



Application Note AN-T-204

Permanganatindex in Wasser

Vollautomatische Bestimmung nach GB/T 11892

Der Permanganat-Index (PMI) ist ein Summenparameter, der die Gesamtbelastung des Wassers mit oxidierbaren organischen und anorganischen Stoffen angibt. Bei den betreffenden Stoffen handelt es sich hauptsächlich um Huminstoffe/-säuren, die vor allem entstehen, wenn totes organisches Material im Boden weiter abgebaut und in Wasserquellen freigesetzt wird. Eine weitere Quelle für organisches Material im Wasser können Vögel oder Fische sein. Da er ein Indikator für die Wasserqualität ist, ist die Untersuchung des PMI für Trinkwasser in vielen Ländern obligatorisch.

Für die Bestimmung ist es erforderlich, die stabilisierte Wasserprobe für eine bestimmte Zeit auf 95 °C und höher zu erhitzen. Anschließend wird die Menge an Permanganat, die nach der Reaktion mit der Probe im Überschuß vorhanden ist, titrimetrisch bestimmt. Dieser Schritt der Probenvorbereitung erfordert einen erheblichen manuellen Aufwand.

In dieser Application Note wird ein vollautomatisches Verfahren zur Bestimmung des PMI nach GB/T 11892 beschrieben, das alle Schritte der Probenvorbereitung beinhaltet. Der Produktivitätsgewinn durch den reduzierten manuellen Arbeitsaufwand ist erheblich.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Die Anwendung wird für einen Resorcin-Standard (6 mg/L entsprechend einem PMI von 9,32-10,28 mg/L) und eine Wasserprobe aus einem Bach demonstriert.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Analyse erfolgt auf einem automatisierten System mit einem 810 Sample Processor mit externem Titriergefäß mit Thermostاتمantel, 916 Ti-Touch, einer Pt-Titrode für die Indikation und einem Pt1000-Tempersensur.

Die stabilisierte Probe wird in einen Titrierbecher überführt, der dann mit Aluminiumfolie abgedeckt und mit einem Folienhalter fixiert auf das Probenrack gestellt wird.

Für die Probenbestimmung wird ein aliquoter Teil der Probe in das externe Titriergefäß pipettiert. Schwefelsäure und Kaliumpermanganatlösung werden hinzugefügt. Die Lösung wird erhitzt und die Temperatur 30 Minuten lang zwischen 96-98 °C gehalten. Natriumoxalatlösung wird zugegeben, und der Überschuss mit standardisiertem Kaliumpermanganat bis nach dem Äquivalenzpunkt zurücktitriert.

Nach der Bestimmung wird das Gefäß automatisch entleert und zweimal mit deionisiertem Wasser gespült. Das Transfersystem wird ebenfalls mit deionisiertem Wasser gespült. Eine Blindbestimmung wird auf die gleiche Weise durchgeführt, indem die Probe durch die gleiche Menge deionisiertes Wasser ersetzt wird.

ERGEBNISSE

Nach EN ISO 8467 hat ein Resorcin-Standard von 6 mg/L einen PMI zwischen 9,32 und 10,28 mg/L. Die Analyse zeigt akzeptable und reproduzierbare

Zur Stabilisierung der Probe wird direkt nach der Probenahme Schwefelsäure zugegeben.



Abbildung 1. 916 Ti-Touch und 810 Sample Processor. Beispielaufbau für die Bestimmung des Permanganat-Index in Wasser.

Ergebnisse für den Standard und die Probe, die in **Tabelle 1** zusammengefasst sind. Ein Beispiel für eine Titrationskurve ist in **Abbildung 2** dargestellt.

Tabelle 1. Mittlerer PMI-Wert für zwei verschiedene Proben, bestimmt durch ein vollautomatisches Titrationssystem (n = 5).

Probe	PMI / mg/L	SD(rel) / %
Resorcin-Standard	10.04	1.75
Bachwasser	8.93	0.92

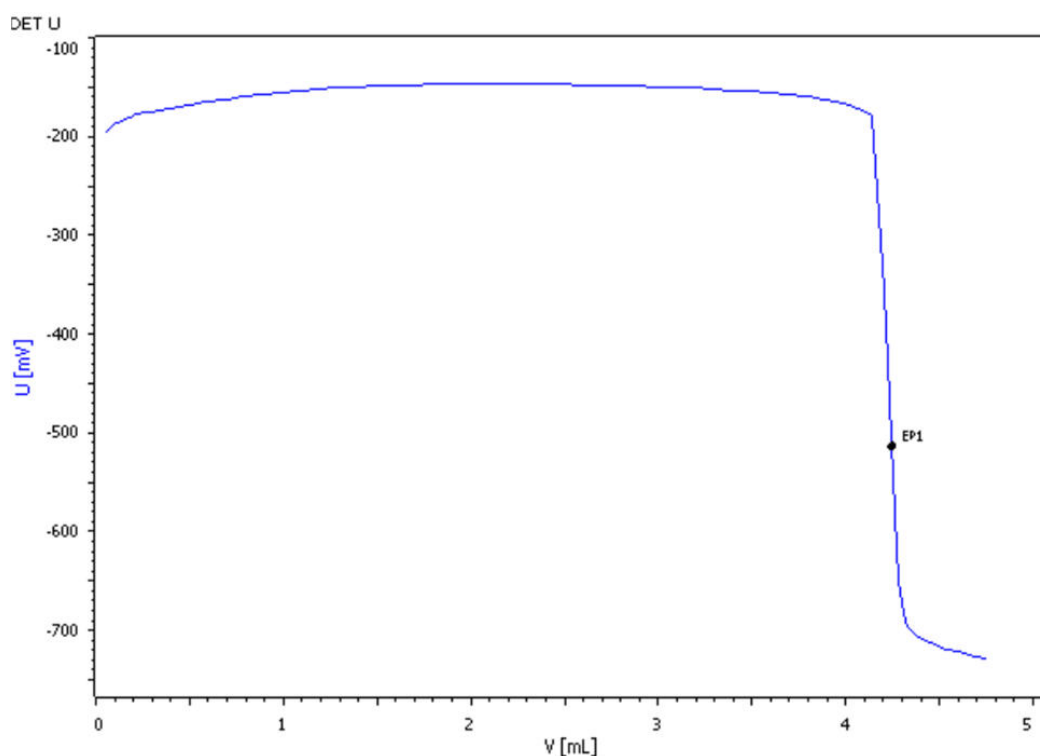


Abbildung 2. Beispiel einer Titrationskurve für die Bestimmung des Permanganat-Index in einer Bachwasserprobe.

FAZIT

Die Bestimmung des PMI-Wertes in Wasserproben kann mit einem automatischen Titrator von Metrohm, der mit einem Automationssystem erweitert ist, effizient durchgeführt werden. Eine schnelle und

präzise Bestimmung nach **GB/T 11892** ist möglich. Durch die vollständige Automatisierung aller Probenvorbereitungsschritte wird zudem die Produktivität im Labor deutlich erhöht.

Interne Referenz: AW TI CH1-1256-122018

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

KONFIGURATION



916 Ti-Touch mit Magnetrührer

"Reduce to the max" – das ist das Konzept des 916 Ti-Touch. Der Kompakt-Titrator von Metrohm bietet das Maximum in der Klasse der Stand-alone Systeme für die Routineanalytik.

Der 916 Ti-Touch mit eingebautem Magnetrührer unterstützt alle potentiometrischen Titrationen: die Titrationsmodi DET (Dynamische Äquivalenzpunkt-Titration), MET (Monotone Äquivalenzpunkt-Titration), SET (Titration auf einen oder zwei vorgegebene Endpunkte), STAT (enzymatische und pH-STAT Titrationen) und MAT (manuelle Titration).

Neu erfüllt der 916 Ti-Touch auch die FDA-Verordnung 21 CFR, Part 11. Damit sind Sie bei Audits immer auf der sicheren Seite.

Mit dem 810 Sample Processor erweitern Sie den 916 Ti-Touch mit Automation - So steigern Sie Ihren Probendurchsatz und verbessern die Präzision und Reproduzierbarkeit Ihrer Ergebnisse.



810 Sample Processor

Sample Processor für die automatisierte Analyse von Routineproben mittels 916 Ti-Touch oder 915 KF Ti-Touch.

Sample Processor mit einer Arbeitsstation und einer eingebauten Membranpumpe zur automatischen Bearbeitung von potentiometrischen wie Karl Fischer Titrationen in Serien mit kleiner bis mittlerer Anzahl. Neben der eingebauten kann eine weitere Pumpe (Membran oder Peristaltik) sowie bis zu drei Dosierer für Liquid Handling Aufgaben angeschlossen werden.

Aufgrund der vielfältigen Anwendungsvarianten müssen Rack, Rührer, Titrierkopf und Swing Head sowie Probengefäße auf die Applikation zugeschnitten separat bestellt werden.



iPt-Titrode

Intelligente, kombinierte Platinringeletrode mit einer pH-Glasmembran als Referenzelektrode und integriertem Speicherchip für Sensordaten.

Diese wartungsfreie Elektrode eignet sich für Redox titrationen bei konstant bleibendem pH Wert, z.B.:

- Iodometrie
- Chromatometrie
- Cerimetrie
- Permanganometrie

Diese Elektrode wird in dest. Wasser aufbewahrt.

iTrodos können an Titrando, Ti-Touch oder den 913/914 Metern verwendet werden.