

Chemischer Sauerstoffbedarf (CSB)

1.0 Anwendungsbereich

Das Verfahren ist anwendbar auf gegebenenfalls vorbehandelte Wässer, wie Abwässer und Grundwässer, deren chemischer Sauerstoffbedarf zwischen 15 und 300 mg/l liegt.

Überschreitet der CSB 300 mg/l, so wird die Wasserprobe auf das Doppelte verdünnt.

Liegt der Chlorid- Ionengehalt der Wasserprobe bei oder unter 1,0 g/l, so werden unter Verwendung von Quecksilbersulfat die Chlorid- Ionen maskiert.

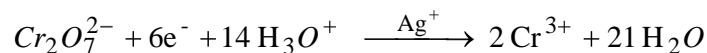
Bei einem Chlorid-Ionengehalt von über 1,0 g/l in der Probe, werden diese Ionen als Chlorwasserstoff ausgetrieben, bzw. dann in einem HCL Absorber aufgefangen, und die restlichen Chlorid- Ionen werden durch Quecksilbersulfat maskiert.

2.0 Grundlagen

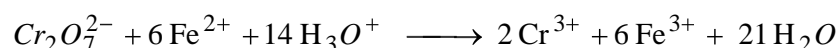
Der chemische Sauerstoffbedarf ist eine nach einem genormten Verfahren ermittelte Kenngröße für den Verschmutzungsgrad von Gewässern und Abwässern insbesondere mit organischen Verunreinigungen. Der CSB-Wert kann, wenn keine schwer oxidierbaren Stoffe in der Probe vorliegen, mit dem Totalen Sauerstoffbedarf (TSB) gleichgesetzt werden.

Die Analysenprobe wird mit Kaliumdichromat als Oxidationsmittel und Silbersulfat als Katalysator in stark schwefelsaurer Lösung unter definierten Bedingungen erhitzt.

In heißer Chromschwefelsäure ca. 148°C oxidieren die Cr(VI)-Ionen (Dichromat) in Gegenwart von Silber- Ionen als Katalysator die organischen Stoffe und werden selbst zu Cr (III)- Ionen reduziert.



Das zur Oxidation nicht verbrauchte Dichromat wird dann mittels Ammoniumeisen (II)- Sulfat- Lösung mit dem Redoxindikator Ferroin zurücktitriert:



3.0 Versuchsdurchführung

20 ml der Analysenprobe werden in einen 250 ml Rundkolben pipettiert. Es werden nacheinander 20 ml Kaliumdichromat- Lösung und 40 ml conc. Schwefelsäure zugegeben.

Die Schwefelsäure wird unter gutem Durchmischen vorsichtig zugegeben. Ein kleiner Magnetrührer wird in den Rundkolben gelegt. Der Kolben wird sofort mit dem Rückflusskühler versehen.

Das Reaktionsgemisch wird 15 Minuten unter Rühren(Kurzzeitverfahren nach DIN 38409 Teil 43) gekocht. Dann den Heizpilz entfernen und unter weiterem Rühren (wegen Siedeverzug) 5 Minuten abkühlen lassen. Nachdem der Rückflusskühler mit 50 ml dem Wasser gespült wurde, nimmt man ihn vom Rundkolben ab. Das Reaktionsgemisch kühlt man im Wasserbad auf Raumtemperatur ab. Nach Zugabe von 4 Tropfen Ferroinindikatorlösung titriert man den Überschuss an Dichromat mit Ammoniumeisen II- Sulfat- Lösung, bis die Farbe von blaugrün nach rotbraun umschlägt.

In gleicher Weise werden drei Blindproben analysiert, die anstelle der Analysenprobe 50 ml dem. Wasser enthalten. Nicht mehr als 10% des eingesetzten Kaliumdichromats dürfen verbraucht werden.

Der Titer der Ammoniumeisen II- sulfat- Lösung $c = 0,12 \text{ mol/l}$ wird täglich bei Gebrauch bestimmt. Dazu werden 20 ml Kaliumdichromatlösung ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) $c = 1/60 \text{ mol/l}$ mit dem. Wasser auf etwa 100 ml verdünnt und mit 30 ml conc. Schwefelsäure angesäuert. Die Lösung abkühlen lassen, 4 Tropfen Ferroin- Indikatorlösung zutropfen und mit $(\text{NH}_4)_2 \text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ von blaugrün nach rotbraun titrieren.

Die zuverlässige Durchführung des Verfahrens wird durch die Analyse einer Referenzlösung überprüft. Anstelle der Analysenprobe werden 20 ml Kaliumhydrogenphthalat- lösung analysiert: 0,170 g $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ getrocknet, in dem H_2O lösen, 5 ml conc. H_2SO_4 ansäuern und mit dem. H_2O auf 1000 ml auffüllen.

Der chemische Sauerstoffbedarf dieser Lösung beträgt 200 mg/l. Das Ergebnis ist ausreichend, wenn ein chemischer Sauerstoffbedarf zwischen 192 und 208 mg/l ermittelt wird.

4.0 Versuchsauswertung und Erläuterungen

Titerbestimmung

Verbrauch an $(\text{NH}_4)_2 \text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ –Lösung $c = 0,12 \text{ mol/l}$, Vorlage von $V_{\text{Di}} = 20 \text{ ml}$ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ – Lösung $c_{\text{Di}} = 1/60 \text{ mol/l}$.

Verbrauch an $(\text{NH}_4)_2 \text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ –Lösung

Titration 1 =	19,60 ml
Titration 2 =	19,50 ml
Titration 3 =	19,70 ml
Titration 4 =	19,50 ml
Mittelwert $V_{\text{AET}} =$	19,58 ml

$$c_{\text{AE}} = \frac{V_{\text{Di}} * c_{\text{Di}} * f_T}{V_{\text{AET}}} = \frac{20\text{ml} * \frac{1}{60} \frac{\text{mol}}{\text{l}} * 6}{19,58\text{ml}} = 0,1021 \frac{\text{mol}}{\text{l}}$$

Blindwertbestimmung

Verbrauch an der eingestellten $(\text{NH}_4)_2 \text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ –Lösung $c_{\text{AE}} = 0,1021 \text{ mol/l}$, Vorlage von $V_{\text{Di}} = 20 \text{ ml}$ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ –Lösung $c_{\text{Di}} = 1/60 \text{ mol/l}$, und 50 ml dem Wasser.

Verbrauch an $(\text{NH}_4)_2 \text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ –Lösung

Titration 1 =	19,20 ml	(alte H_2SO_4 , Wert gestrichen)
Titration 2 =	19,20 ml	(alte H_2SO_4 , Wert gestrichen)
Titration 3 =	19,50 ml	(neue H_2SO_4)
Titration 4 =	19,50 ml	(neue H_2SO_4)
Mittelwert $V_{\text{AEB}} =$	19,50 ml	

Bestimmung vom CSB in der Analysenprobe

Verbrauch an der eingestellten $(\text{NH}_4)_2 \text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ –Lösung $c_{\text{AE}} = 0,1021 \text{ mol/l}$, Vorlage von $V_{\text{Di}} = 20 \text{ ml}$ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ –Lösung $c_{\text{Di}} = 1/60 \text{ mol/l}$, und 20 ml der Analysenprobe.

	Verbrauch an $(\text{NH}_4)_2 \text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ –Lösung	
Titration 1	15,30 ml	(neue H_2SO_4)
Titration 2	15,30 ml	(neue H_2SO_4)
Mittelwert	$V_{\text{AEP}} =$	15,30 ml

$$CSB(\text{mgO}_2/\text{l}) = (V_{\text{AEB}} - V_{\text{AEP}}) \frac{c_{\text{AE}} * f}{V_{\text{P}}} = (19,50 \text{ ml} - 12,75 \text{ ml}) \frac{0,1021 \frac{\text{mol}}{\text{l}} * 8000 \frac{\text{mg}}{\text{mol}}}{20,00 \text{ ml}} = 171,53 \text{ mg/l}$$

Der chemische Sauerstoffbedarf der unbekannt Probe beträgt **171,53 mg/L**.

Kontrollbestimmung

Verbrauch an der eingestellten $(\text{NH}_4)_2 \text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ –Lösung $c_{\text{AE}} = 0,1021 \text{ mol/l}$, Vorlage von $V_{\text{Di}} = 20 \text{ ml}$ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ –Lösung $c_{\text{Di}} = 1/60 \text{ mol/l}$, und 20 ml der $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ -Lösung.

	Verbrauch an $(\text{NH}_4)_2 \text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ –Lösung	
Titration 1	14,70 ml	
Titration 2	14,70 ml	
Mittelwert	$V_{\text{AEK}} =$	14,70 ml

$$CSB(\text{mgO}_2/\text{l}) = (V_{\text{AEB}} - V_{\text{AEK}}) \frac{c_{\text{AE}} * f}{V_{\text{K}}} = (19,50 \text{ ml} - 14,70 \text{ ml}) \frac{0,1021 \frac{\text{mol}}{\text{l}} * 8000 \frac{\text{mg}}{\text{mol}}}{20,00 \text{ ml}} = 196,12 \text{ mg/l}$$

Der analytisch bestimmte Wert der Kontrollösung liegt innerhalb des Toleranzbereiches von $200 \pm 8 \text{ mg O}_2/\text{L}$.

Erläuterungen :

- f : Äquivalenzfaktor 8000 mg/mol
- f_{T} : Äquivalenzfaktor Titer = 6
- V_{AEB} : Verbrauch [ml] $(\text{NH}_4)_2 \text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ – Lsg. Blindwert
- V_{AET} : Verbrauch [ml] $(\text{NH}_4)_2 \text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ – Lsg. Titer
- V_{AEK} : Verbrauch [ml] $(\text{NH}_4)_2 \text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ – Lsg. Kontrolle
- V_{AEP} : Verbrauch [ml] $(\text{NH}_4)_2 \text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ – Lsg. Probe
- V_{P} : Volumen [ml] Aliquot der Probelösung
- V_{Di} : Vorlage [ml] $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ –Lösung
- V_{K} : Volumen [ml] der $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ –Kontrollösung
- c_{Di} : Konzentration $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ –Lösung, $c = 0,02 \text{ mol/l}$
- c_{AE} : bestimmte Konzentration der $(\text{NH}_4)_2 \text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ – Lösung

Anlage

Arbeitsprotokoll vom 9.12.00