

Selen

M363

0,05 - 1,6 mg/L Se

3,3'-Diaminobenzidin in Toluol

## Instrumentenspezifische Informationen

Der Test kann auf den folgenden Geräten durchgeführt werden. Zusätzlich sind die benötigte Küvette und der Absorptionsbereich der Photometer angegeben.

Geräte	Küvette	$\lambda$	Messbereich
SpectroDirect	<input type="checkbox"/> 50 mm	445 nm	0,05 - 1,6 mg/L Se
XD 7000, XD 7500	<input type="checkbox"/> 50 mm	445 nm	0,05 - 2 mg/L Se

## Probenahme

- Getrübe Proben müssen vor der Analyse mit einem Membranfilter der Porenweite 0.45  $\mu$ m filtriert werden.

## Vorbereitung

Folgende Reagenzien müssen eingenständig erworben werden:

1. Ameisensäure 98-100% p.a. (CAS-Nr.: 64-18-6)
2. 3,3'-Diaminobenzidin-Tetrahydrochlorid-Hydrat (CAS-Nr.: 868272-85-9)
3. Ammoniaklösung 25% p.a. (CAS-Nr.: 1336-21-6)
4. EDTA Dinatriumsalzlösung 0,1 mol/l (CAS-Nr.: 139-33-3)
5. Toluol für die Gaschromatographie (CAS-Nr.: 108-33-3)
6. pH-Indikatorstreifen, pH 2.0 - 9.0
7. Natriumsulfat, wasserfrei (CAS-Nr.: 7757-82-6)
8. Wasser zue Analyse

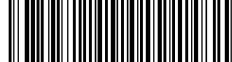
Weiteres Material:

1. Membranfilter (Porenweite: 0.45  $\mu$ m)
- Der pH-Wert der Probe muss zu Beginn der Analyse annähernd neutral sein.

## Anmerkungen

- Das Ergebnis wird angegeben in mg/L Se<sup>4+</sup>





## Durchführung der Bestimmung Selen

Die Methode im Gerät auswählen.

Reagenz 1

- 9,4 mL Ameisensäure p.a. in einen 100-mL-Messkolben füllen.
- Bis zur Markierung mit Wasser auffüllen.

Reagenz 2

- 0,5 g 3,3'-Diaminobenzidin-Tetrahydrochlorid-Hydrat in 100 mL gekühltem Wasser p.a. lösen.
- Dieses Reagenz muss täglich frisch angesetzt werden und in einer Braunglasflasche gelagert.

Reagenz 3

- 48 mL Ammoniaklösung 25% p.a. in einen 100-mL-Messkolben füllen.
- Mit Wasser p.a. bis zur Markierung füllen.

1. 50 mm Küvette mit **Toluol** füllen.
2. Küvette in den Messschacht stellen. Positionierung beachten.
3. Taste **Zero** drücken.
4. Küvette aus dem Messschacht nehmen, vollständig leeren und gut trocknen.
5. **60 mL Probe** in ein geeignetes Probengefäß geben.
6. **4 mL Reagenz 1** hinzufügen.
7. **4 mL EDTA Lösung** hinzufügen.
8. **4 mL Reagenz 2** hinzufügen.
9. Reagenzien mit einem Rührstab vermischen.
10. Mit **Reagenz 3** pH-Wert auf **2,5** einstellen.
11. Probegefäß für **45 Minuten** im Dunklen lagern.
12. Mit **Reagenz 3** pH-Wert auf **7,0** einstellen.
13. Probe in einen 250-mL-Schütteltrichter überführen.
14. **30 mL Wasser zur Analyse** hinzufügen.
15. **14 mL Toluol** hinzufügen.
16. Für **1 minute** schütteln.
17. Die untere wässrige Phase verwerfen.
18. Die Toluol Phase in einen kleinen (20-50 mL) Erlenmeyerkolben überführen.
19. Eine Spatelspitze **Natriumsulfat** p.a. hinzufügen.
20. Reagenz durch sanftes schütteln mischen.
21. Das Toluol Extrakt in eine 50 mL Küvette dekantieren.
22. Küvette in den Messschacht stellen. Positionierung beachten.
23. Taste **Test** drücken.

In der Anzeige erscheint das Ergebnis in mg/L Selen.



## **Chemische Methode**

3,3'-Diaminobenzidin in Toluol