

Bestimmung der Phosphat- und Nitratkonzentration in Wasser

1 Einleitung

Ortho-Phosphationen PO_4^{3-} bilden in saurer Lösung mit Molybdat- und Antimonionen einen Antimon-Phosphormolybdat-Komplex. Dieser wird durch Ascorbinsäure zu einem stark gefärbten Molybdänblau-Komplex reduziert, der bei 880 nm ein Absorptionsmaximum hat.

Nitrationen absorbieren in Wasser UV Strahlung, mit einem Maximum bei rund 220 nm. Daher lässt sich die Nitratkonzentration direkt aus den gefilterten Wasserproben mittels Spektrometrie bestimmen.

2 Vorbereitung der Glaswaren für Phosphatnachweis (bereits vorbereitet)

Einige Abwaschmittel für Abwaschmaschinen enthalten immer noch Phosphate, die während des Waschvorgangs an die Gefässwände adsorbieren. Bei der Vorbereitung der Messung von Eich- und Probelösungen wird dieses Phosphat desorbiert und verfälscht die Resultate massiv. Dies kann verhindert werden, wenn die Glaswaren über Nacht in 0.5 mol/l H_2SO_4 eingelegt und anschliessend mit deionisiertem Wasser gespült werden.

Konzentrierte Schwefelsäure 96 % H_2SO_4 hat eine Stoffmengenkonzentration von rund 18 mol/L. Dies bedeutet, dass in einer Kunststoffwanne zu 5 l Wasser **sehr vorsichtig(!)** 140 ml der konzentrierten Schwefelsäure bzw. zu 10 l Wasser **ebenso vorsichtig(!)** unter ständigem Rühren 280 ml konzentrierte Schwefelsäure gegeben werden. **ACHTUNG:** Zuerst das Wasser, dann die Säure, sonst passiert das Ungeheure!

Nach Gebrauch wird die Schwefelsäure in beschrifteten Kanistern aufbewahrt und kann später für den gleichen Zweck wieder gebraucht werden.

3 Herstellung der Eichlösungen für Phosphatnachweis (bereits vorbereitet)

- **Stammlösung SL:** Wir haben im Kühlschrank eine PO_4^{3-} -Lösung mit der Konzentration 1 g/l.
- **Verdünnungslösung VL:** 5 ml **SL** werden in einen 1000 ml Messkolben überführt. Anschliessend wird mit demin. Wasser bis zur Marke aufgefüllt und gut geschüttelt.
- Die Eichlösungen NE1 – NE6 werden gemäss folgender Tabelle hergestellt.

Nr.	Messkolben [ml]	VL [ml]	c(PO_4^{3-}) [mg/l]
PE1	50	0	0
PE2	50	0.1	0.010
PE3	50	0.25	0.025
PE4	50	0.5	0.050
PE5	50	1	0.100
PE6	50	2	0.200

4 Herstellung der Eichlösungen für Nitratnachweis (bereits vorbereitet)

- **Stammlösung SL:** Verwenden Sie eine vorhandene NO_3^- Standardlösung 1 g/l oder stellen Sie eine Stammlösung her, indem Sie 137.1 mg NaNO_3 in einem 100 ml Messkolben abwägen und bis zur Marke mit demin. Wasser auffüllen und gut schütteln.
- Die Eichlösungen NE1 – NE6 werden gemäss folgender Tabelle hergestellt.

Nr.	Messkolben [ml]	SL [ml]	c(NO_3^-) [mg/l]
NE1	50	0	0
NE2	50	0.25	5
NE3	50	0.5	10
NE4	50	1	20
NE5	50	1.5	30
NE6	50	2	40

5 Reagenzien für Phosphatnachweis (bereits vorbereitet)

Lösung L1

2.00 g Ascorbinsäure in 20 ml Messkolben einwiegen, lösen, mit demin. Wasser bis zur Marke auffüllen.

Lösung L2

- **Lösung A:** 1.3 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ in ca. 5 ml Wasser unter Erwärmen lösen, in 10 ml-Messkolben überführen und mit deionisiertem Wasser bis zur Marke auffüllen.
- **Lösung B:** 0.35 g Kaliumantimon(III)oxidtartrat-Hemihydrat $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 0.5 \text{H}_2\text{O}]$ in 100 ml Messkolben einwiegen und mit deionisiertem Wasser bis zur Marke auffüllen.
- **Lösung C:** Zu 15 ml Wasser werden **sehr vorsichtig(!)** unter ständigem Rühren 15 ml konzentrierte Schwefelsäure 96% H_2SO_4 gegeben.
- **Lösung L2:** 10 ml **Lösung A** unter Rühren zu 30 ml **Lösung C** geben und dann 10 ml **Lösung B** zusetzen; gut mischen.

6 Mikrofiltration

Die gesammelte Wasserprobe wird mit einem $0.45 \mu\text{m}$ Filter abgenutscht.

7 Phosphatmessung

Zu 15 ml Probe (Eichlösungen / Probelösungen) in einem 20 ml Kunststoffschälchen 0.3 ml **L1** und 0.6 ml **L2** zugeben und gut mischen. Nach 20 ± 1 min wird die Absorption bei 880 nm in einer „grossen“ Quarzkuvette gemessen.

Verwenden Sie mit L1 und L2 versetztes demin. Wasser (Eichlösung PE1) als Referenzlösung.

Achtung: Die zu messenden Lösungen werden im Abstand von jeweils rund 1 min angesetzt, damit die Messung möglichst genau nach 20 min erfolgen kann. Dabei wird die voraussichtliche Messzeit notiert.

8 Nitratmessung

Füllen Sie eine „kleine“ Quarzkuvette (Standardgrösse) zu zweidritteln mit Ihrer Wasserprobe und messen Sie die Absorption bei 200 nm.

Verwenden Sie demin. Wasser (Eichlösung NE1) als Referenzlösung