

Nährstoffanalytik

Einleitung

Die Konzentrationen von Pflanzennährstoffen sind ganz wesentliche Steuergrößen für das Phytoplankton. Im marinen Milieu sind die Konzentrationen überwiegend sehr gering oder im Spurenbereich ($<1 \mu\text{mol l}^{-1}$). Selbst in eutrophen Brack- und Binnengewässern sind im Sommer die Konzentrationen ähnlich niedrig. Dennoch verursachen die Phosphoreinträge große Algenblüten (Eutrophierung).

Zum Nachweis auch geringer Konzentrationen müssen Methoden gewählt werden, die eine sehr geringe Bestimmungsgrenze haben und im Meerwasser ebenso funktionieren wie im Süßwasser (hohe Robustheit).

Proben mit höheren Konzentrationen müssen so weit verdünnt werden, dass sie in den linearen und kalibrierten Messbereich passen. Dieser liegt für die hier trainierten Methoden bei $0,1 - 9 \mu\text{mol l}^{-1}$ (Molybdänblau – Phosphat), $0,5 - 10 \mu\text{mol l}^{-1}$ (Indophenolblau – Ammonium) und $0,2 - 4 \mu\text{mol l}^{-1}$ (Formazan-rosa – Nitrit). Alternativ können die Reaktionsbedingungen verändert oder völlig andere Methoden gewählt werden, um den Messbereich zu höheren Konzentrationen zu verschieben.

Aufgaben

Es ist nicht möglich, alle Studierende alle Aufgaben messen zu lassen. Deshalb bilden wir 3 Gruppen (je 2 Personen). Die erste Gruppe befasst sich mit den Bestimmungsgrenzen, die zweite mit den Kalibriergeraden und die dritte mit den Proben sowie der Reproduzierbarkeit. Bitte tauschen Sie sich aus, zeigen einander die Ergebnisse (ggf. Fotos)! Alternativ können Sie auch nach den Methoden (Phosphat und Ammonium) Aufgaben verteilen. Dann muss jede dann 3er-Gruppe Kalibrierung, Bestimmungsgrenze, alle Proben, Standards und Blindwerte liefern.

1 Kalibrierung für Phosphat und Ammonium

Jede Methode muss für jeden Reagenziensatz kalibriert werden. Üblich sind heute Geraden mit 10 in äquidistanter Verdünnung vorgelegten Kalibranten. Das Bestimmtheitsmaß soll 0,995 überschreiten.

Nur Proben mit einer Analytkonzentration im kalibrierten Bereich dürfen mit der Kalibriergeraden berechnet werden. Proben mit höheren Konzentrationen müssen erneut gemessen werden, nachdem sie vor der Zugabe der Reagenzien verdünnt wurden.

1.1 Standards

- Sie bekommen 2 Stammlösungen mit 1 mM Phosphat sowie Ammonium.
- Setzen Sie für die Messung der Proben (vgl. 3.) jeweils 5 μM Standards an. Für die Sollwert-Zielkarten werden Standards mittlerer Konzentration benötigt.
- Überprüfen Sie die Plausibilität Ihrer Ansätze, indem Sie uns die Ergebnisse zeigen.

1.2 Kalibriergeraden

- Setzen Sie aus den 1 mM Stammlösungen jeweils genügend 10 μM Kalibrantenlösung an.
- Setzen Sie daraus eine 10 stufige Kalibriergerade an für Phosphat und Ammonium (separat).
- Stellen Sie dazu jeweils einen Blindwert (Reinstwasser).
- Messen Sie beide Kalibrierungen mit einer 5 cm Küvette.
- Stellen Sie die Umrechnungsfaktoren den anderen Studierenden zur Verfügung.

2 Bestimmungsgrenze für Phosphat und Ammonium

Die Phosphatanalytik ist eine der empfindlichsten Methoden. Die Qualität des Reinstwassers ist entscheidend für die Bestimmungsgrenze (BG). Die Ammoniumanalytik ist sehr empfindlich gegenüber luftbürtigen Einträgen. Außerdem ist die Bestimmungsgrenze proportional zur Küvettenlänge.

2.1 Phosphat

- 10 Blindwerte ansetzen, messen mit 5 und 1 cm Küvette
- BG berechnen

2.2 Ammonium

- 10 Blindwerte messen mit 5 cm Küvette
- Vergleich der Ammonium BG mit Phosphat (generell schlechter)
- Verunreinigungen aus der Atmosphäre: 2 Röhrchen 1 d draußen draußen offen stehen lassen, 2 Röhrchen offen im Labor...

3 Proben für Phosphat und Ammonium

Alle Proben als Duplikate messen. Daraus wird jeweils eine Spannweitenzielkarte erstellt. Zu jeder Messreihe Blindwerte und Standards stellen! Blindwert- und Sollwert-Zielkarten führen!

- Proben filtrieren
 - Teich, Graben, Unterwarnow, Ostsee, Bodden, Regen u.a. mitgebrachte Proben
 - messen, ggf. verdünnen
 - ggf. Messung wiederholen
- Algenmedium, Dünger
 - Medium recherchieren, in den Messbereich verdünnen
 - Dünger 1 Korn einwiegen, in 1 l Reinstwasser auflösen, ggf. verdünnen
- Cola 1:1000 verdünnen
- feste Medien auslaugen für 20 min, filtrieren
 - Gartenerde ca. 1 g in 50 ml
 - Sand ca. 2 g in 50 ml

Auswertung

- 2 Kalibriergeraden mit Faktoren (Anstieg), Bestimmtheitsmaßen und Messbereichen
- 3 BGs für beide Nährstoffe: Vergleich mit 1 und 5 cm Küvette für Phosphat, Vergleich Phosphat und Ammonium, Einfluss von Verunreinigungen
- Kontrollkartensystem: 6 Kontrollkarten (Spannweiten-, Sollwert- und Blindwertzielkarten). Welche Zielkarte überwacht welche möglichen Fehler?
- Proben interpretieren! Cf. Stoffkreisläufe-Vorlesungen.