**Arbeitsanweisung**

**Phosphat Bestimmung mit Malachitgrün für Wasser und wässrige Lösungen**

**Geräte/Materialien:** Filtrationseinheit, 0,45µm Membranfilter, 50ml Bechergläser, Pipette 5 ml und 1000µl.

**Messprinzip:** Bodenlösungen und Wasserproben mit geringen Phosphatkonzentrationen. Bei einem Probevolumen von 5 ml können PO4-Konzentrationen von 0,02 – 0,5mg/l direkt bestimmt werden.

**Reagenzien:**

|  |  |
| --- | --- |
| **Lösung 1** | **Ammoniumheptamolybdat-4-hydrat:** |
|  | **1,755g (NH4)6Mo7O24 . 4 H2O** werden in ca. **50 ml H2Oreinst** vorgelöst und mit **16,8 ml H2SO4 konz**. Unter Umschwenken (VORSICHT!) versetzt und in einen 100 ml-Messkolben überführt und bis zur Marke mit H2Oreinst aufgefüllt. |
| **Lösung 2** | **Malachitgrünreagenzlösung:** |
|  | Polyvinylalkohol:  **0,35g Polyvinylalkohol** werden in ca. **50 ml H2O**, unter Rühren und Erwärmen auf ca. 90 °C, gelöst. Anschließend auf Raumtemperatur abkühlen und in einen 100 ml-Messkolben überführen. Mit wenig H2O nachspülen. |
|  | Malachitgrün:  **0,035 g Malachitgrün** werden in ein 50 ml-Becherglas eingewogen und zuerst mit ca. **20 ml H2O**, danach mit **1,0 ml H2SO4 konz**. (VORSICHT!) unter Umschwenken versetzt. Nach dem Lösen des Malachitgrüns wird die Lösung zu der Polyvinylalkohollösung gegeben. Das Becherglas mit wenig H2O nachspülen und den Messkolben mit H2O auf 100 ml auffüllen. |

**Durchführung:**

**Proben**

Proben über 0,45 µm-Membranfilter filtrieren.

**5 ml der Probe** in ein 50 ml-Becherglas pipetieren.

**1 ml Lösung 1** zugeben.

**1 ml Lösung 2** zugeben.

Nach einer Reaktionszeit von 30 Minuten wird die Konzentration bei 630 nm in einer 1 cm-Durchflussküvette gegen H2O (Nullpunkt) gemessen.

**Blindprobe**

**5 ml H2O reinst**. wird in ein 50 ml-Becherglas pipetiert und im Weiteren wie eine Probe behandelt.

**Standard**

Zur Kontrolle sollte ein Standard mit der Konzentration **0,5 mg/l** mitanalysiert werden.

**1 ml Standardlösung**

**4 ml H2O reinst.** in ein 50 ml- Becherglas pipettieren

Und im Weiteren wie eine Probe behandeln.

**Berechnung:**

Von der gemessenen Probekonzentration wird die Blindwertkonzentration abgezogen. Das Ergebnis ist mit zwei Nachkommastellen in mg/l anzugeben.

|  |  |
| --- | --- |
| **Kalibration:** |  |
| **Kalibrationskurve**  Zur Aufnahme der Kalibrationskurve wird PO4-Standard (1 000 mg/L PO4) 250 µL abgenommen und mit H2O reinst. auf 100 ml verdünnt. Von dieser Verdünnung werden die in der folgenden Tabelle stehenden Volumina abgenommen und in 50 mL-Bechergläser gegeben.   |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  | | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | | Blindwert | 0,05 | 0010 | 0,15 | 0,20 | 0,25 | 0,30 | 0,35 | 0,40 | 0,45 | 0,50 | PO4 [mg/L] | | 0 | 100 | 200 | 300 | 400 | 500 | 600 | 700 | 800 | 900 | 1000 | µL Std.-Lsg [2,5 µg/mL] | | 5 | 4,9 | 4,8 | 4,7 | 4,6 | 4,5 | 4,4 | 4,3 | 4,2 | 4,1 | 4,0 | mL H2O |   Die so hergestellten Ansätze werden dann wie unter „Durchführung / Proben“ weiter behandelt und am Photometer gemessen. |  |