

Seenbeobachtungsprogramm, Kreis Plön

Methoden der chemischen Analysen

1) Leitfähigkeit:

Messung der Probe direkt nach Ankunft im Labor mit dem Leitfähigkeits-Meßgerät Cond-3110-Set-2, mit Leitfähigkeitsmeßzelle TetraCon (Fa. WTW, Weilheim).

2) pH-Wert:

Messung der Probe direkt nach Ankunft im Labor mit dem pH-Meter PH-3310 Set-2, mit Elektrode Sentix 41 (Fa. WTW, Weilheim).

3) Gesamt-Phosphor, gelöst (TDP):

Je nach Gehalt an Plankton werden 100 – 300 ml der Originalprobe durch vorgeglühte GF/C – Filter filtriert.

Bestimmung erfolgt im Autoanalyzer (Fa. Alliance Instruments), nach vorherigem Aufschluß:

Analyse des Filtrats: Aufschluß organischer P-Verbindungen durch UV-Bestrahlung und Heizbad in Gegenwart von Peroxodisulfat (im Auto-Analyzer).

Analyse des TDP mit der Molybdänblaureaktion bei 95°C (Heizbad) bei gleichzeitiger Hydrolyse. Messung der Extinktionszunahme bei 880 nm.

- Arbeitsreagenzien:
- 1) Säure: 5 g Peroxodisulfat ($K_2S_2O_8$) +
50 ml konz. Schwefelsäure +
+ dest. Wasser ad. 1000 ml
 - 2) Netzmittel: 20 g Natriumlaurylsulfat +
+ dest. Wasser ad. 1000 ml
 - 3) Color: 50 ml Säure (136 ml konz. H_2SO_4 + dest.
Wasser ad. 1000 ml) +
+ 15 ml Molybdat (40 g Ammoniummolybdat
+ dest. Wasser ad. 1000 ml) +
30 ml Ascorbinsäurelösung (40 g
Ascorbinsäure + dest. Wasser ad. 1000 ml) +
5 ml Antimontartratlösung (2,5 g Kalium-
Antimontartrat + dest. Wasser ad. 1000 ml)

4) Ortho-Phosphat (PO_4 -P = SRP)

Wie 4), Messung im Autoanalyzer, jedoch ohne vorherigen Aufschluß (UV-Bestrahlung und ohne Heizbad).

5) Partikulärer Phosphor (PP)

Je nach Gehalt der Probe an Plankton werden 100 – 300 ml der Originalprobe durch vorgeglühte GF/C – Filter filtriert.

Der Aufschluß des Phosphor auf den Filtern erfolgt in 50 ml-Duran-Flaschen, in 40 ml dest. Wasser und 5 ml Aufschluß-Lösung

(Aufschluß-Lösung: 5,0 g Kalium-Peroxodisulfat +
3,0 g Borsäure +
1,5 g NaOH + dest. Wasser ad. 100 ml)

während einer Stunde im Autoklaven bei 110°C.

Nach dem Abkühlen dekantieren der Flüssigkeit in Probegefäß für Autoanalyser

Messung wie Ortho-Phosphat (PO₄-P)

6) Nitrit, NO₂

Filtrierte Probe, Messung im Autoanalyser:

Diazokopplung des NO₂⁻ mit Sulfanilamid / α-Naphthylethylendiamin. Messung der Extinktionszunahme bei 520 nm.

7) Nitrat, NO₃

Filtrierte Probe, Messung im Autoanalyser;

Reduktion des NO₃⁻ zu NO₂⁻ durch Zugabe von Hydrazinsulfat. Diazokopplung des NO₂⁻ mit Sulfanilamid / α-Naphthylethylendiamin. Messung der Extinktionszunahme bei 520 nm.

Arbeitsreagenzien: 1) Puffer: 10 g Natriumhydroxid + 3 ml konz. Phosphorsäure + dest. Wasser ad. 1000 ml;
2) Hydraz: 5 g Hydrazinsulfat + 1 ml CuSO₄-Lösung (1,2 g CuSO₄ x 5 H₂O + dest. Wasser ad. 100 ml) + dest. Wasser ad. 1000 ml;
3) Color: 10 g Sulfanilamid + 100 konz. Phosphorsäure + 0,5 g N-1-Naphthylethylendiamindihydrochlorid + dest. Wasser ad. 1000 ml;

8) Ammonium, NH₄

Filtrierte Probe, Messung im Autoanalyser;

Bestimmung nach DIN 38406, Teil 23, durch photometrische Bestimmung eines Indolfarbstoffes, der durch Reaktion des intermediär aus Ammoniak und freiem Chlor gebildeten Chloramins mit Salicylat entsteht.

Messung der Extinktionszunahme bei 660 nm.

Arbeitsreagenzien: 1) Puffer: 40 g Tri-Natriumcitrat – dihydrat + dest. Wasser ad. 1000 ml;
2) Salic: 34,0 g Natriumsalicylat + 0,4 g Natriumnitroprussid + dest. Wasser ad. 1000 ml;
3) DIC: 0,8 g Natriumdichlorisocyanurat + 50 ml 5N Natronlauge + dest. Wasser ad. 1000 ml

9) Gesamt-gelöster Stickstoff (TDN)

Filtrierte Probe, Messung im Autoanalyzer;

Prinzip: Aufschluß organischer N-Verbindungen durch UV-Bestrahlung in Gegenwart von Kaliumperoxodisulfat, anschließend Reduktion des gebildeten NO_3^- zu NO_2^- durch Zugabe von Hydrazinsulfat. Diazokopplung des NO_2^- mit Sulfanilamid / a-Naphthylethyldiamin. Messung der Extinktionszunahme bei 520 nm.

- Arbeitsreagenzien:
- 1) Borperx: 20 g Natriumtetraborat x 10 H_2O + 7 g Kaliumperoxodisulfat + dest. Wasser ad. 1000 ml;
 - 2) Puffer: 10 g Natriumhydroxid + 3 ml konz. Phosphorsäure + dest. Wasser ad. 1000 ml;
 - 3) Hydraz: 5 g Hydrazinsulfat + 1 ml CuSO_4 -Lösung (1,2 g CuSO_4 x 5 H_2O + dest. Wasser ad. 100 ml) + dest. Wasser ad. 1000 ml;
 - 4) Color: 10 g Sulfanilamid + 100 konz. Phosphorsäure + 0,5 g N-1-Naphthylethyldiamindihydrochlorid + dest. Wasser ad. 1000 ml;

10) Partikulärer Kohlenstoff (PC):

Je nach Gehalt der Probe an Plankton werden 100 – 300 ml der Originalprobe durch vorgeglühte GF/C – Filter filtriert. Die Filter werden im Trockenschrank bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und bis zur Analyse im Exsiccator aufbewahrt. Die Analyse erfolgt mit C/N – Elementar-Analyzer NA 2000 der Firma Fisons Instruments: 0,5 – 2,0 mg der getrockneten Probe werden in Zinn-Kapseln eingewogen und mit Helium als Trägergas bei 1020°C in einer mit Chrom und Kobalt gefüllten Quarzsäule vollständig verbrannt. Die Ausgabe erfolgt als %C der Einwaage. Standard: ca. 1,0 mg Acetanilid. (Bestimmung parallel zur Bestimmung von PN).

11) Partikulärer Stickstoff (PN):

Je nach Gehalt der Probe an Plankton werden 100 – 300 ml der Originalprobe durch vorgeglühte GF/C – Filter filtriert. Die Filter werden im Trockenschrank bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und bis zur Analyse im Exsiccator aufbewahrt. Die Analyse erfolgt mit C/N – Elementar-Analyzer NA 2000 der Firma Fisons Instruments: 0,5 – 2,0 mg der getrockneten Probe werden in Zinn-Kapseln eingewogen und mit Helium als Trägergas bei 1020°C in einer Quarzsäule (fertig gefüllter Reaktor für CHNS und CNS von Fa. Hekatech) vollständig verbrannt. Die Ausgabe erfolgt als %N der Einwaage. Standard: ca. 1,0 mg Acetanilid. (Bestimmung parallel zur Bestimmung von PC).