

## Photometrische Bestimmung von Nitrat

Nitrat ist der bedeutendste Pflanzennährstoff und mengenmäßig wichtigster Bestandteil des verfügbaren anorganischen N (DIN). Er stammt entweder aus der Nitrifikation von remineralisiertem N in Form von Ammonium (unter oxischen Bedingungen) oder gelangt durch Auswaschung aus den Böden in Gewässer, vor allem unmittelbar nach der Düngung oder über Drainagen. Nitrat ist der erste alternative Elektronenakzeptor, wenn Sauerstoff aufgebraucht ist (Denitrifikation oder Nitratatmung). Dieser Prozess wandelt Nitrat überwiegend in molekularen Stickstoff um und entfernt ihn somit aus dem System.

Nitrat wird quantitativ zu Nitrit reduziert. Die Reduktion erfolgt an verkupferten Cadmiumspänen bei einem pH-Wert von 7,5 - 8,4.

In Gewässern treten hohe Nitratkonzentrationen vor allem im Winter auf, wenn Nitratverbraucher, vor allem Makrophyten und Phytoplankton, ruhen. Auch die Denitrifikation muss eingeschränkt sein, wenn hohe Nitratkonzentrationen auftreten. Das ist unter oxischen Bedingungen der Fall. In intensiv landwirtschaftlich genutzten Gegenden, können die Auswaschungen gedüngter Böden so groß sein, dass ganzjährig Nitrat in hohen Konzentrationen messbar ist. (Winterliches) Nitrat steht für eine hohe interne und externe Eutrophierung.

### Material:

Photometer

Küvetten (OG) 50mm, 10mm

25 ml und 100 ml Erlenmeyerkolben

Mensur, Saugkolben-Messpipetten (Fortuna), Vollpipetten und Pipettierhilfen mit aktivierten Cd-Spänen gefüllte Reduktionssäulen

### Durchführung:

- Proben partikelfrei filtrieren: 0,45 µm Celluloseacetatfilter 50 mm (alternativ bei hohem Gehalt sehr kleiner Partikel: 0,2 µm Celluloseacetat 50 mm, bei gleichzeitiger organischer Analytik: 4 h bei 450°C geglühte Whatman GF/F 47 mm, bei Geldmangel auch: Glasfaservorfilter).
- hoch belastete Proben (Winter oder Aquakultur) mit Teststreifen (z.B. machery-Nagel) auf Konzentrationsbereich prüfen. Ggf. zur **Schonung der Reduktionssäule** auf <20 µM verdünnen oder mit Küvettentest aufarbeiten (s.u.).
- 3 mal 25 ml der filtrierten Probe nacheinander auf die Reduktionssäule geben,
- davon 2 mal 25 ml der Probe verwerfen, 1 mal 25 ml der Probe in Erlenmeyerkolben auffangen,
- Trübungs- und Reagenzienblindwerte von Nitrit übernehmen,
- weiter wie für Nitrit.

### Säulenreferenzen:

- 5 µM KNO<sub>3</sub> herstellen,
- 2 mal 25 ml davon auf über die Säule geben, verwerfen.
- 1 mal 25 ml reduzieren, auffangen und in der Nitritbestimmung messen.
- Daraus einen Säulenfaktor berechnen.

$$F_s = \frac{5\mu\text{M}}{\text{gemessener Standard}(\mu\text{M})}$$

- Alle als Nitrit gemessenen N-Konzentrationen mit dem Säulenfaktor multiplizieren.

- Parallel in den Proben gemessene Nitritkonzentrationen abziehen.

#### Berechnung:

$$\text{Nitrat}(\mu\text{mol} \cdot \text{l}^{-1}) = F_s \cdot \text{NO}_2^-(\mu\text{mol} \cdot \text{l}^{-1})$$

$F_s$  = Säulenfaktor

#### Durchführung für hoch belastete Proben (Aquakultur)

- Nitrat Küvettentest von Hach-Lange (LCK 340)
- Proben so mit entionisiertem Wasser so verdünnen, dass Konzentration im angegebenen Messbereich von 5-35 mg N l<sup>-1</sup> liegt.
- Wie auf Packung angegeben durchführen.

#### Vorschrift:

EN 26777

Hach-Lange LCK340

#### Qualitätssicherung:

- Täglich (mindestens) einmal eine Leerprobe (Blindwert) reduzieren und messen.
- Als Referenz wird der Säulenfaktor genutzt. Für Küvettentest KNO<sub>3</sub>-Referenz ansetzen (10 mg N l<sup>-1</sup>). Im Flowanalyser 10 μM NO<sub>3</sub><sup>-</sup> Referenz einsetzen.
- Sollwert-Zielkarte anlegen. Zulässige Toleranz ±10%<sup>1</sup> prüfen.
- Bei Abweichungen
  1. neue Messung derselben Referenz,
  2. neue Referenz herstellen und messen,
  3. Reagenzien für die Nitritmessung prüfen (10 μM Nitrit-Referenz),
  4. Säule reaktivieren.
- Blindwert-Zielkarte anlegen. Nitrat in der Leerprobe muss kleiner als die Bestimmungsgrenze sein (0,22 μmol l<sup>-1</sup>)<sup>1</sup>. Nicht für Küvettentest durchführen. Bei Abweichungen
  1. neues entionisiertes Wasser verwenden,
  2. Reagenzien prüfen.

#### Säulenaktivierung:

- 3x mit 25 ml Aktivierungspuffer beschicken
- Gut spülen mit 1%iger NH<sub>4</sub>Cl Lösung.

#### Chemikalien zusätzlich zum Nitritnachweis:

- Aktivierungspuffer: 50 μM Nitrat in 1% NH<sub>4</sub>Cl in Wasser (10 g in 900 ml entionisiertem Wasser lösen, mit konzentriertem Ammoniak auf pH 8,5 einstellen, auf 1 l auffüllen), z. B. 50 ml KNO<sub>3</sub> Stammlösung mit NH<sub>4</sub>Cl Puffer auf 1 l auffüllen.
- 1 mM KNO<sub>3</sub> Stammlösung: 0,102 g in 1 l entionisiertem Wasser lösen.

<sup>1</sup> Zielwerte vom LUNG MV übernommen.