

## 4. Aufschlüsse

### 4.1 Mikrowellenaufschlüsse

#### 4.1.5 Basische Persulfatlösung: Seston

*Rhena Schumann*

##### **Eignung**

Der Gesamtphosphorgehalt (GP oder Totalphosphor TP) ist die Summe der Atome dieses Elements unabhängig von Kompartiment, Bindungsform und Verfügbarkeit für die Organismen. Er umfasst das verfügbare Phosphat, gelöste organische phosphathaltige Verbindungen, den gesamten in der Biomasse gebundenen Phosphor und an suspendierte Partikel adsorbierten oder gebundenen Phosphor – auch in Wasserproben.

Zur Messung des TP müssen alle gebundenen, gelösten und partikulären Phosphorverbindungen in Phosphat überführt werden. Mit einem oxidativen Druckaufschluss werden alle P-haltigen Verbindungen in kleinste Bestandteile aufgebrochen und damit aller Phosphor als Phosphat freigesetzt. Neben diesem Aufschlussverfahren können auch UV-Aufschlüsse bzw. gekoppelte (oxidativ und UV) genutzt werden. Außerdem hat sich ein oxidativer Aufschluss ohne Druck oder UV als geeignet erwiesen (Kapitel 4.2.2, Berthold et al. 2015). Das entstandene Phosphat wird photometrisch gemessen. Die P-Analytik erfolgt in Anlehnung an DIN EN ISO 6878 (2004).

In vielen Gewässern (Seen, Ästuaren) ist Phosphor der Primärproduktion limitierende Faktor. Da jedoch Phosphor gerade zur Zeit des Phytoplanktonmonitorings (Frühjahr, Sommer) in der Biomasse gebunden und deshalb nur in Spuren als pflanzenverfügbares Phosphat zu messen ist, wird TP als Maß der P-Versorgung des Gewässers herangezogen.

Hohe Nitratkonzentrationen ( $> 2 \text{ mmol l}^{-1}$ , Hansen & Koroleff 1999) schließen Extrakte aus Salpetersäure und Königswasser aus. Selbst hohe Winterkonzentrationen an Nitrat in eutrophen Gewässern sind deutlich geringer (z. B. Selig et al. 2006).

## Konzentrationsbereich

TP im Seston bzw. in einer unfiltrierten Wasserprobe wird fast immer nach Umsetzung zu Phosphat als Molybdänblau photometrisch gemessen. In der Wasseranalytik dominiert der Molybdänblauanachweis, dessen Messbereich zwischen 0,05 und 10  $\mu\text{mol l}^{-1}$  liegt. Die Bestimmungsgrenze von 0,05  $\mu\text{mol l}^{-1}$  kann noch deutlich gesenkt werden (Gimbert et al. 2007), wenn Continuous Flow Analyser mit sehr langen Küvetten eingesetzt werden. Die Bestimmungsgrenze für die gesamte Prozedur (Aufschluss und Nachweis) beträgt momentan 0,22  $\mu\text{mol l}^{-1}$  (5 cm Küvette).

## Protokoll

### Vorbereitung

- ▶ Proben einfrieren bei  $-20^{\circ}\text{C}$ .
- ▶ Vor Weiterverarbeitung in heißem Wasser auftauen.

### Aufschluss

- ▶ Teflonaufschlussgefäß mit 10 ml gut geschüttelter Wasserprobe (Vollprobe) füllen,
- ▶ 1,0 ml basische Persulfatlösung zugeben.
- ▶ Pro Durchgang müssen mindestens 2 Standards (einmal 10  $\mu\text{mol l}^{-1}$  organisch gebundener Phosphor, z. B. Diphenylphosphat, Triphosphat oder Glucose-6-phosphat, und einmal Phosphat) und mindestens 2 Blindwerte aufgeschlossen werden.
- ▶ Aufschlussgefäß(e) mit Dichtungseinsatz und Deckel fest verschließen.
- ▶ In Haushaltsmikrowelle bei 450 W für 50 s oder in der Labormikrowelle LAVIS 1000 zweimal im Programm 7 (Tab. 4.1.5-1) aufschließen.
- ▶ Nach Aufschluss mindestens 5 min vor Öffnen und Entnahme warten (Achtung: hoher Druck!), bei bereits warmen Gefäßen länger warten.

### Neutralisation

- ▶ Jede Probe in graduiertes Reagenzglas überführen, mit ca. 1 ml Reinstwasser spülen (zur Probe geben) und auf Raumtemperatur abkühlen lassen.
- ▶ Neutralisation der Probe mit Indikator 3-Nitrophenol:
  - ▶ Zugabe von 3 Tropfen Indikatorlösung,
  - ▶ einige Tropfen Ammoniaklösung bis zur Gelbfärbung,
  - ▶ Rücktitration zur farblosen Lösung mit 1 N HCl (Abb. 4.1.5-1 und 2).
  - ▶ Neutralisierte Probe auf 15 oder 20 ml mit Reinstwasser auffüllen.
  - ▶ Bei Proben ohne deutliche Eigenfärbung entfällt die Messung eines Probentrübungswertes.



**Abbildung 4.1.5-1** nach Zugabe von Ammoniaklösung gelbe Lösung (Nitrophenol)

**Tabelle 4.1.5-1** Aufschlussprogramm für die Mikrowelle Lavis 1000 für Seston

Stufe	Max. Power (W)	Ramp (min)	Temperatur (°C)	Halten (min)
1	1000	2		15:00
2	1000	2		15:00

### Messung

- ▶ photometrisch als Molybdänblau (Kapitel 5.2.3)
- ▶ Korrektur der Verdünnung durch die Neutralisation (Gleichung 4.1.5-1)

**Gleichung 4.1.5-1** Berechnung der TP-Konzentration im Seston und Korrektur der Verdünnung durch die Neutralisation

$$TP = F_{PO_4} \cdot (E_{Probe} - E_{RBW}) \cdot VF$$

TP Total Phosphorus ( $\mu\text{mol l}^{-1}$ )

$F_{PO_4}$  Faktor der Kalibriergeraden für Phosphat, wenn die Extinktion auf der x-Achse und die Konzentration auf der y-Achse aufgetragen wurde.

$E_{Probe}$  Extinktion bei 885 nm, Küvettenlänge bei Kalibrierung und Messung muss gleich sein

$E_{RBW}$  Reagenzienblindwert

$$VF = \frac{\text{Gesamtvolumen}}{\text{Aufschlussvolumen}}$$

VF Verdünnungsfaktor der Neutralisation: Gesamtvolumen nach der Neutralisation (ml) / Aufschlussvolumen (ml)

## Reagenzien

- ▶ basisches Persulfat: 25 g Kaliumperoxidisulfat ( $K_2S_2O_8$  stickstoffarm), 15 g Borsäure und 7,5 g Natriumhydroxid unter Rühren in einem 500 ml mit ca. 400 ml unter Rühren lösen. Auf 500 ml auffüllen.
- ▶ 3-Nitrophenol: 0,3 g Nitrophenol in Ethanol oder 0,08 g in 100 ml Reinstwasser lösen.
- ▶ Ammoniaklösung: konzentrierte Ammoniaklösung 1:4 mit Reinstwasser verdünnen
- ▶ 1 N HCl: 85,5 ml konzentrierte HCl langsam in einen ca.  $\frac{3}{4}$  mit Reinstwasser gefüllten Maßkolben geben (Achtung: erwärmt sich!), danach auf 1 l auffüllen.

## Literatur

- Berthold M, Zimmer D Schumann R (2015) [A simplified method for total phosphorus digestion with potassium persulphate at sub-boiling temperatures in different environmental samples](#). Rostocker Meeresbiol Beitr 25: 7–25
- DIN EN ISO 6878: 2004 Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von Phosphor – Photometrisches Verfahren mittels Ammoniummolybdat. Bestimmung von Gesamtphosphor nach Oxidation mit Peroxidisulfat, DOI: [10.31030/9552789](#)
- Gimbert LJ, Haygarth PM, Worsfold PJ (2007) Determination of nanomolar concentrations of phosphate in natural waters using flow injection with a long path length liquid waveguide capillary cell and solid-state spectrophotometric detection. Talanta 21: 1624-1628, DOI: [10.1016/j.talanta.2006.07.044](#)
- Hansen H P, Koroleff F (1999) Determination of nutrients. In: Grasshoff K, Kremling K, Ehrhardt M (Eds.) Methods of seawater analysis. Wiley-VCH, Weinheim 3. Aufl. 159-251, DOI: [10.1002/9783527613984.ch10](#)
- Selig U, Baudler H, Krech M & Nausch G (2006) Nutrient accumulation and nutrient retention in coastal waters – 30 years investigation in the Darß-Zingst Bodden chain. Acta Hydrochim Hydrobiol 34: 9-19, DOI: [10.1002/aheh.200500616](#)

**For citation:** Schumann R (*year of download*) Kapitel 4.1.5 Basische Persulfatlösung: Seston (Version 1.0) in Zimmer D, Baumann K, Berthold M, Schumann R: Handbuch zur Auswahl der Aufschluss- und Bestimmungsverfahren für Gesamtphosphor in Umweltproben. DOI: 10.12754/misc-2018-0001

*Handbuch zur Auswahl der Aufschluss- und Bestimmungsverfahren für Gesamtphosphor in Umweltproben*