Tools Phosphate colorimetric Laboratory Methods

# **Phosphat (sehr niedrige Konzentrationen)**

#### **Material**

- Messkolben (500 ml): 1x
- Messkolben (100 ml): 1x
- Messkolben (50 ml): 2x
- Messgefässe: HCl gespülte Reagenzgläser oder Einweg-Polystyrolröhrchen; Vol. >11 ml

## Reagenzien

• Lösung 1

In 500 ml Messkolben

- 150 ml H<sub>2</sub>O dest. und 42 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (konz.)
  Der Kolben muss im Eisbad gekühlt werden (+ Magnetrührer). Die Schwefelsäure soll langsam zugegeben werden (Erwärmung!): Arbeit in der Kapelle mit Augenschutz.
- + 50 ml Sulfaminsäurelösung (=Amidosulfonsäure): 5 g NH<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>/500 ml H<sub>2</sub>O
- + 100 ml Ammoniummolybdatlösung: 6.25g (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>· 4H<sub>2</sub>O/100ml H<sub>2</sub>O
- + 50 ml Kaliumantimonyltartratlösung: 172 mg K(SbO)C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>/50 ml H<sub>2</sub>O

Messkolben mit destilliertem Wasser auf 500 ml auffüllen.

• Lösung 2

Ascorbinsäurelösung: 0.1g/ml (Die Lösung muss an jedem Messtag frisch angesetzt werden).

## Vorgehen

- 10 ml Probe bei 40°C temperieren.
- 0.5 ml Lösung 1 zugeben, mischen.
- 0.32 ml Lösung 2 zugeben, mischen.
- Reaktionsgemisch in Wärmebad geben (40°C während 25 Min.).
- Messung bei 880 nm gegen Blindprobe.

### **Hinweise**

Anwendungsbereich:  $PO_4 \ge 10 \ \mu g/l$  (für oligotrophe Wässer, ungefähr  $3\mu g/l$   $PO_4$ -P, ist der Test zuwenig empfindlich). Für die Bestimmung von sehr niedrigen Phosphatkonzentrationen wird mit Vorteil eine 5 cm Glasküvette verwendet. Alle Chemikalien müssen frisch sein. Die Ascorbinsäure oxidiert sehr schnell. Alle Gefässe müssen HCl (2%) gewaschen, H<sub>2</sub>O gespült und getrocknet sein. Alle Chemikalien (Lösung 1) müssen in wässriger Lösung zugegeben werden, da sie sich sonst schlecht lösen.

#### Literatur

- Murphy J, Riley JP. 1962. A modified single solution method for the determination of phosphate in natural waters. Anal. Chim. Acta 27:31-36
- Schwarzenbach K. 1994. Einflüsse meteorologischer Faktoren auf die Hydrochemie und Biozönose alpiner Kleingewässer. Diplomarbeit Universität Zürich