

Ammonium mit Berthelots Reaktion

Prinzip

Die Probe wird mit Tartrateagens (Reagens 1) auf pH 13 alkalisiert. Bei diesem pH liegt Ammonium zu 100% als Ammoniak vor. Dieses reagiert mit Hypochlorit (Reagens 2) quantitativ zu Monochloramin. Als nächstes kondensiert Monochloramin mit Thymol (2-Isopropyl-5-methylphenol (Reagens 3) zu N-Chlor-2-isopropyl-5-methylchinonmonoimin. Die Reaktion wird durch Nitroprussid-Natrium (Dinatriumpentacyanonitrosylferrat, ebenfalls Reagens 3) katalysiert. Schliesslich reagiert das Chinonmonoimin mit einem weiteren Thymolmolekül zum entsprechenden Indophenol, welches im alkalischen Milieu in der blauen Basenform vorliegt. Der Farbstoff absorbiert bei 690 nm.

Die Reaktion wird auch ‚Berthelots Reaktion‘ genannt.

Anwendungsbereich/Störungen

Der Test misst Ammoniumkonzentrationen in einem Bereich von 1.7-170 μM . Sulfidkonzentrationen >30 mM sowie Sulfatgehalte >10 mM stören den Test. Um Ad- und Desorptionsprozesse zu vermeiden, werden statt Glaswaren Reaktionsgefässe aus Polystyrol verwendet.

Daten zur Ammoniumeichkurve

| Substanz | Ammonium |
|----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------|
| Eichgerade: | $y = -0.28911 + 82.741x \quad R^2 = 1.00$ |
| Gültigkeitsbereich (μM) | 1-42 |
| LQDC (μM) | 0.29 |
| Rel. Standardfehler $<5\%$ (μM) | 1.1-42 |
| Rel. Standardfehler $>5\%$ (μM) | 1-1.1 |

LQDC lowest quantitatively determinable concentration

Vorgehen

- **Probenkonservierung**
Die Wasserprobe wird partikelfrei (0.45 μm Porengrösse des Filters) filtriert und muss nach wenigen Stunden analysiert werden.
- Durch Zugabe von 5 Tropfen einer 0.2%igen Quecksilber-II-nitratlösung (hergestellt aus 2g $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ pro Liter) ist die Probe mehrere Monate haltbar (in dunkler, bis unter den Verschluss gefüllter Glasflasche). Wenn immer möglich ist diese Konservierung zu vermeiden, da dadurch Abfälle entstehen, die besondere Sorgfalt bei der Entsorgung bedingen.
- 5 ml partikelfrei filtrierte und während 10 Minuten begaste Seewasserprobe in 10 ml Polystyrolröhrchen füllen.
- Zugabe von 0.6 ml Reagens 1, mischen.
- Zugabe eines Mikrolöffels Reagens 2, mischen, 4 Minuten stehen lassen.
- Zugabe von 200 μl Reagens 3, mischen, mindestens 4 Minuten stehen lassen.
- Messung der Absorption in einer 1 cm-Küvette bei 690 nm gegen Blindwert.
- **Standards**
Als Stammlösung für die Eichkurve wird ein Standard von 1 g $\text{NH}_4^+/\text{l} = 2.97 \text{ NH}_4\text{Cl}$ verwendet.

Hinweise

Die Farbentwicklung erreicht nach 3 Minuten 98 % der Endextinktion und ist zwischen 5 und 50 Minuten maximal, die Reaktionen sollten zwischen 20 und 35°C ablaufen.

Literatur

- Merck-Schnelltest Spectroquant 14752.