

## Eisen

### Prinzip

Eisen kann neben ICP-AES auch mit einem Merck-Schnelltest (Spektroquant 14761) bestimmt werden.  $\text{Fe}^{2+}$  reagiert dabei mit Ferrospectral [3-(2-Pyridyl)-5,6-bis(4-phenylsulfonsäure)-1,2,4-triazin-dinatriumsalz], einer Komponente von Reagens 1, zu einem violetten Farbkomplex.

### Anwendungsbereich

Es wird der Gesamtgehalt an Eisen in der Probe bestimmt. Ein ammoniumthioglykolhaltiger pH-Puffer in Reagens 1 reduziert  $\text{Fe}^{3+}$  zu  $\text{Fe}^{2+}$  und mineralisiert schwache Eisenkomplexe. Ferrospectral reagiert nur mit Eisen in ionischer zweiwertiger Form.

Sulfidkonzentrationen  $>30$  mM und Sulfatkonzentrationen  $>10.5$  mM stören den Test. Da sich Eisen in wässrigen Lösungen schnell als  $\text{Fe}^{3+}$ -Hydroxid niederschlägt, ist sofortige Analyse oder Fixierung der Probe mit  $\text{HNO}_3$  notwendig. Der Farbkomplex entwickelt sich unmittelbar nach der Reagenzienzugabe, die Intensität vermindert sich innerhalb von 10 Stunden nur um 1%, und die Abhängigkeit des Messwertes von der Temperatur ist gering.

Daten zur Eiseneichkurve (nach Känel & Mez, 1992)

Substanz	Eisen
Eichgerade	$y = -1.2596 + 36.784x$ $R^2 = 0.985$
Gültigkeitsbereich in $\mu\text{M}$	0.498-18
LQDC in $\mu\text{M}$	0.498
Rel. Standardfehler $<5\%$ (in $\mu\text{M}$ )	8-18
Rel. Standardfehler $>5\%$ (in $\mu\text{M}$ )	0.498-8

LQDC lowest quantitatively determinable concentration

### Vorgehen

- 50  $\mu\text{l}$   $\text{HNO}_3$  conc. in 12 ml-Reagenzglas vorlegen.
- 5 ml Wasserprobe zugeben.
- 0.7 ml 1 N NaOH zugeben, mischen.
- 250  $\mu\text{l}$  Reagens 1 zugeben, mischen, 3 Minuten stehen lassen
- pH mit Spezialindikatorstäbchen (Merck 9541) überprüfen.
- pH mit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  oder NaOH auf  $3 < \text{pH} < 4$  einstellen.
- Absorption in 1 cm-Küvette bei 565 nm gegen Blindwert messen.
- **Standards**  
Für die Eichkurve wird eine Verdünnungsreihe aus einer Titrisol-Standardlösung (1 g  $\text{Fe}^{2+}$ /l) hergestellt.

### Hinweise

Eisen liegt unter aeroben Verhältnissen bei  $\text{pH} > 4$  als unlösliches  $\text{Fe}^{3+}$  in Form von Hydroxiden, Oxyhydraten oder in komplex gebundener Form vor. Unter anaeroben Bedingungen ist  $\text{Fe}^{2+}$  die dominierende Form, welche allerdings durch Reaktion mit  $\text{S}^{2-}$  als schwerlösliches Metallsulfid ausfällt. Für die Bestimmung sehr kleiner Konzentrationen an Eisen ist weder ICP-AES noch der Merck-Schnelltest genügend empfindlich.

### Literatur

- Merck-Schnelltest (Spektroquant 14761)
- Känel B, Mez K. 1992. Vielfalt und Dynamik mikrobieller Stoffwechselaktivitäten in der Redoxtransitionszone des Lago di Cadagno. Diplomarbeit Universität Zürich