

1.17059.0001

Spectroquant® COD Cell Test for seawater / high chloride contents

COD

USEPA equivalent for drinking water and wastewater

1. Definition

The COD (chemical oxygen demand) expresses the amount of oxygen originating from potassium dichromate that reacts with the oxidizable substances contained in 1 l of water under the working conditions of the specified procedure.

1 mol $K_2Cr_2O_7$ is equivalent to 1.5 mol O_2
Results are expressed as mg/l COD (= mg/l O_2)

2. Method

The chloride content of the water sample is depleted by means of sulfuric acid and an HCl absorber. The water sample is subsequently oxidized with a hot sulfuric solution of potassium dichromate, with silver sulfate as the catalyst. Residual chloride is masked with mercury sulfate. The concentration of green Cr^{3+} ions is then determined photometrically.

The chloride depletion method corresponds to DIN 38409-41-2. The method corresponds to DIN ISO 15705 and is analogous to EPA 410.4, APHA 5220 D, and ASTM D1252-06 B.

3. Measuring range and number of determinations

Measuring range	Number of determinations
50 - 3000 mg/l COD	25

For programming data for selected photometers / spectrophotometers see www.sigmaaldrich.com/photometry.

4. Applications

This test measures organic and inorganic compounds oxidizable by dichromate.

Exceptions: some heterocyclic compounds (e.g. pyridine), quaternary nitrogen compounds, and readily volatile hydrocarbons.

Sample material:

Seawater
Chloride-containing wastewaters

5. Influence of foreign substances

This was checked individually in solutions with a COD of 1500 mg/l. The determination is not yet interfered with up to the concentrations of foreign substances given in the table. Cumulative effects were not checked; such effects can, however, not be excluded.

Concentrations of foreign substances in mg/l or %			
Cr^{3+}	50	H_2O_2	50
CrO_4^{2-}	500	$NaNO_3$	10%
NO_2^-	100	Na_2SO_4	10%
SO_3^{2-}	250	Na_3PO_4	5%

6. Reagents and auxiliaries

Please note the warnings on the packaging materials!

Store the pack protected from light!

The test reagents are stable up to the date stated on the pack when stored closed at +15 to +25 °C.

6.1 Package contents:

25 reaction cells
1 sheet of round stickers for numbering the cells

6.2 Also required:

Water for chromatography LiChrosolv®, Cat. No. 1.15333
Sulfuric acid 95 - 97% for the determination of COD, Cat. No. 1.17048
Sodalime with indicator, Cat. No. 1.06733
MQuant® Chloride Test, Cat. No. 1.11132
Sodium hydroxide solution 2 mol/l Titripur®, Cat. No. 1.09136
Hydrochloric acid 10% EMPROVE®, Cat. No. 4.80592
MQuant® Universal indicator strips pH 0 - 14, Cat. No. 1.09535
Absorption tube, Cat. No. 1.15955
Glass stoppers NS 29/32
Erlenmeyer flasks 300 ml fitted with NS 29/32
Glass pipettes for pipetting volumes of 3.0, 20, and 25 ml
Magnetic stirrer with speed governor
Magnetic stirring rod PTFE-coated, 30 x 7 mm
Ice bath
Thermometer, measuring range 0 - 100 °C
Thermoreactor

7. Preparation

- Analyze immediately after sampling.
- Homogenize the samples.

The life science business of Merck operates as MilliporeSigma in the U.S. and Canada.

© 2024 Merck KGaA, Darmstadt, Germany and/or its affiliates. All Rights Reserved. Merck, Supelco, Sigma-Aldrich, and Spectroquant are trademarks of Merck KGaA, Darmstadt, Germany. All other trademarks are the property of their respective owners. Detailed information on trademarks is available via publicly available resources.

Reagents and technicals components for the chloride depletion see section 6.2

Chloride depletion

	Sample	Blank ¹⁾	
Pretreated sample	20 ml	-	Pipette into a 300-ml erlenmeyer flask with the glass pipette , add the magnetic stirring rod, and cool in the ice bath.
Distilled water ²⁾	-	20 ml	Pipette into a second 300-ml erlenmeyer flask with the glass pipette , add the magnetic stirring rod, and cool in the ice bath.
Sulfuric acid for the determination of COD	25 ml	25 ml	Add slowly with the glass pipette under cooling and stirring (temperature should not exceed 45 °C).

After the complete addition of sulfuric acid, cool to room temperature in the ice bath.

Sodalime with indicator	6 - 7 g	6 - 7 g	Fill into separate absorption tubes, close with the glass stoppers, and attach to the top of the cooled erlenmeyer flasks.
-------------------------	---------	---------	--

Place the flasks closed with the absorption tubes onto separate magnetic stirrers and stir at 250 rpm for 2 h at room temperature (a turbidity may be formed).

Subsequently check the chloride content of the stirred sample.³⁾
In the case of concentrations of chloride exceeding 250 mg/l, exchange the sodalime in the absorption tube and stir repeatedly until a chloride content <250 mg/l is achieved.

¹⁾ Every 6 weeks or upon the first opening of a new bottle of "Sulfuric acid for the determination of COD".

²⁾ It is recommended to use water for chromatography LiChrosolv®, Cat. No. 1.15333.

³⁾ using the MQuant® Chloride Test, Cat. No. 1.11132, as per the application instructions (see the website)

After each use the absorption tube must be emptied, flushed with 10% hydrochloric acid and subsequently rinsed acid-free with distilled water, and finally dried.

8. Procedure

Suspend the bottom sediment in the reaction cell by swirling.

	Measuring sample	Blank ¹⁾	
Homogenized and depleted sample	3.0 ml	-	Carefully allow to run from the glass pipette down the inside of the tilted reaction cell onto the reagent (Wear eye protection! The cell becomes hot!).
Depleted blank	-	3.0 ml	Carefully allow to run from the glass pipette down the inside of a second tilted reaction cell onto the reagent (Wear eye protection! The cell becomes hot!).

Tightly attach the screw cap to the cell.

In all subsequent steps the cell must be held only by the screw cap!

Vigorously mix the contents of the cell.

Heat the cell at 148 °C in the preheated thermoreactor for 120 min.
Remove the hot cell from the thermoreactor and allow to cool in a test-tube rack.
Do not cool with cold water!

Wait 10 min, swirl the cell, and return to the rack for complete cooling to room temperature (cooling time at least 30 min).

Measure in the photometer.

¹⁾ Every 6 weeks or upon the first opening of a new bottle of "Sulfuric acid for the determination of COD".

Notes on the measurement:

- For photometric measurement the cells must be clean.
Wipe, if necessary, with a clean dry cloth.
- Measurement of turbid solutions yields false-high readings.
- The measurement value remains stable over a long term.

9. Analytical quality assurance

recommended before each measurement series
To check the photometric measurement system (test reagent, measurement device, handling) and the mode of working, a freshly prepared COD/chloride standard solution containing 1500 mg/l COD and 20 000 mg/l Cl^- (application see the website) can be used.
Additional notes see under www.qa-test-kits.com.
For quality and batch certificates for Spectroquant® test kits see the website, where you will find all data in production control, that are determined in accordance with ISO 8466-1 and DIN 38402 A51.

10. Note

The test reagents must not be run off with the wastewater!
Information on disposal can be obtained at www.disposal-test-kits.com.

1.17059.0001

Spectroquant®

CSB-Küvettest für Seewasser / hohe Chlorid-Gehalte

CSB

Äquivalent zu USEPA-Methoden für Trink- und Abwasser

1. Definition

Der CSB (chemischer Sauerstoffbedarf) gibt die aus Kaliumdichromat stammende Menge Sauerstoff an, die unter den Arbeitsbedingungen des angegebenen Verfahrens mit den in 1 l Wasser enthaltenen oxidierbaren Stoffen reagiert.

1 mol $K_2Cr_2O_7$ entspricht 1,5 mol O_2
Angabe in mg/l CSB (= mg/l O_2)

2. Methode

Die Abreicherung des Chlorid-Gehalts der Wasserprobe erfolgt mittels Schwefelsäure und einem HCl-Absorber. Die Wasserprobe wird anschließend mit heißer schwefelsaurer Kaliumdichromat-Lösung und Silbersulfat als Katalysator oxidiert. Rest-Chlorid wird mit Quecksilbersulfat maskiert. Anschließend wird die Konzentration der grünen Cr^{3+} -Ionen photometrisch bestimmt.

**Die Chloridabreicherung entspricht DIN 38409-41-2.
Das photometrische Verfahren entspricht DIN ISO 15705 und ist analog EPA 410.4, APHA 5220 D und ASTM D1252-06 B.**

3. Messbereich und Anzahl der Bestimmungen

Messbereich	Anzahl der Bestimmungen
50 - 3000 mg/l CSB	25

Programmierungsdaten für ausgewählte Photometer / Spektralphotometer s. www.sigmaaldrich.com/photometry.

4. Anwendungsbereich

Der Test erfasst mit Dichromat oxidierbare organische und anorganische Verbindungen.
Ausnahmen: einige Heterocyklen (z.B. Pyridin), quartäre Stickstoff-Verbindungen und leichtflüchtige Kohlenwasserstoffe.

Probenmaterial:
Seewasser
chloridhaltige Abwässer

5. Einfluss von Fremdstoffen

Dieser wurde individuell an Lösungen mit 1500 mg/l CSB überprüft. Bis zu den in der Tabelle angegebenen Fremdstoffkonzentrationen wird die Bestimmung noch nicht gestört. Kumulative Effekte wurden nicht geprüft, sind jedoch nicht auszuschließen.

Fremdstoffkonzentration in mg/l bzw. %			
Cr^{3+}	50	H_2O_2	50
CrO_4^{2-}	500	$NaNO_3$	10 %
NO_2^-	100	Na_2SO_4	10 %
SO_3^{2-}	250	Na_3PO_4	5 %

6. Reagenzien und Hilfsmittel

Gefahrenkennzeichnung auf den einzelnen Bestandteilen der Packung beachten!

Packung vor Licht geschützt aufbewahren!
Die Testreagenzien sind - bei +15 bis +25 °C verschlossen aufbewahrt - bis zu dem auf der Packung angegebenen Datum verwendbar.

6.1 Packungsinhalt:

- 25 Reaktionsküvetten
- 1 Bogen Klebpunkte zur Nummerierung der Küvetten

6.2 Zusätzlich erforderlich:

- Wasser für die Chromatographie LiChrosolv®, Art. 1.15333
- Schwefelsäure 95 - 97 % für CSB-Bestimmung, Art. 1.17048
- Natronkalk mit Indikator, Art. 1.06733
- MQuant® Chlorid-Test, Art. 1.11132
- Natronlauge 2 mol/l Titripur®, Art. 1.09136
- Salzsäure 10 % EMPROVE®, Art. 4.80592
- MQuant® Universalindikatorstäbchen pH 0 - 14, Art. 1.09535

- Absorber-Kerze, Art. 1.15955
- Glasstopfen NS 29/32
- Erlenmeyerkolben 300 ml mit NS 29/32

- Glaspipette** für Pipettiervolumina 3,0, 20 und 25 ml
- Magnetrührer mit Drehzahlregler
- Magnetrührstab PTFE ummantelt, 30 x 7 mm
- Eisbad
- Thermometer, Messbereich 0 - 100 °C
- Thermoreaktor

7. Vorbereitung

- Proben sofort nach der Probenahme analysieren.
- Proben homogenisieren.

Der Unternehmensbereich Life Science von Merck tritt in den USA und in Kanada als MilliporeSigma auf.

© 2024 Merck KGaA, Darmstadt, Deutschland und/oder Tochterunternehmen. Alle Rechte vorbehalten. Merck, Supelco, Sigma-Aldrich und Spectroquant sind Marken der Merck KGaA, Darmstadt, Deutschland. Alle anderen Marken sind Eigentum der jeweiligen Inhaber. Ausführliche Informationen zu Markennamen sind über öffentlich zugängliche Informationsquellen erhältlich.

Reagenzien und technische Teile für die Chloridabreicherung s. Abschnitt 6.2

Chloridabreicherung

	Probe	Blindprobe ¹⁾	
Vorbereitete Probe	20 ml	-	Mit Glaspipette in einen 300-ml-Erlenmeyerkolben pipettieren, Magnetrührstab zugeben und im Eisbad kühlen.
Dest. Wasser ²⁾	-	20 ml	Mit Glaspipette in einen zweiten 300-ml-Erlenmeyerkolben pipettieren, Magnetrührstab zugeben und im Eisbad kühlen.
Schwefelsäure für CSB-Bestimmung	25 ml	25 ml	Mit Glaspipette unter Kühlen und Rühren langsam zugeben (Temperatur soll 45 °C nicht übersteigen).

Nach vollständiger Schwefelsäure-Zugabe im Eisbad auf Raumtemperatur abkühlen.

Natronkalk mit Indikator	6 - 7 g	6 - 7 g	In je eine Absorber-Kerze füllen, mit Glasstopfen verschließen und auf den abgekühlten Erlenmeyerkolben aufsetzen.
--------------------------	---------	---------	--

Je einen mit Absorber-Kerze verschlossenen Kolben auf einen Magnetrührer setzen und für 2 h bei Raumtemperatur mit 250 U/min rühren (ggf. bildet sich eine Trübung).

Anschließend Chlorid-Gehalt der gerührten Probe überprüfen.³⁾
Bei Konzentrationen von >250 mg/l Chlorid, Natronkalk in Absorberkerze austauschen und erneut Rühren, bis ein Chlorid-Gehalt von <250 mg/l erreicht ist.

¹⁾ Alle 6 Wochen oder bei Anbruch einer neuen Flasche „Schwefelsäure für CSB-Bestimmung“.

²⁾ Empfohlen wird Wasser für die Chromatographie LiChrosolv®, Art. 1.15333.

³⁾ mittels MQuant® Chlorid-Test, Art. 1.11132, nach Applikationsvorschrift (s. Website)

Nach jedem Gebrauch ist die Absorber-Kerze zu entleeren, mit Salzsäure 10 % und anschließend mit dest. Wasser säurefrei zu spülen und danach zu trocknen.

8. Durchführung

Bodensatz in der Reaktionsküvette durch Umschwenken in Schwebelage bringen.

	Messprobe	Blindprobe ¹⁾	
Homogenisierte und abgereicherte Probe	3,0 ml	-	Aus der Glaspipette vorsichtig an der inneren Wandung der schräg gehaltenen Reaktionsküvette auf das Reagenz fließen lassen (Schutzbrille! Küvette wird heiß!).
Abgereicherte Blindprobe	-	3,0 ml	Aus der Glaspipette vorsichtig an der inneren Wandung einer weiteren schräg gehaltenen Reaktionsküvette auf das Reagenz fließen lassen (Schutzbrille! Küvette wird heiß!).

Küvette mit Schraubkappe fest verschließen.

Bei den weiteren Arbeitsschritten Küvette stets nur an der Schraubkappe anfassen!

Inhalt der Küvette **kräftig** mischen.

Küvette 120 min bei 148 °C im vorgeheizten Thermoreaktor erwärmen. Heiße Küvette aus dem Thermoreaktor herausnehmen und zum Abkühlen in ein Reagenzglasgestell stellen.

Nicht mit kaltem Wasser kühlen!

Nach 10 min Küvette umschwenken und zum Abkühlen auf Raumtemperatur in das Reagenzglasgestell zurückstellen (Abkühlzeit mind. 30 min).

Im Photometer messen.

¹⁾ Alle 6 Wochen oder bei Anbruch einer neuen Flasche „Schwefelsäure für CSB-Bestimmung“.

Hinweise zur Messung:

- Zur photometrischen Messung müssen die Küvetten sauber sein. Ggf. mit einem trockenen, sauberen Tuch abwischen.
- Trübungen nach vollendeter Reaktion ergeben zu hohe Messwerte.
- Der Messwert ist über längere Zeit stabil.

9. Analytische Qualitätssicherung

wird vor jeder Messerie empfohlen
Zur Überprüfung des photometrischen Messsystems (Testreagenz, Messvorrichtung, Handhabung) und der Arbeitsweise kann eine frisch hergestellte CSB/Chlorid-Standardlösung mit 1500 mg/l CSB und 20 000 mg/l Cl⁻ (Applikation s. Website) verwendet werden.
Zusätzliche Hinweise unter www.qa-test-kits.com.
Qualitäts- und Chargenzertifikate für Spectroquant® Testsätze s. Website. Dort sind alle Daten der Produktionskontrolle aufgeführt, die nach ISO 8466-1 und DIN 38402 A51 ermittelt wurden.

10. Hinweis

Die Testreagenzien dürfen nicht ins Abwasser gelangen!
Hinweise zur Entsorgung können auf www.disposal-test-kits.com angefordert werden.

1.17059.0001

Spectroquant®

Test en tube DCO

pour l'eau de mer / des hautes teneurs en chlorures

DCO

Equivalent aux méthodes USEPA pour les eaux potables et usées

1. Définition

La DCO (demande chimique en oxygène) correspond à la quantité d'oxygène émanant du dichromate de potassium réagissant, dans les conditions opératoires du procédé indiqué, avec les substances oxydables contenues dans 1 l d'eau.

1 mol de $K_2Cr_2O_7$ correspond à 1,5 mol de O_2

Indication en mg/l de DCO (= mg/l de O_2)

2. Méthode

L'appauvrissement de la teneur de chlorures dans l'échantillon d'eau s'effectue à l'aide d'acide sulfurique et d'un absorbant pour HCl. L'échantillon d'eau est ensuite oxydé par une solution sulfurique chaude de dichromate de potassium avec du sulfate d'argent comme catalyseur. Les chlorures résiduelles sont masqués par le sulfate de mercure. La concentration des ions Cr^{3+} verts est ensuite dosée par photométrie.

L'élimentation des chlorures correspond à DIN 38409-41-2.

La méthode correspond à ISO 15705 et est analogue à EPA 410.4, APHA 5220 D et ASTM D1252-06 B.

3. Domaine de mesure et nombre de dosages

Domaine de mesure	Nombre de dosages
50 - 3000 mg/l de DCO	25

Données de programmation pour les photomètres / spectrophotomètres choisis, cf. www.sigmaaldrich.com/photometry.

4. Applications

Ce test dose les composés organiques et minéraux oxydables par le dichromate. Exceptions : quelques hétérocycles (pyridine p.ex.), les composés d'azote quaternaire et les hydrocarbures très volatils.

Echantillons :

Eau de mer
Eaux usées contenant du chlorure

5. Influence des substances étrangères

La vérification a eu lieu au cas par cas sur des solutions avec 1500 mg/l de DCO. Le dosage n'est pas encore perturbé jusqu'aux concentrations de substances étrangères indiquées dans le tableau. On n'a pas contrôlé s'il y a des effets cumulatifs, mais ceux-ci ne sont pas à exclure.

Concentrations de substances étrangères en mg/l ou %			
Cr^{3+}	50	H_2O_2	50
CrO_4^{2-}	500	$NaNO_3$	10 %
NO_2^-	100	Na_2SO_4	10 %
SO_3^{2-}	250	Na_3PO_4	5 %

6. Réactifs et produits auxiliaires

Tenir compte de tous les avertissements figurant sur l'emballage et les réactifs.

Conserver l'emballage à l'abri de la lumière.

Conservés hermétiquement fermés entre +15 et +25 °C, les réactifs-test sont utilisables jusqu'à la date indiquée sur l'emballage.

6.1 Contenu d'un emballage :

25 tubes à essai avec réactif
1 feuille de pastilles autocollantes pour le numérotage des tubes

6.2 Nécessaire en plus :

Eau pour la chromatographie LiChrosolv®, art. 1.15333
Acide sulfurique 95 - 97 % pour le dosage de DCO, art. 1.17048
Chaux sodée avec indicateur, art. 1.06733
MQuant® Test Chlorures, art. 1.11132
Sodium hydroxyde en solution 2 mol/l Titripur®, art. 1.09136
Acide chlorhydrique 10 % EMPROVE®, art. 4.80592
MQuant® Bandelettes indicatrices universelles pH 0 - 14, art. 1.09535
Tube absorbant, art. 1.15955
Bouchon de verre NS 29/32
Erlenmeyer de 300 ml avec NS 29/32

Pipettes en verre pour volumes de pipettage de 3,0, 20 et 25 ml
Agitateur magnétique avec régulateur de vitesse
Baguette d'agitation magnétique à revêtement PTFE, 30 x 7 mm
Bain de glace
Thermomètre, plage de mesure 0 - 100 °C
Thermoréacteur

7. Préparation

- Analyser les échantillons immédiatement après leur prélèvement.
- Homogénéiser les échantillons.

Aux États-Unis et au Canada, l'activité Life Science de Merck opère sous le nom de MilliporeSigma.

© 2024 Merck KGaA, Darmstadt, Allemagne et/ou ses sociétés affiliées. Tous droits réservés. Merck, Supelco, Sigma-Aldrich et Spectroquant sont des marques de Merck KGaA, Darmstadt, Allemagne. Toutes les autres marques citées appartiennent à leurs propriétaires respectifs. Des informations détaillées sur les marques sont disponibles via des ressources accessibles au public.

Réactifs et pièces techniques pour l'appauvrissement des chlorures cf. § 6.2

Appauvrissement des chlorures

	Echantillon	Echantillon à blanc ¹⁾	
Echantillon préparé	20 ml	-	Pipetter à la pipette de verre dans un erlenmeyer de 300 ml, ajouter la baguette d'agitation et laisser refroidir dans le bain de glace.
Eau distillée ²⁾	-	20 ml	Pipetter à la pipette de verre dans un deuxième erlenmeyer de 300 ml, ajouter la baguette d'agitation et laisser refroidir dans le bain de glace.
Acide sulfurique pour le dosage de DCO	25 ml	25 ml	Ajouter lentement à la pipette de verre, en agitant et en refroidissant (la température ne doit pas dépasser 45 °C).

Après avoir ajouté la quantité totale d'acide sulfurique, refroidir dans le bain de glace jusqu'à atteindre la température ambiante.

Chaux sodée avec indicateur	6 - 7 g	6 - 7 g	Verser dans un tube absorbant chacun, fermer à l'aide du bouchon de verre et placer sur l'erlenmeyer refroidi.
-----------------------------	---------	---------	--

Placer chaque erlenmeyer fermé par le tube absorbant sur un agitateur magnétique et agiter pendant deux heures à température ambiante, à 250 tours/min (un trouble peut éventuellement se former).

Vérifier ensuite la teneur en chlorures de l'échantillon agité.³⁾
En cas de concentration de chlorures >250 mg/l, échanger la chaux sodée dans le tube absorbant et agiter de nouveau, jusqu'à obtenir une concentration de chlorures <250 mg/l.

¹⁾ Toutes les 6 semaines ou en entamant un nouveau flacon d'« acide sulfurique pour le dosage de DCO ».

²⁾ On recommande d'utiliser l'eau pour la chromatographie LiChrosolv®, art. 1.15333.

³⁾ à l'aide du test Chlorures MQuant®, art. 1.11132, conformément aux consignes d'application (cf. site web)

Après chaque utilisation, vider le tube absorbant, le rincer avec de l'acide sulfurique à 10 %, puis à l'eau pour éliminer toute trace d'acide, puis le sécher.

8. Mode opératoire

Agiter le tube à essai pour amener le résidu en suspension.

	Echantillon à mesurer	Echantillon à blanc ¹⁾	
Echantillon homogénéisé et appauvri	3,0 ml	-	Faire couler avec précaution de la pipette de verre , sur le réactif, le long de la paroi interne du tube à essai incliné (lunettes de protection ! le tube devient brûlant !).
Echantillon à blanc appauvri	-	3,0 ml	Faire couler avec précaution de la pipette de verre , sur le réactif, le long de la paroi interne d'un deuxième tube à essai incliné (lunettes de protection ! le tube devient brûlant !).

Boucher hermétiquement le tube avec le bouchon fileté.

Lors des opérations suivantes, toujours saisir le tube par son bouchon !

Mélanger **énergiquement** le contenu du tube.

Chauffer le tube pendant 120 minutes à 148 °C dans le thermoréacteur préchauffé. Retirer le tube brûlant du thermoréacteur et le laisser refroidir dans un support d'éprouvettes.

Ne pas refroidir à l'eau froide !

Au bout de 10 minutes, agiter le tube et le remettre dans son support jusqu'à refroidissement à la température ambiante (temps de refroidissement au moins 30 minutes).

Mesurer dans le photomètre.

¹⁾ Toutes les 6 semaines ou en entamant un nouveau flacon d'« acide sulfurique pour le dosage de DCO ».

Remarques concernant la mesure :

- Les tubes utilisés pour la mesure photométrique doivent être propres. Les essuyer le cas échéant avec un chiffon sec et propre.
- Les troubles éventuels se développant après la réaction donnent des résultats trop élevés.
- La valeur mesurée est longtemps stable.

9. Assurance de la qualité d'analyse

conseillé avant chaque série de mesures
Pour le contrôle du système de mesure photométrique (réactif-test, dispositif de mesure, manipulation) et du mode opératoire, on peut utiliser une solution étalon de DCO/chlorures préparée extemporanément avec 1500 mg/l de DCO et 20 000 mg/l de Cl^- (application, cf. site web). Remarques complémentaires, cf. sous www.qa-test-kits.com. Certificats de qualité et de lot pour les tests Spectroquant®, cf. site web. On y trouve une liste de toutes les données du contrôle en cours de production qui ont été déterminées selon ISO 8466-1 et DIN 38402 A51.

10. Remarque

Ne pas vider les réactifs-test dans les eaux usées.

Pour commander les instructions sur l'élimination des déchets, cf. www.disposal-test-kits.com.

1.17059.0001

Spectroquant®

Test en cubetas DQO

para agua de mar / altos contenidos en cloruros

DQO

Equivalente a los métodos USEPA para aguas potables y residuales

1. Definición

El DQO (demanda química de oxígeno) indica la cantidad de oxígeno procedente de dicromato potásico que, bajo las condiciones de trabajo del procedimiento indicado, reacciona con las sustancias oxidables contenidas en 1 l de agua.

1 mol de $K_2Cr_2O_7$ corresponde a 1,5 mol de O_2
Indicación en mg/l de DQO (= mg/l de O_2)

2. Método

El desnriquecimiento del contenido de cloruro de la muestra de agua se realiza mediante ácido sulfúrico y un absorbente de HCl. A continuación, la muestra de agua se oxida con una solución sulfúrica caliente de dicromato potásico y sulfato de plata como catalizador. El cloruro residual es enmascarado mediante sulfato de mercurio. A continuación se determina fotométricamente la concentración de los iones Cr^{3+} verdes.

El desnriquecimiento de cloruro corresponde a DIN 38409-41-2. El procedimiento corresponde a ISO 15705 y es análogo a EPA 410.4, APHA 5220 D y ASTM D1252-06 B.

3. Intervalo de medida y número de determinaciones

Intervalo de medida	Número de determinaciones
50 - 3000 mg/l de DQO	25

Datos de programación para determinados fotómetros / espectrofotómetros, ver www.sigmaaldrich.com/photometry.

4. Campo de aplicaciones

El test determina las sustancias orgánicas e inorgánicas oxidables con dicromato. Excepciones: algunos heterociclos (p.ej. piridina), compuestos de nitrógeno cuaternario e hidrocarburos fácilmente volátiles.

Material de las muestras:

Agua de mar
Aguas residuales que contienen cloruros

5. Influencia de sustancias extrañas

Ésta se comprobó de forma individual en soluciones con 1500 mg/l de DQO. Hasta las concentraciones de sustancias extrañas indicadas en la tabla la determinación todavía no es interferida. No se han controlado efectos cumulativos; sin embargo, éstos no pueden ser excluidos.

Concentración de sustancias extrañas en mg/l o en %			
Cr^{3+}	50	H_2O_2	50
CrO_4^{2-}	500	$NaNO_3$	10 %
NO_2^-	100	Na_2SO_4	10 %
SO_3^{2-}	250	Na_3PO_4	5 %

6. Reactivos y auxiliares

¡Tener en cuenta las advertencias de peligro que se encuentran en los diferentes componentes del envase!

¡Conservar el envase al abrigo de la luz!

Los reactivos del test son utilizables hasta la fecha indicada en el envase si se conservan cerrados entre +15 y +25 °C.

6.1 Contenido del envase:

25 cubetas de reacción
1 hoja con etiquetas redondas autoadhesivas para numerar las cubetas

6.2 Necesario además:

Agua para cromatografía LiChrosolv®, art. 1.15333
Ácido sulfúrico 95 - 97 % para determinación de DQO, art. 1.17048
Cal sodada con indicador, art. 1.06733
MQuant® Test Cloruros, art. 1.11132
Sodio hidróxido en solución 2 mol/l Titripur®, art. 1.09136
Ácido clorhídrico 10 % EMPROVE®, art. 4.80592
MQuant® Tiras indicadoras universales pH 0 - 14, art. 1.09535
Bujía absorbente, art. 1.15955
Tapón de vidrio NS 29/32
Matraz Erlenmeyer 300 ml con NS 29/32
Pipetas de vidrio para volúmenes de pipeteo de 3,0, de 20 y de 25 ml
Agitador magnético con regulador del número de revoluciones
Barra agitadora magnética con envoltura de PTFE, 30 x 7 mm
Baño de hielo
Termómetro, intervalo de medida 0 - 100 °C
Termorreactor

7. Preparación

- Analizar las muestras inmediatamente después de la toma de muestras.
- Homogeneizar las muestras.

La división Life Science de Merck opera como MilliporeSigma en los Estados Unidos y en Canadá.

© 2024 Merck KGaA, Darmstadt, Alemania y/o sus filiales. Todos los derechos reservados. Merck, Supelco, Sigma-Aldrich y Spectroquant son marcas comerciales de Merck KGaA, Darmstadt, Alemania. Todas las demás marcas comerciales son propiedad de sus respectivos propietarios. Tiene a su disposición información detallada sobre las marcas comerciales a través de recursos accesibles al público.

Reactivos y piezas técnicas para el desnriquecimiento de cloruro, ver apartado 6.2

Desnriquecimiento de cloruro

	Muestra	Muestra en blanco ¹⁾	
Muestra preparada	20 ml	-	Pipetear mediante pipeta de vidrio en un matraz Erlenmeyer de 300 ml, poner la barra agitadora magnética y refrigerar en el baño de hielo.
Agua destilada ²⁾	-	20 ml	Pipetear mediante pipeta de vidrio en un segundo matraz Erlenmeyer de 300 ml, poner la barra agitadora magnética y refrigerar en el baño de hielo.
Ácido sulfúrico para determinación de DQO	25 ml	25 ml	Agregar mediante pipeta de vidrio lentamente refrigerando y agitando (no sobrepasar una temperatura de 45 °C).

Una vez añadido completamente el ácido sulfúrico, refrigerar en el baño de hielo hasta alcanzar la temperatura ambiente.

Cal sodada con indicador	6 - 7 g	6 - 7 g	Echar en cada caso en una bujía absorbente cerrar con tapón de vidrio y colocar sobre el matraz Erlenmeyer enfriado.
--------------------------	---------	---------	--

Colocar en cada caso un matraz cerrado mediante una bujía absorbente sobre un agitador magnético y agitar durante 2 horas a temperatura ambiente y con una velocidad de 250 R/min (es posible que se forme una turbidez).

A continuación, comprobar el contenido de cloruro en la muestra agitada. ³⁾ En caso de concentraciones de >250 mg/l de cloruro, sustituir la cal sodada en la bujía absorbente y agitar de nuevo, hasta que se alcance un contenido de cloruro de <250 mg/l.

¹⁾ Cada 6 semanas o al estrenar un nuevo frasco de "Ácido sulfúrico para determinación de DQO".

²⁾ Se recomienda utilizar el agua para cromatografía LiChrosolv®, art. 1.15333.

³⁾ mediante test Cloruros MQuant®, Art. 1.11132, según prescripción de aplicación (ver sitio web)

Después de cada uso, la bujía absorbente ha de ser vaciada, enjuagada con ácido clorhídrico del 10 % y después con agua destilada sin ácido y, a continuación, secada.

8. Técnica

Agitar por balanceo la cubeta de reacción para poner en suspensión el sedimento.

	Muestra de medición	Muestra en blanco ¹⁾	
Muestra homogeneizada y desnriquecida	3,0 ml	-	Verter cuidadosamente mediante pipeta de vidrio sobre el reactivo en la pared interna de la cubeta de reacción mantenida inclinada (¡gafas protectoras! ¡la cubeta se calienta!).
Muestra en blanco desnriquecida	-	3,0 ml	Verter cuidadosamente mediante la pipeta de vidrio sobre el reactivo en la pared interna de una segunda cubeta de reacción mantenida inclinada (¡gafas protectoras! ¡la cubeta se calienta!).

Cerrar firmemente la cubeta con tapa roscada.

¡En las siguientes etapas de trabajo agarrar la cubeta solamente por la tapa roscada!

Mezclar **vigorosamente** el contenido de la cubeta.

Calentar la cubeta durante 120 minutos a 148 °C en el termorreactor precalentado. Sacar del termorreactor la cubeta caliente y colocarla en el soporte para tubos de ensayo para que se enfríe.

¡No refrigerar con agua fría!

Al cabo de 10 minutos agitar la cubeta por balanceo y para enfriarla a temperatura ambiente volver a colocarla en el soporte para tubos de ensayo (tiempo de enfriamiento mínimo 30 minutos).

Medir en el fotómetro.

¹⁾ Cada 6 semanas o al estrenar un nuevo frasco de "Ácido sulfúrico para determinación de DQO".

Notas sobre la medición:

- Para la medición fotométrica las cubetas deben estar limpias. Si es necesario, limpiarlas con un paño seco y limpio.
- Las turbideces después de acabada la reacción dan como resultado valores falsamente elevados.
- El valor de medición es estable durante un tiempo prolongado.

9. Aseguramiento analítico de la calidad

se recomienda antes de cada serie de mediciones. Para comprobar el sistema fotométrico de medición (reactivo del test, dispositivo de medición, manipulación) y el modo de trabajo puede usarse una solución patrón de DQO/cloruros recién preparada con 1500 mg/l de DQO y 20 000 mg/l Cl⁻ (aplicación, ver sitio web). Notas adicionales, ver bajo www.qa-test-kits.com. Certificados de calidad y lote para Kits de test de Spectroquant®, véase el sitio web. Allí se indican todos los datos del control de producción que se han obtenido según ISO 8466-1 y DIN 38402 A51.

10. Nota

¡Los reactivos del test no deben ir a las aguas residuales! Podrá pedirse información sobre los procedimientos de eliminación en www.disposal-test-kits.com.

1.17059.0001

Spectroquant®

Test in cuvetta COD

per acqua di mare / elevati contenuti di cloruri

COD

Equivalente a metodi USEPA per le acque potabili e di scarico

1. Definizione

Il COD (domanda chimica d'ossigeno, chemical oxygen demand) corrisponde alla quantità d'ossigeno proveniente da bicromato potassico, la quale reagisce sulle condizioni del procedimento specificato con le sostanze ossidabili contenute in 1 l d'acqua.

1 mol $K_2Cr_2O_7$ corrisponde a 1,5 mol O_2
Indicazione in mg/l COD (= mg/l O_2)

2. Metodo

L'impovertimento del contenuto di cloruro del campione d'acqua avviene per mezzo di acido solforico e un assorbimento di HCl. Il campione d'acqua viene successivamente ossidato con una soluzione solforica calda di bicromato potassico e solfato d'argento come catalizzatore. Il cloruro residuo vengono mascherati da solfato di mercurio. In seguito, viene determinata fotometricamente la concentrazione degli ioni Cr^{3+} verdi.

L'impovertimento di cloruri corrisponde a DIN 38409-41-2.
Il procedimento corrisponde a ISO 15705 ed è analogo a EPA 410.4, APHA 5220 D ed ASTM D1252-06 B.

3. Intervallo di misura e numero delle determinazioni

Intervallo di misura	Numero delle determinazioni
50 - 3000 mg/l COD	25

Per i dati di programmazione per fotometri / spettrofotometri selezionati - visitare www.sigmaaldrich.com/photometry.

4. Settore d'impiego

Il test rileva composti organici ed inorganici ossidabili con bicromato. Eccezioni: alcuni eterocicli (p.es. piridina), composti di azoto quaternario ed idrocarburi facilmente volatili.

Materiale d'esame:

Acqua di mare
Acque di scarico contenenti cloruri

5. Interferenze

L'interferenza è stata controllata singolarmente su soluzioni con 1500 mg/l COD. La determinazione non subisce interferenze fino alle concentrazioni delle sostanze estranee indicate in tabella. Non sono stati verificati eventuali effetti cumulativi che non possono tuttavia essere esclusi.

Concentrazioni di sostanze estranee risp. in mg/l o %			
Cr^{3+}	50	H_2O_2	50
CrO_4^{2-}	500	$NaNO_3$	10 %
NO_2^-	100	Na_2SO_4	10 %
SO_3^{2-}	250	Na_3PO_4	5 %

6. Reattivi ed accessori

Osservare tutte le avvertenze di pericolo sulle singole parti della confezione!

Conservare la confezione al riparo dalla luce!

I reattivi del test, conservati sigillati a +15 fino a +25 °C, si mantengono inalterati fino alla data indicata sulla confezione.

6.1 Contenuto della confezione:

25 cuvette di reazione
1 foglio con etichette aderenti per contrassegnare le cuvette

6.2 Inoltre necessario:

Acqua per cromatografia LiChrosolv®, art. 1.15333
Acido solforico 95 - 97 % per la determinazione COD, art. 1.17048
Calce sodata con indicatore, art. 1.06733
MQuant® Test Cloruri, art. 1.11132
Sodio idrossido soluzione 2 mol/l Titripur®, art. 1.09136
Acido cloridrico 10 % EMPROVE®, art. 4.80592
MQuant® Strisce indicatrici universali pH 0 - 14, art. 1.09535

Cuvette per assorbimento, art. 1.15955
Tappo di vetro NS 29/32

Matraccio di Erlenmeyer da 300 ml con NS 29/32

Pipette di vetro per volumi di dispensazione di 3,0, 20 e 25 ml
Agitatore magnetico con misuratore di giri
Barretta magnetica rivestita con PTFE, 30 x 7 mm
Bagno di ghiaccio
Termometro, intervallo di misura 0 - 100 °C
Termoreattore

7. Preparazione

- Analizzare i campioni immediatamente dopo il prelievo.
- Omogeneizzare i campioni.

Negli USA e in Canada il comparto Life Science di Merck opera con il nome MilliporeSigma.

© 2024 Merck KGaA, Darmstadt, Germania e/o sue affiliate. Tutti i diritti sono riservati. Merck, Supelco, Sigma-Aldrich e Spectroquant sono marchi di Merck KGaA, Darmstadt, Germania. Tutti gli altri marchi sono di proprietà dei legittimi detentori. Informazioni dettagliate sui marchi sono disponibili tramite risorse pubblicamente accessibili.

Reattivi e componenti tecnici per l'impovertimento di cloruri - ver punto 6.2

Impovertimento di cloruri

	Campione	Bianco ¹⁾	
Campione preparata	20 ml	-	Dispensare con la pipetta di vetro in un matraccio di Erlenmeyer da 300 ml, aggiungere la barretta magnetica e raffreddare in bagno di ghiaccio.
Acqua distillata ²⁾	-	20 ml	Dispensare con la pipetta di vetro in un secondo matraccio di Erlenmeyer da 300 ml, aggiungere la barretta magnetica e raffreddare in bagno di ghiaccio.
Acido solforico per la determinazione COD	25 ml	25 ml	Dispensare lentamente con la pipetta di vetro a freddo e agitare (la temperatura non deve superare i 45 °C).

Dopo aver aggiunto completamente l'acido solforico lasciare raffreddare in bagno di ghiaccio a temperatura ambiente.

Calce sodata con indicatore	6 - 7 g	6 - 7 g	Dispensare in ciascuna cuvette per assorbimento, chiudere con il tappo di vetro e collocare nel matraccio di Erlenmeyer raffreddato.
-----------------------------	---------	---------	--

Collocare ciascun matraccio chiuso con cuvetta per assorbimento in un agitatore magnetico e agitare per 2 ore a temperatura ambiente a 250 giri/min (eventualmente si forma una torbidezza).

Verificare infine il contenuto di cloruro del campione agitato.³⁾
In caso di concentrazioni >250 mg/l di cloruro, sostituire la calce sodata nella cuvetta per assorbimento e agitare nuovamente fino a ottenere un contenuto di cloruro <250 mg/l.

¹⁾ Ogni 6 settimane o in caso di apertura di un nuovo flacone di "Acido solforico per la determinazione COD".

²⁾ Si raccomanda di utilizzare l'acqua per cromatografia LiChrosolv®, art. 1.15333.

³⁾ per mezzo test Cloruri MQuant®, art. 1.11132, secondo le istruzioni d'uso (visitare il sito Internet)

Dopo ciascun impiego, la cuvetta per assorbimento deve essere svuotata, risciacquata con acido cloridrico al 10 % e quindi con acqua distillata priva di acidi e fatta asciugare.

8. Esecuzione

Agitare la cuvetta di reazione per portare a sospensione il precipitato.

	Campione da analizzare	Bianco ¹⁾	
Campione omogeneizzato ed impovertito	3,0 ml	-	Lasciar scorrere con precauzione sul reattivo mediante la pipetta di vetro , nella parete interna della cuvetta di reazione tenuta in posizione obliqua (occhiali di protezione! La cuvetta diventa calda!).
Bianco impovertito	-	3,0 ml	Lasciar scorrere con precauzione sul reattivo mediante la pipetta di vetro , nella parete interna della seconda cuvetta di reazione tenuta in posizione obliqua (occhiali di protezione! La cuvetta diventa calda!).

Chiudere per bene la cuvetta con tappo a vite.

Nei passaggi successivi afferrare la cuvetta solo per il tappo!

Mescolare **energeticamente** il contenuto della cuvetta.

Riscaldare la cuvetta per 120 min. a 148 °C nel termoreattore preriscaldato. Togliere la cuvetta surriscaldata dal termoreattore e lasciarla raffreddare sul portaprovette.

Non raffreddare con acqua fredda!

Dopo 10 min. agitare la cuvetta, riparla sul portaprovette e lasciarla raffreddare completamente a temperatura ambiente (far raffreddare per almeno 30 min.). Misurare nel fotometro.

¹⁾ Ogni 6 settimane o in caso di apertura di un nuovo flacone di "Acido solforico per la determinazione COD".

Indicazioni per la misurazione:

- Per la misurazione fotometrica le cuvette devono essere ben pulite. Eventualmente asciugare con panno asciutto e pulito.
- Eventuali intorbidamenti che si creano a reazione avvenuta danno valori troppo elevati.
- Il valore misurato rimane stabile a lungo.

9. Assicuramento della qualità analitica

raccomandato prima di ogni serie di misurazioni
Per il controllo del sistema di misura fotometrico (reattivi del test, dispositivo di misura, maneggio) e della modalità operativa si può utilizzare una soluzione standard preparata recentemente di COD/cloruri con 1500 mg/l COD e 20 000 mg/l Cl⁻ (applicazione - visitare il sito Internet).
Per ulteriori indicazioni, consultare www.qa-test-kits.com.
Per i certificati di qualità e dei lotti nei kit dei test Spectroquant® consultare il sito Internet dove sono raccolti tutti i dati di controllo della produzione determinati secondo ISO 8466-1 e DIN 38402 A51.

10. Avvertenza

Non disperdere nelle acque di scarico i reattivi del test!
Per richiedere informazioni sullo smaltimento visitare
www.disposal-test-kits.com.