REF 918978 **03.24** de

NANOCOLOR®
NanOx Metall

Feststoffreagenzien für den oxidativen Aufschluss von Metallen und gesamt-Phosphor

Inhalt:

30 g *NanOx* Metall Aufschlussreagenz
1 Messlöffel 85 mm orange
30 g *NanOx* Metall Neutralisationsreagenz
1 Messlöffel 70 mm weiß
1 Messlöffel 85 mm schwarz

Gefahrenhinweise:

Informationen zu Gefahren finden Sie auf dem Außenetikett und im Sicherheitsdatenblatt. Das Sicherheitsdatenblatt können Sie unter ***www.mn-net.com/SDS*** herunterladen.

Prinzip:

Oxidativer Aufschluss zur Erfassung von gesamt-Phosphor und von komplex gebundenen Metallen oder Metallionen, die in einer Oxidationsstufe vorliegen, in der sie sich ohne Aufschluss ihrem Nachweis entziehen würden, z. B. Chrom(III).

Anwendungsbereiche:

Aufschluss im Thermoblock

Der Aufschluss im Thermoblock bei 100 / 120 °C weist ein geringeres Oxidationspotential auf als der Mikrowellenaufschluss. Bei überwiegend industriellen Abwässern lässt sich diese Methode anwenden, wenn die Matrix über längere Zeiträume gleich bleibt. In regelmäßigen Abständen sollte die Vergleichbarkeit anhand von alternativen Methoden (z. B. Mikrowellenaufschluss) überprüft werden. Zum Aufschluss eines größeren Probevolumens besteht die Möglichkeit der Verwendung eines großen Aufschlussgefäßes (REF 91622), welches ein Aufschlussvolumen von bis zu 17 mL ermöglicht (Durchführung siehe Aufschluss XL).

Druckaufschluss in der Mikrowelle

Diese Methode ist im Vergleich zu den bisher praktizierten Nassaufschlüssen im Thermoblock neben der beträchtlichen Zeitersparnis wesentlich einfacher zu handhaben.

Mögliche Bestimmungen nach *NanOx* Metall Aufschluss

Folgende Bestimmungen sind nach Aufschluss mit *NanOx* Metall mit dem *NANOCOLOR*® System möglich:

Test 0-98 Aluminium 07*	Test 0-71 Nickel 4
Test 1-02 Aluminium*	Test 1-62 Nickel
Test 0-14 Cadmium 2	Test 0-76 Phosphat 1
Test 0-24 Chromat 5 (Chrom)	Test 0-81 Phosphat 5
Test 1-25 Chromat (Chrom)	Test 0-80 Phosphat 15
Test 1-28 Eisen	Test 0-55 Phosphat 45
Test 1-36 Eisen	Test 0-79 Phosphat 50
Test 0-37 Eisen 3	Test 1-95 Zink
Test 1-51 Kobalt	Test 0-96 Zink 4
Test 1-53 Kupfer	Test 0-42 Zink 6
Test 0-54 Kupfer 7	Test 0-01 Zirconium 100
Test 0-53 Kupfer 5	

*nur in der Mikrowelle

Stickstoff

Für die Bestimmung von gesamt-Stickstoff wird auf die Verwendung von NANOCOLOR® NanOx N (REF 918979) verwiesen.

Allgemeine Hinweise zur Durchführung:

Benutzen Sie den orangefarbenen Messlöffel nur für das Aufschlussreagenz. ***Für die Bestimmung von Chrom Test 0-24 / 1-25, Eisen Test 1-36 / 0-37, Kupfer Test 1-53 / 0-54 und Phosphor Test 0-79 auf die Neutralisation verzichten. Bei den Kupfertesten 1-53 und 0-54 stattdessen die doppelte Menge an Reagenz R1 (Test 1-53) bzw. R2 (Test 0-54) verwenden (REF 918903).*** *Den von der Probe zu erwartenden Messwert vorher in den vom Test angegebenen Messbereich verdünnen. Bei Wässern unbekannter Konzentration sollten zur Sicherheit Untersuchungen mit stark unterschiedlichen Verdünnungen (1+9; 1+99) durchgeführt werden, bis sich aus der letzten Verdünnung der vorher gefundene Wert bestätigt. Bei Proben, die große Mengen an Oxidationsmittel verbrauchen (z. B. bei CSB-Werten über 1000 mg/L O_2), besteht die Gefahr eines unvollständigen Aufschlusses, außerdem kann die Sicherheitsberstscheibe im Aufschlussgefäß zerstört werden. In diesen Fällen ist der Aufschluss mit der zuvor verdünnten Originalprobe zu wiederholen. Handelsübliche Mikrowellenherde können in ihrer Leistung schwanken; daher ist es von Zeit zu Zeit erforderlich, die Mikrowellenleistung zu kontrollieren und ggf. zu optimieren.*

Durchführung im Thermoblock:

Aufschluss:

Benötigtes Zubehör:

NANOCOLOR® Thermoblock
NANOCOLOR® Reaktionsgläser 16 mm AD (REF 91680)

6,0 mL Probelösung in ein **leeres** Reaktionsglas 16 mm AD (REF 91680) pipettieren, **1 gestrichenen orangefarbenen Messlöffel *NanOx* Metall Aufschlussreagenz** zugeben, verschließen und gründlich schütteln. Das Reaktionsglas in den *NANOCOLOR*® Thermoblock einsetzen und 30 min auf 120 °C oder 1 h auf 100 °C erhitzen. Aus dem Thermoblock entnehmen, abkühlen lassen und kurz umschwenken. **Die Aufschlusslösung muss klar und farblos sein.** Ansonsten ein weiteres Mal aufschließen. Das Reaktionsglas einmal auf den Kopf schwenken und anschließend öffnen, mit QUANTOFIX® Peroxid 25 (REF 91319) auf Peroxidfreiheit prüfen. Falls noch Peroxide vorliegen, Aufschlusslösung nochmals ohne weitere Zugabe von *NanOx* Metall Aufschlussreagenz erhitzen. Ist die Aufschlusslösung peroxidfrei, vorsichtig (Gasentwicklung) mit **3 gestrichenen weißen Mikrolöffeln *NanOx* Metall Neutralisationsreagenz** versetzen, verschließen und noch einmal kräftig schütteln. Der pH-Wert muss bei pH = 3–7 liegen, ansonsten mehr Neutralisationsreagenz verwenden. Der Inhalt kann nun als Probelösung für die oben genannten Phosphor- und Metallbestimmungen eingesetzt werden, wobei darauf zu achten ist, dass das Messergebnis der Rechteckküvettenteste bei geändertem Probevolumen mit dem entsprechenden Verdünnungsfaktor zu multiplizieren ist.

Aufschluss XL:

Benötigtes Zubehör:

NANOCOLOR® Thermoblock (REF 919350.1)
NANOCOLOR® Aufschlussküvette 22 mm AD (REF 91622)

17 mL Probelösung in ein **leeres** Aufschlussgefäß (REF 91622) pipettieren, **3 gestrichene, orangefarbene Messlöffel *NanOx* Metall Aufschlussreagenz** zugeben, verschließen und gründlich schütteln. Das Reaktionsglas in den *NANOCOLOR*® Thermoblock (REF 919350.1) einsetzen und 30 min auf 120 °C oder 1 h auf 100 °C erhitzen. Aus dem Thermoblock entnehmen, abkühlen lassen und kurz umschwenken. **Die Aufschlusslösung muss klar und farblos sein.** Ansonsten ein weiteres Mal aufschließen. Das Reaktionsglas einmal auf den Kopf schwenken und anschließend öffnen, mit QUANTOFIX® Peroxid 25 (REF 91319) auf Peroxidfreiheit prüfen. Falls noch Peroxide vorliegen, Aufschlusslösung nochmals ohne weitere Zugabe von *NanOx* Metall Aufschlussreagenz erhitzen. Ist die Aufschlusslösung peroxidfrei, vorsichtig (Gasentwicklung) mit **3 gestrichenen, schwarzen Messlöffeln *NanOx* Metall Neutralisationsreagenz** versetzen (bitte allgemeine Hinweise zur Durchführung beachten), verschließen und noch einmal kräftig schütteln. Der pH-Wert muss bei pH = 3–7 liegen, ansonsten mehr Neutralisationsreagenz verwenden. Der Inhalt kann nun als Probelösung für die oben genannten Phosphor- und Metallbestimmungen eingesetzt werden, wobei darauf zu achten ist, dass das Messergebnis der Rechteckküvettenteste bei geändertem Probenvolumen mit dem entsprechenden Verdünnungsfaktor zu multiplizieren ist. Nach beendeter Analyse die Aufschlusslösung aus dem Aufschlussgefäß entfernen und dieses mit Hilfe einer Flaschenbürste reinigen und mit dest. Wasser ausspülen.

Hinweis zum Aufschluss XL:

Unter Verwendung von zwei großen Aufschlussgefäßen können maximal vier weitere Reaktionsgläser mit 16 mm AD in den Thermoblock eingesetzt werden!

Verdünnungen:

Probe 1+9 verdünnt	
Aufschluss:	**0,6 mL** Probelösung und **5,4 mL** dest. Wasser in ein Reaktionsglas 14 mm ID pipettieren
Aufschluss XL:	**1,7 mL** Probelösung und **15,3 mL** dest. Wasser in das Aufschlussgefäß pipettieren
Probe 1+99 verdünnt	
Aufschluss:	**60 µL** Probelösung und **5,94 mL** dest. Wasser in ein Reaktionsglas 14 mm ID pipettieren
Aufschluss XL:	**170 µL** Probelösung und **16,8 mL** dest. Wasser in das Aufschlussgefäß pipettieren

Alternative Durchführung in der Mikrowelle:

Benötigtes Zubehör:

Mikrowellenherd, z. B. Siemens 750 Watt oder Panasonic 900 Watt mit digitaler Anzeige (sekundengenaue Einstellung), PTFE-Druckaufschlussgefäß 20 mL und Sicherheitsauffanggefäß (REF 91640)

10 mL Probelösung in das Aufschlussgefäß pipettieren, **2 gestrichene orangefarbene Messlöffel *NanOx* Metall Aufschlussreagenz** zugeben, verschließen und gründlich schütteln. Aufschlussgefäß im Mikrowellengerät auf den äußeren Rand des Drehtellers stellen und 23 s mit 900 Watt oder 28 s mit 750 Watt erhitzen (immer die höchste Leistungsstufe des jeweiligen Gerätes wählen). Aus der Mikrowelle nehmen und etwa 10 min abkühlen lassen. Das Aufschlussgefäß einmal auf den Kopf schwenken und anschließend vorsichtig öffnen. **Die Aufschlusslösung muss klar und farblos sein.** Ansonsten ein weiteres Mal aufschließen. Die Aufschlusslösung wird anschließend mit QUANTOFIX® Peroxid 25 (REF 91319) auf Peroxidfreiheit geprüft. Bei Anwesenheit von Peroxiden das Gefäß wieder verschließen und nochmals ohne weitere Zugabe von *NanOx* Metall Aufschlussreagenz in der Mikrowelle bestrahlen. Aus der Mikrowelle nehmen und etwa 10 min abkühlen lassen. Das Aufschlussgefäß einmal auf den Kopf schwenken und anschließend öffnen, nochmals auf Peroxidfreiheit prüfen und anschließend vorsichtig (Gasentwicklung) mit **6 gestrichenen weißen Mikrolöffeln *NanOx* Metall Neutralisationsreagenz** versetzen, verschließen und noch einmal kräftig schütteln. Der pH-Wert muss bei pH = 3–7 liegen, ansonsten mehr Neutralisationsreagenz verwenden. Der Inhalt kann nun als Probelösung für die oben genannten Phosphor- und Metallbestimmungen eingesetzt werden, wobei darauf zu achten ist, dass das Messergebnis der Rechteckküvettenteste aufgrund des halbierten Probevolumens mit 2 zu multiplizieren ist.

Verdünnungen:

Probe 1+9 verdünnt	
Mikrowelle:	**1,0 mL** Probelösung und **9,0 mL** dest. Wasser in das Aufschlussgefäß pipettieren
Probe 1+99 verdünnt	
Mikrowelle:	**0,1 mL** Probelösung und **9,9 mL** dest. Wasser in das Aufschlussgefäß pipettieren

Störungen:

a) Die Berstfolie reißt
1- Materialermüdung
→ Berstfolie und Dichtfolie austauschen
2- Probe gast aus → verdünnen
3- Siedeverzüge
→ spezielle Siedehilfe für *NanOx* verwenden
4- Zeitvorwahl → korrigieren

b) Unvollständiger Aufschluss
1- Aufschluss unvollständig, zu hoher CSB-Gehalt
Hinweis: leicht nitroser Geruch beim Öffnen des Aufschlussgefäßes oder **Aufschlusslösung nicht klar**
→ Verdünnen in den Messbereich, ggf. mehrmals aufschließen
2- andere Störungen, die sich durch den Aufschluss mit *NanOx* Metall nicht ohne weiteres eliminieren lassen

Zeitumrechnung für Mikrowellengeräte:

Für den Aufschluss mit *NanOx* Metall können bei Verwendung anderer Mikrowellengeräte die Bestrahlungszeiten folgendermaßen berechnet werden, wobei die jeweiligen Mikrowellengeräte immer auf der höchsten Leistungsstufe betrieben werden und sekundengenau einzustellen sind.

Beispiel: Mikrowelle 900 Watt → 24 s Bestrahlungszeit
Mikrowelle 750 Watt → X s Bestrahlungszeit
X = 900 / 750 x 24 s = 28,8 s → 29 s

Hierbei ist zu berücksichtigen, dass die oben errechnete Zahl u. U. auf Grund schwankender Mikrowellenleistung von Gerät zu Gerät zu überprüfen und ggf. einzustellen ist.

Korrigieren und Optimieren von Bestrahlungszeiten:

Die Leistung von Mikrowellengeräten auch gleicher Bauart kann von Gerät zu Gerät schwanken oder sich mit der Zeit verändern. Beim Aufschluss mit *NanOx* Metall kommt es aber auf eine genaue Dosierung der Energiezufuhr an. Um die Mikrowellenzeit zu optimieren, wird immer die höchste Leistungsstufe des jeweiligen Gerätes gewählt (max. 1000 Watt), weil diese durch keine Zeitintervalle getaktet wird. Bei einer Mikrowelle mit 900 Watt Leistung werden die Aufschlusszeiten etwa um 24 s liegen. Eine sehr zuverlässige und einfache Methode, die erforderliche Mikrowellenleistung festzustellen, stellt folgende Vorgehensweise dar:

Den mitgelieferten 100-mL-Erlenmeyerkolben mit genau 100 mL Wasser (ca. Raumtemperatur) füllen und mit einem Thermometer die Temperatur ermitteln (z. B. 21 °C). Jetzt den mit Wasser gefüllten Erlenmeyerkolben (ohne Thermometer) auf den äußeren Rand des Mikrowellentellers (gleicher Standort wie das Aufschlussgefäß) stellen und mit der zuvor berechneten Zeit bestrahlen. Sofort danach den Erlenmeyerkolben entnehmen und die Wassertemperatur unter leichtem Rühren bestimmen (z. B. 53 °C). Die Temperaturdifferenz muss 30 °C betragen. In diesem Beispiel beträgt die Differenz 53 - 21 = 32 °C. Um diesen abweichenden Betrag ist die Bestrahlungsdauer zu korrigieren.

Soll / Ist x Zeit = korrigierte Zeit
30 / 32 x 24 s = 22,5 s → 23 s

Diese Zeit nochmals in derselben Art und Weise überprüfen.

Allgemeine Arbeitshinweise:

Das Aufschlussgefäß immer an die gleiche Stelle an den äußeren Rand des Mikrowellentellers stellen. Für ein leichteres Arbeiten empfehlen wir, das Sicherheitsauffanggefäß mit Filterflocken oder Zellstoff zu füllen und ggf. mit einem Rundfilter abzudecken, außerdem den Abluftschlauch am Ausgleichsbehälter ganz zu entfernen. Nach ca. 5 Aufschlüssen sind die Filterflocken (REF 481110) oder der Zellstoff zu erneuern. Nach einem Reißen der Folien das Sicherheitsauffanggefäß vor dem nächsten Einsatz trocknen, bzw. Filterflocken oder Zellstoff erneuern. Bei Aufschlusslösungen, die zu Siedeverzügen neigen, empfiehlt sich der Einsatz von PTFE-Siedehilfen (REF 91628). Nach dem Aufschluss die Aufschlusslösung aus dem Aufschlussgefäß entfernen. Bei starker Verschmutzung und nach mehrfachem Gebrauch das Aufschlussgefäß mit einer Flaschenbürste reinigen und mit dest. Wasser ausspülen. Es empfiehlt sich von Zeit zu Zeit, einen Aufschluss mit dest. Wasser unter Zugabe von *NanOx* Metall Aufschlussreagenz, jedoch ohne anschließende Zugabe von Neutralisationsreagenz durchzuführen oder die Gefäße mit dest. Wasser zu füllen, mit einigen Tropfen Wasserstoffperoxid 30 % zu versetzen und einige Stunden stehen zu lassen.

REF	
91312	QUANTOFIX® Peroxid 100
91319	QUANTOFIX® Peroxid 25
91640	1 PTFE-Druckaufschlussgefäß 20 mL mit Sicherheitsauffanggefäß, Dicht- und Berstfolienset
91643	1 PTFE-Druckaufschlussgefäß 20 mL
91640.1	1 PFA-Sicherheitsauffanggefäß
91646	1 PFA-Schlauchverbindung mit Verschraubung
91644	1 Pg. = 20 PFA-Dichtfolien
91645	1 Pg. = 10 PTFE-Berstfolien
91628	1 Pg. = 3 PTFE-Siedehilfen
91680	1 Pg. = 20 Reaktionsgläser
91636	1 Ständer für 15 Rundküvetten und Aufschlussgefäße
91622	1 Pg. = 2 Aufschlussgefäße 22 mm AD
481100	1 Pg. = Filterflocken 500 g
481110	1 Pg. = Filterflocken 1000 g

MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG
Valencienner Str. 11 · 52355 Düren · Deutschland
Tel. : +49 24 21 969-0 · info@mn-net.com · ***www.mn-net.com***
Schweiz : MACHEREY-NAGEL AG
Hirsackerstr. 7 · 4702 Oensingen · Schweiz
Tel. : 062 388 55 00 · Fax : 062 388 55 05

REF 918978 **03.24** en

NANOCOLOR®
NanOx Metal

Solid reagents for oxidative decomposition of metals and total phosphorus

Contents:

30 g *NanOx* Metal decomposition reagent
1 orange spoon 85 mm
30 g *NanOx* Metal neutralization reagent
1 white micro spoon 70 mm
1 black spoon 85 mm

Hazard warning:

Information regarding safety can be found on the box' label and in the safety data sheet. You can download the SDS from ***www.mn-net.com/SDS***.

Principle:

Oxidative decomposition for total phosphorus and for covering complexly bonded metals or metal ions, which are present in an oxidation state, which without decomposition would not be determined by the test, e.g. chromium(III).

Fields of application:

Decomposition in a heating block

The decomposition in a heating block at 100 / 120 °C features a lower oxidation potential than the microwave decomposition. For mainly industrial wastewaters this method can be used, if the matrix is constant over a longer time period. In certain intervals the applicability of the method should be checked against a reference procedure (e.g. microwave decomposition). A decomposition of larger sample volumes can be accomplished by using the big decompostion vessel (REF 91622) with a capacity of up to 17 mL (for procedure refer to decomposition XL).

Pressurized microwave decomposition

This method offers the advantage of considerable time-saving and convenient operation compared to wet decompositions in the heating block.

Possible determinations after *NanOx* Metal decomposition

The following determinations can be performed with the *NANOCOLOR*® system after oxidation with *NanOx* Metal:

Test 0-98 Aluminium 07*	Test 1-36 Iron
Test 1-02 Aluminium*	Test 0-37 Iron 3
Test 0-14 Cadmium 2	Test 0-71 Nickel 4
Test 0-24 Chromate 5 (Chromium)	Test 1-62 Nickel
Test 1-25 Chromate (Chromium)	Test 0-76 Phosphate 1
Test 1-51 Cobalt	Test 0-81 Phosphate 5
Test 1-53 Copper	Test 0-80 Phosphate 15
Test 0-54 Copper 7	Test 0-55 Phosphate 45
Test 0-53 Copper 5	Test 0-79 Phosphate 50
Test 1-28 Iron	Test 1-95 Zinc
Test 0-96 Zinc 4	Test 0-01 Zirconium 100
Test 0-42 Zinc 6	

*only for microwave decomposition

Nitrogen

For determination of total nitrogen NANOCOLOR® NanOx N (REF 918979) is recommended.

General notes for the decomposition procedure:

Please use the orange measuring spoon only for the decomposition reagent. ***Don't use the neutralization reagent for following tests: chromium test 0-24 / 1-25, iron test 1-36 / 0-37, copper test 1-53 / 0-54 and phosphorus test 0-79. When performing copper tests 1-53 and 0-54 use twice as much reagent R1 (test 1-53) or R2 (test 0-54) respectively (REF 918903).*** *Dilute the sample until the measured value is within the measuring range. For waters of unknown concentrations we recommend that you perform the test with very different dilutions (e.g. 1+9, 1+99) until the last dilution confirms the previous value. For samples which consume large amounts of oxidizing substances (e.g. for COD values above 1000 mg/L O_2), decomposition can be incomplete, or the safety diaphragm in the pressure vessel can be destroyed. In such cases repeat the decomposition with a diluted sample solution. The power of commercial microwave ovens can fluctuate, thus it is necessary to check the microwave power from time to time and eventually optimize the microwave time.*

Decomposition in the heating block:

Decomposition

Requisite accessories:

NANOCOLOR® heating block
NANOCOLOR® test tubes 16 mm OD (REF 91680)

Pipet **6.0 mL** sample solution into an **empty** reaction tube 16 mm OD (REF 91680), add **1 level orange measuring spoon *NanOx* Metal decomposition reagent**, close and shake thoroughly. Place the reaction tube into the *NANOCOLOR*® heating block and heat 30 min at 120 °C or 1 h at 100 °C. Remove tube from the heating block, shake lightly and let cool. **The decomposition solution must be clear and colourless.** Otherwise another decomposition is necessary. Open the reaction tube and test the decomposition solution for peroxides using QUANTOFIX® Peroxide 25 test sticks (REF 91319). If peroxides are present, close tube and heat again without further addition of *NanOx* Metal decomposition reagent. Remove from the heating block and let cool for about 10 min. Turn the reaction tube on its head once, open it and again test for peroxides. Then carefully (evolution of gas) add **3 level white microspoons *NanOx* Metal neutralization reagent**, close and shake thoroughly. The pH value must be pH = 3–7, otherwise add more neutralization reagent. The contents can now be used as sample solution for the above-mentioned phosphorus and metal determinations. Please note that for standard tests the measured result has to be multiplied with the dilution factor depending upon the used amount of sample.

Decomposition XL:

Requisite accessories:

NANOCOLOR® heating block (REF 919350.1)
NANOCOLOR® decomposition vessel 22 mm OD (REF 91622)

Pipet **17 mL** sample solution into an empty reaction tube 22 mm ID (REF 91622), add **3 level orange measuring spoon *NanOx* Metal decomposition reagent**, close and shake thoroughly. Place the reaction tube into the *NANOCOLOR*® heating block and heat 30 min at 120 °C or 1 h at 100 °C. Remove tube from the heating block, shake lightly and let cool. **The decomposition solution must be clear and colorless.** Otherwise another decomposition is necessary. Turn the reaction tube upside down once, open the tube and test the decomposition solution for peroxides using QUANTOFIX® Peroxide 25 test sticks (REF 91319). If peroxides are present, close tube and heat again without further addition of *NanOx* Metal decomposition reagent. Remove from the heating block and let cool for about 10 min. Turn the reaction tube upside down once, open it and again test for peroxides. If it is free of peroxides, then carefully (evolution of gas) add **3 level black spoons *NanOx* Metal neutralization reagent**, close and shake thoroughly. The pH value must be pH = 3–7, otherwise add more neutralization reagent. The contents can now be used as sample solution for the above-mentioned phosphorus and metal determinations. Please note that for standard tests the measured result has to be multiplied with the dilution factor depending upon the used amount of sample. Please remove residual solution from the decomposition vessel after use and clean it with a bottle brush and distilled water.

Advice for the decomposition XL:

Using two large decomposition vessels within one heating block does only allow for the use of four more 16 mm OD reaction tubes!

Dilutions:

Sample 1+9 diluted	
Decomposition:	Pipet **0.6 mL** test sample and **5.4 mL** dist. water into a 14 mm ID reaction tube
Decomposition XL:	Pipet **1.7 mL** test sample and **15.3 mL** dist. water into the decomposition vessel
Sample 1+99 diluted	

Decomposition:	Pipet **60 µL** test sample and **5.94 mL** dist. water into a 14 mm ID reaction tube
Decomposition XL:	Pipet **170 µL** test sample and **16.8 mL** dist. water into the decomposition vessel

Alternative procedure for microwave decomposition:

Requisite accessories:

Microwave oven with digital display (time setting in seconds), PTFE pressure vessel 20 mL for decomposition and safety expansion reservoir (REF 91640)

Pipet **10 mL** sample solution into the decomposition vessel, add **2 level orange measuring spoons *NanOx* Metal decomposition reagent**, close and shake thoroughly. Place pressure vessel on the outer rim of the turntable in the microwave oven and heat 23 s at 900 VA or 28 s at 750 VA (always use the highest setting of the respective instrument). Remove vessel from the microwave oven and let cool for about 10 min. Turn the pressure vessel on its head once and then open it with caution. **The decomposition solution must be clear and colorless.** Otherwise another decomposition is necessary. Test the decomposition solution for peroxides using QUANTOFIX® Peroxide 25 test sticks (REF 91319). If peroxides are present, close vessel, and microwave again without further addition of *NanOx* Metal decomposition reagent. Remove from the microwave oven and let cool for about 10 min. Turn the pressure vessel on its head once, open it and again test for peroxides. Then carefully (evolution of gas) add **6 level white microspoons *NanOx* Metal neutralization reagent**, close and shake thoroughly. The pH value must be pH = 3–7, otherwise add more neutralization reagent. The contents can now be used as sample solution for the above-mentioned phosphorus and metal determinations. Please note that for standard tests the measured result has to be multiplied by 2 due to application of half the sample volume.

Dilutions:

Sample 1+9 diluted	
Microwave:	Pipet **1.0 mL** test sample and **9.0 mL** dist. water into the decomposition vessel
Sample 1+99 diluted	
Microwave:	Pipet **0,1 mL** test sample and **9.9 mL** dist. water into the decomposition vessel

Interferences:

a) The safety diaphragm ruptures
1- Material fatigue
→ replace safety diaphragm and sealing disc
2- Sample develops gases → dilute sample
3- Delays in boiling
→ use special *NanOx* boiling chips
4- Wrong time setting → adjust time

b) Incomplete decomposition
1- Decomposition incomplete due to high COD content
Note: slightly nitrous odour when opening the decomposition vessel or **decomposition solution not clear**
→ dilute into the measuring range, if necessary decompose several times
2- other interferences, which cannot be eliminated by decomposition with *NanOx* Metal

Time adjustment for different microwave ovens:

For decomposition with *NanOx* Metal the microwave times have to be adjusted for different instruments. All instruments should be operated at the highest setting, and the time is adjusted to the second.

Example for calculation:
Microwave energy 900 VA → 24 s heating time
Microwave energy 750 VA → X s heating time
X = 900 / 750 x 24 s = 28.8 s → 29 s

Please note that the actual power of the microwave oven may deviate from the nominal value. In these cases test and adjust the time as described below.

Correction and optimization of microwave times:

The output of microwave ovens can fluctuate even between instruments of the same model or it can change with time. For the decomposition with *NanOx* Metal, however, an exact dosing of energy is required. In order to optimize the microwave time, always choose the highest setting of the respective instrument (max. 1000 VA), because this is not interrupted by time intervals. For a microwave oven with 900 VA output the microwave time will be about 24 s. The following procedure is a very reliable and simple method to determine the microwave energy:

Fill the included 100 mL Erlenmeyer flask with exactly 100 mL water (of ambient temperature) and measure the temperature with a thermometer (e.g. 21 °C). Now place the filled Erlenmeyer flask (without thermometer) on the outer rim of the microwave turntable (same position as the decomposition vessel) and heat for the calculated time. Immediately remove the Erlenmeyer flask and measure the water temperature after slight stirring (e.g. 53 °C). The temperature difference must be 30 °C. In our example the difference is 53 - 21 = 32 °C. The heating time has to be corrected for this deviation:

Nominal difference/actual difference x time = corrected time
30 / 32 x 24 s = 22.5 s → 23 s

Check this time setting again following the above procedure.

General remarks:

Always place the decomposition vessel on the same position of the microwave turntable. For easier handling we recommend that you fill the safety expansion reservoir with filter flocs or pulp, covered with a filter circle, and remove the exhaust tubing from the safety expansion reservoir. After 5 decompositions the filter flocs (REF 481110) or pulp have to be replaced. If the safety diaphragm ruptures, always dry the safety reservoir prior to the next run, or replace the filter flocs or pulp. For sample solutions which tend to delays in boiling, we recommend using PTFE boiling chips (REF 91628). After decomposition remove the decomposition solution from the vessel. When the vessel is heavily soiled, or after continued use, clean the decomposition vessel with a bottle brush and dist. water. We recommend that from time to time you perform a blank decomposition with dist. water and *NanOx* Metal decomposition reagent, but without addition of neutralization reagent. As an alternative, you may fill the vessel with dist. water and some drops hydrogen peroxide 30 % and let it stand for some hours.

REF	
91312	QUANTOFIX® Peroxide 100
91319	QUANTOFIX® Peroxide 25
91640	PTFE pressure vessel 20 mL for decomposition with safety expansion reservoir, set of sealing discs and safety diaphragms
91643	PTFE pressure vessel 20 mL for decomposition
91640.1	PFA safety expansion reservoir
91646	PFA tubing with fitting
91644	pack of 20 PFA sealing discs
91645	pack of 10 PTFE safety diaphragms
91628	pack of 3 PTFE boiling chips
91680	pack of 20 reaction tubes
91636	rack for 15 reaction tubes and 2 decomposition vessels
91622	pack of 2 decomposition vessels 22 mm OD
481100	filter flocs, pack of 500 g
481110	filter flocs, pack of 1000 g

MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG
Valencienner Str. 11 · 52355 Düren · Germany
Tel. : +49 24 21 969-0 · info@mn-net.com · ***www.mn-net.com***

REF 918978 **03.24** fr

NANOCOLOR®
NanOx Métal

Réactifs solides pour la décomposition oxydative des métaux et de phosphore total

Contenu :

30 g de *NanOx* Métal réactif de minéralisation
1 cuillère orange de 85 mm
30 g de *NanOx* Métal réactif de neutralisation
1 cuillère blanche de 70 mm
1 cuillère noire de 85 mm

Indications de danger :

Vous trouverez des informations sur les risques sur l'étiquette de l'emballage et dans la fiche de données de sécurité. Vous trouverez la fiche de données de sécurité sur le site ***www.mn-net.com/SDS*** pour la télécharger.

Principe :

Minéralisation oxydative de phophore total et des métaux et ions métalliques qui au vue de leur degré d'oxydation ne seraient pas pris en compte lors de l'analyse, p.ex. chrome(III).

Domaines d'application :

Minéralisation dans un bloc chauffant

Le potentiel d'oxydation lors d'une minéralisation dans un bloc chauffant à 100 / 120 °C est plus faible que celui d'une minéralisation dans un four à micro-ondes. Cette méthode est applicable pour des eaux usées principalement industriales, pour lesquelles la matrice ne change pas pendant un long laps de temps. Nous conseillons de vérifier à intervalles réguliers la comparabilité à l'aide de méthodes de comparaison (minéralisation dans un four à micro-ondes p.ex.). La décomposition d'un grand volume d'échantillon est possible en utilisant le grand récipient de minéralisation (REF 91622) d'une capacité de 17 mL (se référer à la procédure décomposition XL).

Minéralisation haute pression dans un four à micro-ondes

Cette méthode présente par rapport aux méthodes traditionnelles, utilisant un bloc chauffant, un gain de temps considérable et une remarquable facilité de manipulation.

Déterminations possibles après décomposition avec *NanOx* Métal :

Après minéralisation avec *NanOx* Métal, on peut effectuer les déterminations *NANOCOLOR*® suivantes :

Test 0-98 Aluminium 07*	Test 0-71 Nickel 4
Test 1-02 Aluminium*	Test 1-62 Nickel
Test 0-14 Cadmium 2	Test 0-76 Phosphate 1
Test 0-24 Chromate 5 (Chrome)	Test 0-81 Phosphate 5
Test 1-25 Chromate (Chrome)	Test 0-80 Phosphate 15
Test 1-51 Cobalt	Test 0-55 Phosphate 45
Test 1-53 Cuivre	Test 0-79 Phosphate 50
Test 0-54 Cuivre 7	Test 1-95 Zinc
Test 0-53 Cuivre 5	Test 0-96 Zinc 4
Test 1-28 Fer	Test 0-42 Zinc 6
Test 1-36 Fer	Test 0-01 Zirconium 100
Test 0-37 Fer 3	

* seulement pour four à micro-ondes

Azote

Pour la détermination de l'azote total, nous vous conseillons l'utilisation de NANOCOLOR® NanOx N (REF 918979).

Notes générales pour la procédure :

Utiliser la cuillère de mesure orange pour le dosage du réactif de minéralisation. ***Pour la détermination du chrome (test 0-24 et 1-25), du fer (test 1-36 et 0-37), du cuivre (test 1-53 et 0-54) et du phosphore (test 0-79), la phase de neutralisation doit être annulée. Lors de l'éxecution du test cuivre 1-53 et 0-54, utiliser deux fois plus de réactif R1 (test 1-53) ou R2 (test 0-54) (REF 918903).*** *Dans ce cas, selon la valeur expérimentale attendue, il faut diluer l'échantillon de sorte à ramener la valeur expérimentale dans le domaine de mesure. Pour des eaux de concentrations inconnues, il est conseillé de travailler avec des dilutions très différentes (1+9 ; 1+99) jusqu'à confirmation de la valeur résultante de la dilution précédente. Les échantillons qui consomment une grande quantité d'oxydants (p.ex. pour des DCO supé- rieures à 1000 mg/L O_2) risquent d'entraîner une minéralisation incomplète et dès lors, suite à une émission plus longue, une détérioration des membranes de sécurité et d'étanchéité dans la cuve de minéralisation. Si ce cas se présente, il faut recommencer la minéralisation, mais en diluant d'abord l'échantillon. La puissance des fours à micro-ondes commerciaux peut fluctuer. Pour cette raison, il faut contrôler de temps en temps leur puissance ou, le cas échéant, optimiser le temps d'émission de micro-ondes.*

Mode d'emploi pour bloc chauffant :

Minéralisation

Accessoires nécessaires :

NANOCOLOR® bloc chauffant,
NANOCOLOR® éprouvettes de réaction 16 mm D.E (REF 91680)

Pipetter **6,0 mL** de l'échantillon à analyser dans une cuvette de réaction **vide** 16 mm D.E (REF 91680). Ajouter **1 cuillère de mesure (orange) remplies à ras bord de *NanOx* Métal réactif de minéralisation**, fermer la cuve, et secouer énergiquement. Chauffer la cuve au moins pendant 30 min à 120 °C ou 1 h à 100 °C à l'aide des blocs chauffant *NANOCOLOR*®. Sortir la cuve du réacteur, mélanger et laisser refroidir. **La solution doit être limpide et incolore.** Autrement minéraliser une autre fois. A l'aide des tests QUANTOFIX® Peroxydes 25 (REF 91319) vérifier que la solution ne contient plus de peroxydes. Si la solution contient encore des peroxydes, refermer la cuvette et chauffer sans ajout d'un quelconque réactif. Ouvrir la cuvette et rajouter **3 cuillères blanches remplies à ras bord de *NanOx* Métal réactif de neutralisation**, fermer et mélanger énergiquement. Le pH doit être pH = 3–7, sinon rajouter plus du réactif de neutralisation. La solution peut maintenant être utilisée comme l'échantillon à analyser pour les analyses des ions. Notez S.V.P. que le résultat des tests en cuves rectangulaires est à multiplier par le facteur de dilution dépendant de la prise d'échantillon initiale.

Minéralisation XL

Accessoires nécessaires :

NANOCOLOR® bloc chauffant (REF 919350.1),
NANOCOLOR® récipient minéralisation 22 mm D.E (REF 91622)

Pipetter **17 mL** de l'échantillon à analyser dans une cuvette de réaction vide 22 mm D.E (REF 91622). Ajouter **3 cuillères de mesure (orange) remplies à ras bord de *NanOx* Métal réactif de minéralisation**, fermer la cuve, et secouer énergiquement. Chauffer la cuve au moins pendant 30 min à 120 °C ou 1 h à 100 °C à l'aide des blocs chauffant *NANOCOLOR*®. Sortir la cuve du réacteur, mélanger et laisser refroidir. **La solution doit être limpide et incolore.** Autrement minéraliser une autre fois. A l'aide des tests QUANTOFIX® Peroxydes 25 (REF 91319) vérifier que la solution ne contient plus de peroxydes. Si la solution contient encore des peroxydes, refermer la cuvette et chauffer sans ajout d'un quelconque réactif. Ouvrir la cuvette et rajouter **3 cuillères noire remplies à ras bord de *NanOx* Métal réactif de neutralisation**, fermer et mélanger énergiquement. Le pH doit être pH = 3–7, sinon rajouter plus du réactif de neutralisation. La solution peut maintenant être utilisée comme l'échantillon à analyser pour les analyses des ions. Notez s.v.p. que le résultat des tests en cuves rectangulaires est à multiplier par le facteur de dilution dépendant de la prise d'échantillon initiale. Après utilisation, vider le récipient de minéralisation, nettoyer avec un goupillon et rincer à l'eau distillée.

Conseil pour la décomposition XL :
L'utilisation de 2 récipients de minéralisation XL dans un bloc chauffant évite l'utilisation de 4 emplacements pour les tubes 16 mm D.E !

Dilution :

Echantillon dilué par 1+9	
Minéralisation :	pipeter **0,6 mL** de l'échantillon et **5,4 mL** d'eau distillée dans un tube de 14 mm de diamètre
Minéralisation XL :	pipeter **1,7 mL** de l'échantillon et **15,3 mL** d'eau distillée dans la cuve de minéralisation
Echantillon dilué par 1+99	
Minéralisation :	pipeter **60 µL** de l'échantillon et **5,94 mL** d'eau distillée dans un tube de 14 mm de diamètre
Minéralisation XL :	pipeter **170 µL** de l'échantillon et **16,8 mL** d'eau distillée dans la cuve de minéralisation

Alternative mode d'emploi pour four à micro-ondes :

Accessoires nécessaires :

Four à micro-ondes (par ex. Siemens 750 Watt ou Panasonic 900 Watt avec indication digitale (à la seconde) du temps d'exposition, réacteur de minéralisation en PTFE de 20 mL et le vase de sécurité (REF 91640)

Pipetter **10 mL** de l'échantillon à analyser dans la cuve de minéralisation. Ajouter **2 cuillères de mesure (orange) remplies à ras bord de *NanOx* Métal réactif de minéralisation**, fermer et agiter vigoureusement. Placer la cuve de minéralisation dans le four à micro-ondes sur le bord extérieur plateau tournant et chauffer pendant 25 s pour un appareil de 900 Watt ou 30 s pour un appareil de 750 Watt (choisir systématiquement la puissance maximale du four). Sortir la cuve du four et laisser refroidir pendant 10 min. Mélanger puis ouvrir avec précautions. **La solution doit être limpide et incolore.** Autrement minéraliser une autre fois. A l'aide des tests QUANTOFIX® Peroxydes 25 (REF 91319) vérifier que la solution ne contient plus de peroxydes. Si la solution contient encore des peroxydes, refermer la cuve et la réexposer dans le four à micro-ondes sans ajout d'un quelconque réactif. Sortir la cuve du four et laisser refroidir pendant 10 min. Mélanger puis ouvrir avec précautions. A l'aide des tests QUANTOFIX® Peroxydes revérifier que la solution ne contient cette foisci plus de peroxydes, ajouter avec précaution (développement de gaz) **6 cuillères blanches remplies à ras bord de *NanOx* Métal réactif de neutralisation**, fermer et mélanger. Le pH doit être pH = 3–7, sinon rajouter plus du réactif de neutralisation. La solution est prête à être utilisée comme l'échantillon à analyser pour les tests cités au-dessus. Il faut noter que les résultats obtenus avec les cuves rectangulaires sont à multiplier par deux puisque le volume de départ est de moitié.

Dilution :

Echantillon dilué par 1+9	
Au four à micro-ondes :	pipeter **1,0 mL** de l'échantillon et **9 mL** d'eau distillée dans la cuve de minéralisation
Echantillon dilué par 1+99	
Au four à micro-ondes :	pipeter **0,1 mL** de l'échantillon et **9,9 mL** d'eau distillée dans cuve de minéralisation

Perturbations :

a) La membrane de sécurité se rompt
1- Usure du matériel
→ remplacer les membranes de sécurité et d'étanchéité
2- L'échantillon s'évapore → diluer l'échantillon
3- Retards d'ébullition
→ utiliser des régulateurs d'ébullition spéciaux (spirales en téflon) pour *NanOx*
4- Réglage du temps → corriger

b) Minéralisation partielle
1- Minéralisation incomplète pour des valeurs élevées de DCO
indication : odeur légère de gaz nitreux lors de l'ouverture de la cuve, ou **la solution n'est pas limpide**
→ diluer ; le cas échéant, minéraliser plusieurs fois
2- Autres interférences ne pouvant être éliminées facilement par minéralisation avec *NanOx* Métal

Calcul du temps de réaction avec le four à micro-ondes :

Concernant la minéralisation avec *NanOx* Métal dans d'autres fours à micro-ondes, le temps peut être calculé de la manière suivante (régler l'appareil sur la puissance maximale).

Exemple :
Four à micro-ondes 900 Watt → 24 s d'exposition
Four à micro-ondes 750 Watt → X s d'exposition
X = 900 / 750 x 24 = 28,8 → 29 s d'exposition

En vertu des fluctuations de puissance des fours à micro-ondes, il faut contrôler le temps calculé d'un appareil à l'autre et, le cas échéant, l'ajuster.

Correction et optimisation des temps d'émission :

La puissance d'un four à micro-ondes peut varier d'un appareil à l'autre, même pour des types d'appareils identiques, ou s'altérer avec le temps. La minéralisation avec *NanOx* Métal nécessite un dosage précis d'énergie. Ainsi, on sélectionne toujours la puissance maximale de l'appareil (1000 Watt max.), pour éviter un réglage d'émission par intervalles de temps. Pour un four à micro-ondes d'une puissance de 900 watts, le temps de minéralisation se situe aux environs de 24 s. Une méthode simple et fiable d'ajuster le temps d'émission consiste en la procédure suivante :

Remplir l'erlenmeyer, qui fait partie du poste de mesure, avec exactement 100 mL d'eau (à température ambiante) et déterminer sa température à l'aide d'un thermomètre (ex. 21 °C). Placer l'erlenmeyer rempli d'eau (sans thermomètre) dans le four à micro-ondes sur le bord extérieur du plateau pivotant (au même endroit que la cuve de minéralisation) et chauffer pendant le temps d'émission calculé. Ensuite, sortir immédiatement l'erlenmeyer du four et déterminer la température de l'eau après légère agitation (ex. 53 °C). La différence de température doit être de 30 °C. Dans l'exemple, la différence est de 53 - 21 = 32 °C. Le temps d'émission doit donc être corrigé.

Différence théorique/différence mesure x temps = temps corrigé
30 / 32 x 24 s = 22,5 → 23 s

Nous conseillons de contrôler une seconde fois ce temps en procédant de la même manière.

Consignes générales de manipulation :

Placer toujours la cuve de minéralisation sur le bord extérieur et au même endroit du plateau pivotant. Afin d'assurer un nettoyage plus aisé en cas de rupture de la membrane de sécurité, nous conseillons de remplir le récipient de sécurité de flocons filtrants. Ces flocons doivent être remplacés après 5 minéralisations. Après rupture de la membrane de sécurité, sécher le récipient de sécurite avant l'utilisation suivante et remplacer les flocons filtrants. Pour les solutions qui tendent à retarder l'ébullition, nous recommandons d'utiliser des spirales en téflon comme régulateurs d'ébullition. Après minéralisation, sortir la solution de minéralisation de la cuve. Après salissement grave et après utilisation de la cuve à plusieurs reprises, nettoyer la cuve à l'aide d'un goupillon et la rincer avec de l'eau distillée. Nous recommandons d'effectuer de temps en temps une minéralisation avec de l'eau distillée en ajoutant le réactif de minéralisation seul (pas de réactif de neutralisation !)ou de remplir les récipients avec de l'eau distillée et de quelques gouttes de peroxyde d'hydrogène 30 % (laisser reposer pendant quelques heures).

REF	
91312	QUANTOFIX® Peroxyde 100
91319	QUANTOFIX® Peroxyde 25
91640	1 cuve haute pression en téflon 20 mL avec récipient de sécurité, jeu de membranes de sécurité et d'étanchéité
91643	1 cuve haute pression en téflon 20 mL
91640.1	1 récipient de sécurité en PFA
91646	1 tuyau en PFA avec adaptateur
91644	1 paquet de 20 membranes d'étanchéité en PFA
91645	1 paquet de 10 membranes de sécurité en téflon
91628	1 paquet de 3 spirales en téflon (régulateurs d'ébullition)
91680	1 paquet de 20 cuvettes de réaction 16 mm D.E
91636	1 support pour 15 cuves rondes et 2 récipients de minéralisation
91622	1 paquet de 2 récipients de minéralisation 22 mm D.E
481100	1 paquet de 500 g de flocons filtrants
481110	1 paquet de 1000 g de flocons filtrants

MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG
Valencienner Str. 11 · 52355 Düren · Allemagne
Tél. : +49 24 21 969-0 · info@mn-net.com · ***www.mn-net.com***
France : MACHEREY-NAGEL SAS
1, rue Gutenberg – BP135 · 67720 Hoerdt · France
Tél. : 03 88 68 22 68 · sales-fr@mn-net.com
MACHEREY-NAGEL SAS
(Société par Actions Simplifiée) au capital de 186600 €
Siret 379 859 531 00020 · RCS Strasbourg B379859531
N° intracommunautaire FR04 379 859 531

PD 10764 / A011653 / 918978 / xxxx