**Arbeitsanweisung**

**Ammonium-Stickstoff Bestimmung**

**nach DIN 38 406-E-5**

**Geräte/Materialien:** Vakuumfiltrationseinheit, 0,45µm Membranfilter, 25 ml Messkolben, Pipetten 5 ml und 10 ml, Photometer.

# Messprinzip: Ammonium-Ionen reagieren bei einem pH-Wert von etwa pH 12,6 mit Hypochlorit-Ionen und Salicylat-Ionen in Gegenwart von Nitroprussid-Natrium-Dihydrat als Katalysator zu einem blauen Farbstoff. Die Hypochlorit-Ionen entstehen im alkalischen Medium durch Hydrolyse der Dichlorisocyanursäure. Das Verfahren ist anwendbar auf Wässer mit einem Gehalt an NH4-N von etwa 0,03 – 1  mg NH4-N L-1

**Reagenzien:**

**Lösung 1 Salicylat-Citrat-Lösung**

65 g Natriumsalicylat (C7H5O3Na) und 65 g Natriumcitrat – 2-hydrat (C6H5O7Na3xH2O), werden in etwa 400ml H2O reinst. gelöst. Dazu gibt man 0,485 g Nitroprussid-Natrium-Dihydrat (Na2Fe(CN)5NOx2H2O). Die Lösung wird nach gründlichem Umschütteln in einen 500ml Messkolben überführt und bis zur Marke mit H2O reinst. aufgefüllt. Im Dunkeln ist die Lösung mindestens 2 Wochen haltbar.

**Lösung 2** **Reagenzlösung (*Die Lösung muss jeden Tag frisch angesetzt werden*)**

3,2 g Natriumhydroxid (NaOH) werden in 50 ml H2O reinst. gelöst. Danach abkühlen lassen und 0,2g Natriumdichlorisocyanurat (C3N3Cl2O3Na) hinzugefügt. Nach vollständiger Auflösung der Chemikalien wird die Lösung in einem 100 ml Messkolben gegeben und bis zur Marke mit H2O reinst. aufgefüllt.

**Kontrollstandard:** 5 ml Stammlösung (100 mg/l) werden auf 1 L verdünnt **(0,5 mg/l)**

**Durchführung**:

Die Wasserproben werden über ein 0,45 µm Membranfilter filtriert.

Der pH-Wert sollte zwischen 5 und 8 liegen, andernfalls wird er auf diesen Bereich eingestellt. Nach der Zugabe der Reagenzien sollte der pH-Wert der Lösung 12,6 betragen. Bei vorher neutralen Wässern ist dies im Allgemeinen der Fall.

**Bis zu 20 ml** der Wasserprobe (je nach Ammoniumgehalt) in einen 25 ml Messkolben pipettieren. Wird weniger verwendet, muss ein ergänzendes Volumen H2O reinst. zugesetzt werden.

**2 ml Lösung 1** zugeben, Schütteln

**2 ml Lösung 2** zugeben, Schütteln

Kolben mit H2O reinst. bis zur Markierung auffüllen. Mit einem Stopfen verschließen und über Kopf mehrmals schütteln.

**Nach einer Stunde** kann die Wasserprobe bei einer Wellenlänge von 665 nm photometrisch, (Methode 5 altes Photometer) auf ihre Ammoniumkonzentration untersucht werden.

**Zur Kontrolle der Reagenzien werden zwei Blindproben und ein Standard mit analysiert.**

**Blindproben:** Eswerden **20 ml H2Oreinst** pipettiert und im Weiteren wie eine Probe behandelt.

**Kontrollstandard:** Es werden **20ml Standardlösung** abpipettiert und im Weiteren wie eine Probe behandelt.

Bei der Messung sollte ein Gehalt von 0,5mg N/l erreicht werden.

**Verdünnungen:** Zeigen die Wasserproben eine deutliche stärkere Färbung (dunkelgrün-blau) als der Standard auf, muss nach Rücksprache mit dem Laborpersonal eine Verdünnung erstellt werden.

**Berechnung:**

Die Analysenergebnisse sind als Ammonium-Stickstoff-Konzentration mit zwei Nachkommastellen in der Einheit mg/l anzugeben. Verdünnungen müssen bei der Berechnung berücksichtigt werden.

**Kalibrierung**

**Kalibrationslösung**

Zur Herstellung der Kalibrationslösung wird Ammoniumsulfat verwendet. Dieses wird bei 105 °C für 1 Stunde im Trockenschrank getrocknet. Zuerst wird eine Stammlösung hergestellt. Es werden 0,4717 des getrockneten Ammoniumsulfates zu 1 Liter mit H2Oreinst gelöst. Diese Lösung enthält 0,1 g N/Liter.

Dann wird die Kalibrationslösung hergestellt. 10mL der Stammlösung werden mit H2Oreinst zu 1 Liter verdünnt. Die Kalibrationslösung (Standardlösung) enthält 1 mg N/Liter.

**Kalibrationskurve**

Zur Aufnahme der Kalibrationskurve werden in einen 25 ml‑Messkolben die folgenden Verdünnungen angesetzt. Der in der Tabelle angegebenen Volumina der Kalibrationslösung werden mit H2Oreisnt zu 20 ml ergänzt und im Weiteren wie die Proben behandelt.

|  |  |
| --- | --- |
| Kalibrationslösung [mL] | N [mg/L] |
| **0,0 (Blindwert)** | **0** |
| 0,2 | 0,01 |
| 0,6 | 0,03 |
| 1,0 | 0,05 |
| 1,4 | 0,07 |
| 2,0 | 0,10 |
| 6,0 | 0,40 |
| **10,0 (Standard)** | **0,50** |
| 14,0 | 0,70 |
| 18,0 | 0,90 |
| 20,0 | 1,00 |