A Supp 10 Guard/4.0

Anionen und Kationen in Bodenproben

2.940.2500	940 Professional IC Vario TWO/SeS/PP
2.850.9010	IC Conductivity Detector (2 x)
2.858.0020	858 Professional Sample Processor – Pump
2.941.0010	941 Eluent Production Module



6.2041.440	Sample Rack 148 × 11 mL
6.1006.530	Metrosep A Supp 5 - 250/4.0
6.1006.500	Metrosep A Supp 4/5 Guard/4.0
6.1050.430	Metrosep C 4 - 250/4.0
6.1050.500	Metrosep C 4 Guard/4.0
6.2842.000	MSM-HC Rotor A
6.6059.312	MagIC Net 3.1 Professional

Saccharidmarker im Feinstaub mittels IC

2.930.2160	930 Compact IC Flex Oven/Deg
2.850.9110	IC Amperometric Detector
2.858.0020	858 Professional Sample Processor – Pump
6.2041.440	Sample Rack 148 × 11 mL
6.5337.010	IC-Ausrüstung Wall-Jet-Zelle Carb (Au,Pd)
6.1090.420	Metrosep Carb 2 - 150/4.0
6.1090.500	Metrosep Carb 2 Guard/4.0
6.6059.311	MagIC Net 3.1 Compact

Anionen und Kationen in Aerosolen (PILS-IC)

2.940.2500	940 Professional IC Vario TWO/SeS/PP
2.850.9010	IC Conductivity Detector (2 ×)
2.136.0400	PILS, Particle into Liquid Sampler
2.136.0500	Peristaltic Pump, 8 channels with 6 rollers
6.5335.000	IC Equipment für Liquid Handling Set zu PILS
6.1825.290	250-µL-Probenschleife aus PEEK
6.1006.510	Metrosep A Supp 5 - 100/4.0
6.1006.500	Metrosep A Supp 4/5 Guard/4.0
6.1050.410	Metrosep C 4 - 100/4.0
6.1050.500	Metrosep C 4 Guard/4.0
6.2842.000	MSM-HC Rotor A
6.6059.312	MagIC Net 3.1 Professional



Weitere applikationsabhängige Ausstattung

Zur Probenzuführung kann eine Vakuumpumpe mit Trocknungssystem der Firma KNF (Vakuumpumpe N840.3ft.40p) eingesetzt werden. Das Abtrennen der Gasphase erfolgt mit Denudersystemen (z. B. Multi Channel Annular Denuders von URG Model No. URG-2000-30x242-4CSS). Einlasssysteme wie die Zyklone der Firma URG (z. B. PM 2.5 URG Model No. URG-2000-30EH) erlauben die Aerosoldifferenzierung nach Partikelgröße.

Voltammetrie

2.884.0110	884 Professional VA manual für die Multi-Mode-Elektrode
2.884.1110	884 Professional VA semiautomated für die Multi-Mode-Elektrode. Bestehend aus 884 Professional VA, Messkopf für MME und zwei 800 Dosinos.
MVA-22	Vollautomatisiertes Professional-VA-System. Bestehend aus 884 Professional VA, Messkopf für MME, 919 IC Autosampler plus für VA und zwei 800 Dosinos zur automatischen Zugabe von Hilfslösungen. Ermöglicht die automatische Bearbeitung von bis zu 28 Proben. Dieses System ist die optimale Lösung für die automatische Analyse kleiner Probenserien.
	Notwendiges Zubehör
6.5339.030	VA-Elektrodenkit mit Multi-Mode-Elektrode
6.6065.202	viva 2.0 Full



VoltIC Professional 1

VoltIC Professional 1: Schwermetalle werden mittels voltammetrischem Messstand, Anionen und Kationen mittels Ionenchromatographen bestimmt.

TitriC Vario pro

TitriC Vario pro I Das Basissystem: pH-Wert, Leitfähigkeit und Temperatur werden durch Direktmessung, Anionenkonzentrationen mittels Ionenchromatographie sowie m- und p-Wert plus Ca und Mg durch Titration bestimmt.

TitriC Vario pro II Das Advanced-System: pH-Wert, Leitfähigkeit und Temperatur werden durch Direktmessung, Anionen- und Kationenkonzentrationen mittels Ionenchromatographie sowie m- und p-Wert durch Titration bestimmt.

TitriC Vario pro III Das High-End-System: pH-Wert, Leitfähigkeit und Temperatur werden durch Direktmessung, Anionen- und Kationenkonzentrationen mittels Ionenchromatographie sowie m- und p-Wert durch Titration bestimmt. Zusätzlich ist noch eine DisCover-Funktion für die automatische Entfernung der Probengefäßdeckel vorhanden.

Prozessanalytik

Wir bieten Ihnen Online und Atline Analyzer für Einzel- und Multiparameterbestimmungen, die alle Ansprüche in der Prozessanalytik erfüllen. Jeder Prozessanalysator ist einzigartig, da er an die Erfordernisse des jeweiligen Prozesses angepasst ist.

ADI 2045PL	ProcessLab für die Atline-Analytik verschiedener Parameters mit Titration, Kolorimetrie und ISE
ADI 201Y Series	Single method Process Analyzers mit Titration, Kolorimetrie, ISE
ADI 204Y Series	Multifunctional Process Analyzers mit Titration, Kolorimetrie, ISE und Voltammetrie
MARGA	Analyzer für die kontinuierliche Überwachung von Aerosolen und Gasen in der Umgebungsluft
7010 TOC	Analyzer für die Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffgehalts (TOC)

Zudem bieten wir noch die Plug and Analyze Series – ICON Analyzer und Alert Ion Analyzer für die Bestimmung von Einzelparametern im Wasser.

Ihre Metrohm-Vertretung gibt Ihnen kompetente Auskunft auf Ihre Fragen.

Besuchen Sie uns unter www.metrohm.com



Sie wollen sich sicher sein

Die neuen tragbaren Metrohm Instant Raman Analyzer (Mira) für die chemische und pharmazeutische Analytik. Komplette mit 9000 gespeicherten Spektren. Ein Druck auf den Auslöser und Sie wissen, ob Sie vor sich haben, was Sie suchen. Sofort und überall.



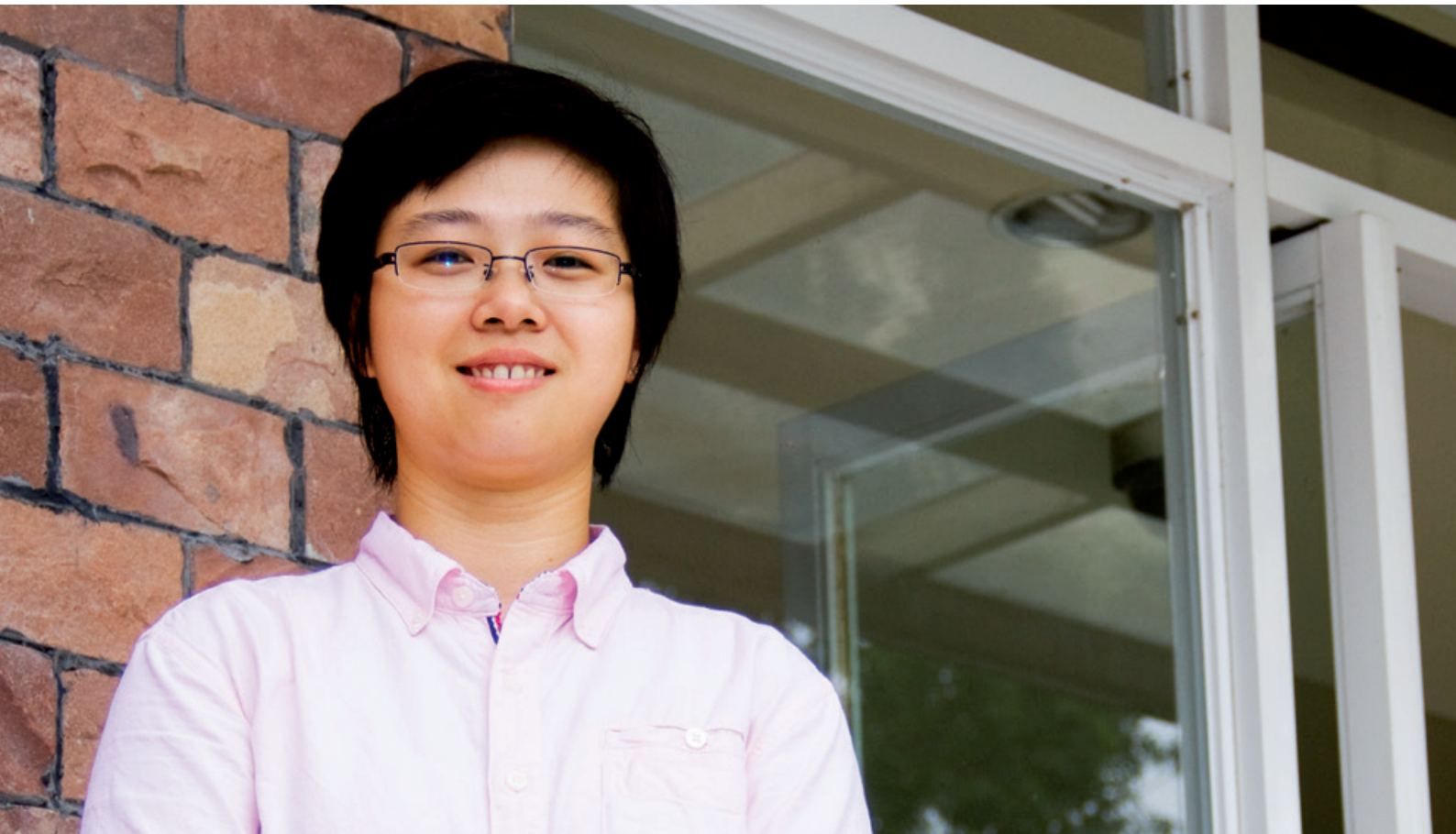
metrohm-nirs.com

Modernste Umweltanalytik in China

Das Institut für Tropische und Marine Meteorologie in Guangzhou befindet sich im Süden Chinas. Eine der größten Aufgaben des Instituts ist es, die Analytik der Messstellen auf Aerosole und Gase zu erweitern, um den Einfluss letzterer auf Klima und Luftqualität im Pearl River Delta zu untersuchen. Diese Aufgabe übernimmt ein MARGA-System von Metrohm Process Analytics.

47

Fei Li forscht am Institute of Tropical and Marine Meteorology in Guangzhou, China



environment.metrohm.com