

Photometrie-Lexikon

TIPPS UND ANWENDUNGSTRICKS RUND UM DIE
PHOTOMETRISCHE BESTIMMUNG -
AUS UNSERER KUNDENZEITSCHRIFT

WATERWORLD

Was bringt quecksilberfreie CSB-Messung?

Was bringt quecksilberfreie CSB-Messung?

Im Rahmen des Umweltschutzes laufen in allen Bereichen Bemühungen zur Minimierung von gesundheits- oder umwelt-relevanten Schadstoffen. In diesem Zusammenhang stellt sich immer wieder die Frage, ob die herkömmlichen CSB-Küvettschnelltests, die Quecksilber enthalten, durch quecksilberfreie Testsätze ersetzt werden können. Doch was bedeutet dies für die Qualität der Messergebnisse?

Das Prinzip der CSB-Messung

CSB ist ein Summenparameter für viele, sehr unterschiedliche Stoffzusammensetzungen. Die mit Schwefelsäure angesäuerte Wasserprobe wird mit einer definierten Menge Kaliumdichromat erhitzt und das bei der Oxidation verbrauchte Dichromat photometrisch bestimmt. Daraus ergibt sich die äquivalente Menge Sauerstoff. In der Lösung befindet sich außerdem Quecksilbersulfat zur Maskierung von Chloridionen in der Probe: Das Quecksilbersulfat „fängt“ dabei die Chloridionen und ergibt wasserlösliches Quecksilberchlorid, das die Messung praktisch nicht beeinflusst. Weiterhin dient Silbersulfat als Katalysator für die Oxidationsreaktion der unterschiedlich komplexen organischen Stoffe.

Die Aufschlusseffekte sind durch weitere mögliche Neben- und Kreuzreaktionen je nach CSB-Probe aber noch wesentlich komplexer. Dies ist der Grund für die allgemein großen Toleranzbereiche von CSB-Tests im Vergleich zu Einzelparametern.

Quecksilberfreie CSB-Tests

Lässt man das Quecksilbersulfat in CSB-Testsätzen weg, bildet Chlorid als Oxidationsmittel aus Silbersulfat Silberchlorid (neben vielen anderen möglichen Effekten, wie etwa der Bildung von Chlorgas). Das AgCl führt zur Bildung von Trübung bzw. schlecht absetzbarem Niederschlag. Die komplexen Reaktionsmöglichkeiten führen zu nicht reproduzierbaren Messwertfehlern mit einer deutlich größeren Streuung bei den erhaltenen Messwerten.

Die Tabelle zeigt Vergleichsmessungen zwischen quecksilberhaltigen und quecksilberfreien CSB-Messungen anhand einer realen Probe im Zu- und Ablauf einer kommunalen Kläranlage. Der Chloridgehalt lag bei 140 mg/l im Zulauf bzw. 110 mg/l im Ablauf und wurde zur Untersuchung des Einflusses für die Testreihe stufenweise erhöht.

Bei Anwesenheit von Chlorid in quecksilberfreien Testsätzen kann man die Überbefunde und die größere Streuung gegenüber den ISO-konformen Testsätzen deutlich

erkennen. Der Effekt des stufenweise erhöhten Chloridgehaltes ist dabei im Zulauf besonders gut zu beobachten. Unter den gewöhnlichen Einsatzbedingungen sind diese Testsätze damit nicht geeignet.

Umweltverträglich trotz Quecksilber: der herkömmliche CSB-Küvettest

Die heutigen Küvettestests bieten ISO-Konformität bei gleichzeitiger Verwendung geringstmöglicher Chemikalienmengen im geschlossenen System, was eine Gefährdung des Anwenders und ein Entweichen der Stoffe in die Umwelt praktisch ausschließt. Deshalb bieten quecksilberhaltige CSB-Tests eine gute Lösung durch die hohe Messwertgenauigkeit. Werden sie korrekt entsorgt und recycelt, bergen sie kaum Gefahr für Mensch und Umwelt.

Weniger Reagenzien und höhere Präzision

Je häufiger im optimalen Messbereich gearbeitet wird, umso präziser kann die Menge der umweltrelevanten Reagenzienvorlage abgestimmt sein, und umso präziser sind die Messwerte durch geringere Streuung aufgrund von Nebenreaktionen. Gerade diese möglichen Nebenreaktionen machen die Notwendigkeit eines vergleichbaren einheitlichen Verfahrens für Aufschlussstemperatur und -zeit sowie der Abkühlphase außerhalb des Thermoreaktors deutlich: Bei einem sogenannten Hochtemperaturaufschluss mit einer schnellen Abkühlung können gegenüber dem DIN-Verfahren abweichende Ergebnisse auftreten, z.B. durch Mehraufschluss und nicht abgesetzten Niederschlag, der als Trübung in der Probe verbleibt.

Fazit

Die *quecksilberfreien CSB-Testsätze* sind unter den meist vorherrschenden Bedingungen kommunaler Abwässer *wenig aussagekräftig* und bieten *keine zuverlässigen reproduzierbaren Ergebnisse für die Überwachung*.

OptRF

Seit Juni 2015 gibt es von WTW eine völlig neue, optische reagenzienfreie CSB-Messung (OptRF) für Ablaufproben von kommunalen Kläranlagen.

Zulauf

Chlorid- gehalt (mg/l)	CSB mg/l (Zulauf)		CSB mg/l (Zulauf, filtriert)	
	CSB Test C4/25	CSB (Hg-frei) 09773	CSB-Test C4/25	CSB (Hg-frei) 09773
140	568	786	124	246
	570	710	124	240
400	408	612	109	270
	394	736	91	242
500	373	534	84	428
	338	640	93	354

Ablauf

Chlorid- gehalt (mg/l)	CSB mg/l (Ablauf)	
	CSB-Test C3/25	CSB (Hg-frei) 109772
110	20	30
	20	26
250	24	27
	21	28
350	17	24
	18	26