

Arbeitsanweisung Phosphatbestimmung an wässrigen Proben und Königswasserauflösungen

Freie Universität Berlin, FB Geowissenschaften, FR Physische Geographie		
<u>Arbeitsbereich:</u>	AB Schuett	<u>Arbeitsplatz:</u> Labor Physische Geographie
<u>Tätigkeit:</u>	Phosphatbestimmung an wässrigen Proben und/oder Königswasserauflösung	

Benötigte Chemikalien:

- **Schwefelsäure**
 - H_2SO_4 (25 %)
- **Kaliumantimon (III)-oxitartrat**
 - $(\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \times 0,5 \text{H}_2\text{O})$
- **Ammoniumheptamolybdat:**
 - $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \times 4\text{H}_2\text{O}$
- **Kaliumantimon (III)-oxitartrat**
 - $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \times 0,5 \text{H}_2\text{O}$
- **Titrisol Phosphat-Standard**
- **Ascorbinsäure**
 - $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$

Reagenzien:

- Molybdatreagenzlösung:
 - 13 g Ammoniumheptamolybdat $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \times 4\text{H}_2\text{O}$ in 100ml aqua dest lösen
 - 288 ml Schwefelsäure (25%ig) dazugeben
 - 0,35 g Kaliumantimon (III)-oxitartrat in 100 ml aqua dest lösen und zufügen
- 10 g L(+) Ascorbinsäure in 100 ml aqua dest lösen (frisch zubereiten!)
- geeignete Phosphatstandards mittels Phosphatstammlösungen ansetzen
- zu untersuchende, wässrige Lösung
- zu untersuchender Königswasserauflösung

Gefahrstoffbezeichnungen:

- **Schwefelsäure**
 - H_2SO_4 ; 24%
- **Kaliumantimon (III)-oxitartrat**
 - $(\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \times 0,5 \text{H}_2\text{O})$
- **Molybdat-Schwefelsäure-Reagenz:**
 - $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \times 4\text{H}_2\text{O}$
 - H_2SO_4 ; 24%
 - $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \times 0,5 \text{H}_2\text{O}$
- **Königswasserauflösung (6%ig)**
 - 1:3 Raumteile von:
 - Salpetersäure (HNO_3) 65%
 - Salzsäure (HCl) 37%

Gefahrstoffe:

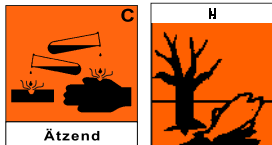
Kaliumantimon (III)-oxitartrat, $(K(SbO)C_4H_4O_6 \times 0,5 H_2O)$

R-Sätze 20/22-51/53

Gesundheitsschädlich beim Einatmen und Verschlucken. Giftig für Wasserorganismen, kann in Gewässern längerfristig schädliche Wirkungen haben

S-Sätze 61

Freisetzung in die Umwelt vermeiden. Besondere Anweisungen einholen/Sicherheitsdatenblatt zu Rate ziehen



Schwefelsäure (24 %), H_2SO_4

R-Satz 35

Verursacht schwere Verätzungen

S-Sätze 26-30-36/37/39-45

Bei Berührung mit den Augen gründlich (mindestens 10 min) mit Wasser abspülen und einen Arzt konsultieren



Niemals Wasser hinzu gießen!

Bei der Arbeit geeignete Schutzkleidung, Schutzhandschuhe und Schutzbrille/Gesichtsschutz tragen
Bei Unfall und Unwohlsein sofort Arzt hinzuziehen

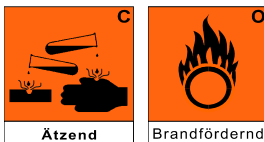
Salpetersäure (65% z.A.), HNO_3

R-Satz 35

Verursacht schwere Verätzungen

S-Sätze 23-26-36

Dampf nicht einatmen. Bei Berührung mit den Augen gründlich (mindestens 10 min) mit Wasser abspülen und einen Arzt konsultieren. Bei der Arbeit geeignete Schutzkleidung tragen



Salzsäure rauchend (37%), HCl

R-Satz 34-37

Verursacht Verätzungen. Reizt die Atemorgane

S-Sätze 2-26

Darf nicht in die Hände von Kindern gelangen. Bei Berührung mit den Augen gründlich (mindestens 10 min) mit Wasser abspülen und einen Arzt konsultieren



Weitere Bezüge:

Betriebsanweisungen:

- Schwefelsäure (24%)
- Salpetersäure (65%)
- Salzsäure rauchend (37%)
- Kaliumantimon (III)-oxitartrat

Arbeitsanweisung:

- Sedimentaufschluss mit Königswasser-Aufschluß

Datum: 30.10.2006

Laborleitung: Dr. P. Hoelzmann

Durchführung der Phosphatbestimmung:

- **ACHTUNG:** Alle Glasgeräte müssen vor Gebrauch mit ca. 25 %iger HCl gereinigt werden und anschließend mit aqua dest gut gespült werden

Wässrige Proben:

- 40 ml wässrige Aufschlussprobe werden in einen 50 ml Messkolben überführt
- Zugabe von 1 ml Ascorbinsäurelösung
- 30 sec warten
- Zugabe von 2 ml Molybdatreagenzlösung
- Mit aqua dest bis zur Marke auffüllen

Königswasser-Aufschlussproben:

- 40 ml aqua dest werden in einen 50 ml Messkolben überführt
- Zugabe von ? ml Königswasser-Aufschluß in Abhängigkeit vom Phosphatgehalt
- Zugabe von 1 ml Ascorbinsäurelösung
- 30 sec warten
- Zugabe von 2 ml Molybdatreagenzlösung
- Mit aqua dest bis zur Marke auffüllen

Blindwerte:

- 40 ml aqua dest werden in einen 50 ml Messkolben überführt
- (nur bei Königswasser-Aufschluß-Proben) Zugabe von 1 ml Königswasser-Aufschluß
- Zugabe von 1 ml Ascorbinsäurelösung
- 30 sec warten
- Zugabe von 2 ml Molybdatreagenzlösung
- Mit aqua dest bis zur Marke auffüllen

Messung:

- Die Messung erfolgt am Photometer 10-30 min nach der Chemikalienzugabe bei 665 nm
- In die 1. Küvette wird der Blindwert gefüllt und verbleibt als Nullabgleich in der Küvette
- „0-ABS (100%)“ Taste drücken → damit ist der Nullabgleich eingestellt
- Küvette mit Blindwert immer vor jeder Messung ins Photometer stellen und einen Nullabgleich mit der „0-ABS (100%)“ Taste durchführen
- In die 2. Küvette die Probelösung füllen
- „Start“ drücken und die Extinktion ablesen und notieren
- 3x wiederholen und Mittelwert bilden