

Handbuch zur Auswahl der Aufschluss- und Bestimmungsverfahren für Gesamtphosphor in Umweltproben

Dana Zimmer, Karen Baumann, Maximilian Berthold, Rhena Schumann

Version 1.0 (2018)



LEIBNIZ-INSTITUT
FÜR NUTZTIERBIOLOGIE

Universität
Rostock



Contents and Objectives

The idea to compile various standard operating procedures, lab instructions, method descriptions and experiences came within our joint work in the Science Campus Phosphorus Research Rostock. This ScienceCampus connects researchers working on and with the element phosphorus, above all the Leibniz institutes LIKAT Rostock, INP Greifswald, IOW Warnemünde, IPK Gatersleben, FBN Dummerstorf and the University of Rostock. The aim of this work was and is to provide a variety of methods to digest different natural materials for measuring phosphorus. The user is guided to choose from the wealth of methods by material, lab equipment and experience. We further give many examples of method comparisons incl. digestion yield rates. Another hot topic is quality measurement. We provide a control chart system - similar to the one of the water analytics within the European Water Framework Directive -, which is composed of blank, standard and reproducibility charts. Distinct examples are given for the limits of detection and quantification, the combined standard deviation of controls and samples as well as measuring ranges.

You are welcome to use the material under the rules given below. If there are comments and feedback, you may use the email address: rhenaschumann@uni-rostock.de

User instructions

The contents of this work may be downloaded, printed and used for teaching and research. **We ask you to apply for a login to the contents of this website:**

<http://www.wissenschaftscampus-rostock.de/intern.html>

We store the applicant's names and affiliations for user statistics only and in an anonymous way.

Please, credit and cite the source upon every use as a total source or the respective chapter:

Zimmer D, Baumann K, Berthold M, Schumann R (insert date of download): Handbuch zur Auswahl der Aufschluss- und Bestimmungsverfahren für Gesamtphosphor in Umweltproben. Version (insert number given). doi:10.12754/misc-2018-0001

It is not allowed to include more than a whole paragraph, table or a figure into another work, especially if this is connected with the copyright

transfer to another entity. It is further not allowed to print chapters in larger numbers or store them in e-learning platforms for teaching. For teaching purposes, you may hand out the link and ask the students to apply for a login. You may not post any chapter at any other website (your own, your institutions or scientific social media, like Researchgate).

We appreciate if you always set a link to the manual's homepage to distribute the methods of this manual. By this, you also ensure that new users download only the latest versions and additions.

Vorwort

An der Biologischen Station Zingst sowie auch in der Bodenkunde der Universität Rostock werden seit Jahrzehnten Praktika und Übungen zur Wasseranalytik bzw. Analytik des Bodens durchgeführt. Dabei fielen Unsicherheiten der Studierenden im Umgang mit Laborglas, Chemikalien und anderen Materialien auf. Insbesondere das in der Praxis übliche und gesetzlich vorgeschriebene Qualitätsmanagement scheint wenig bekannt zu sein.

Eine weitere Auffälligkeit der heutigen Wissenschaftslandschaft und der Umweltüberwachung ist die weitgehende Trennung von wissenschaftlicher und eher technischer Arbeit. Das behindert den Wissens- und Erfahrungstransfer sowie das Verständnis für Methoden und erschwert problemorientierte Ressourcenallokation (Genauigkeit, Richtigkeit, Reproduzierbarkeit). Die beobachteten Defizite nahmen die Autorinnen zum Anlass, das vorliegende Analytikbuch zusammenzustellen, das neben detaillierten Methodenbeschreibungen die wichtigsten Begriffe und Instrumente zur Absicherung und Darstellung von Präzision, Richtigkeit, Messbereich, und Spezifität von Analyseergebnissen beinhaltet. Für jede Methode und jedes Material gibt es Beispiele der Güteparameter und oft auch Vergleichsmessungen verschiedener Methoden oder Varianten. In diesem Buch sind die zugrunde liegende Theorie (oft schon lange bekannt) und die detaillierten Schritte, Materialien, einfache Berechnungen, Beispiele, Photographien, Tipps und Tricks vereint.

Einzelne Kapitel erscheinen nacheinander als Sammlung loser Blätter, die im Intranet der Universität und des Wissenschaftscampus Phosphorforschung ständig aktualisiert werden:

www.bsz.uni-rostock.de unter dem Menüpunkt Lehre/Methoden

<http://www.wissenschaftscampus-rostock.de>

Eine erste Druckauflage des Analytikbuches soll Ende 2018 im Eigenverlag erscheinen. Die am meisten genutzten Teile werden dann schrittweise ins Englische übersetzt und erscheinen zunächst ebenfalls im Intranet. Kommentare und Ergänzungen seitens der Leserinnen sind jederzeit willkommen.

Rostock im September 2018

Dana Zimmer, Rhena Schumann und Karen Baumann

Autor(inn)en

Dr. rer. nat. Karen Baumann

studierte Biologie an der Universität Hamburg und promovierte 2005 an der BTU Cottbus. Seither lagen ihre Forschungsschwerpunkte in der Pflanzen-Boden-Mikroorganismen-Interaktion, bodenmikrobiellen Ökologie, der Zusammensetzung organischer Bodensubstanz, Kohlenstoff- und Phosphor-Dynamik im Boden, sowie der Biologischen Bodenkrusten-Forschung.

Kontakt Email: karen.baumann@uni-rostock.de

Dr. rer. nat. Maximilian Berthold

studierte Biowissenschaften und Meeresbiologie an der Universität Rostock und promovierte dort 2016. Seine Forschungsschwerpunkte sind Nahrungsnetze und der Phosphorkreislauf in aquatischen Ökosystemen.

Kontakt Email: maximilian.berthold@uni-rostock.de

PD Dr. rer. nat. habil. Rhena Schumann

studierte Aquatische Ökologie an der Universität Rostock, promovierte dort 1994 und habilitierte sich 2005 in den Fächern Ökologie und Mikrobiologie. Ihre Forschungsschwerpunkte sind Planktonökologie, Mikroskopie und zunehmend biogeochemische Stoffkreisläufe in Küstengewässern und die Auswertung von ökologischen Langzeitdaten. Die letzten Schwerpunkte bekamen seit der Übernahme der Leitung der Biologischen Station Zingst ein besonders großes Gewicht und gaben Anlass, sich tief in analytische Methoden einzuarbeiten.

Kontakt Email: rhena.schumann@uni-rostock.de

Dr. agr. Dana Zimmer

studierte Agrarökologie an der Universität Rostock und promovierte dort 2011 zur Phytoremediation von Auenböden mit Weiden. Durch die anschließende Mitarbeit in sehr unterschiedlichen Projekten in den Professuren Bodenkunde und Bodenphysik konnte ein breites Spektrum an Themen bearbeitet (einheimische Lupinen als Nahrungsmittel, Einfluss von Huminstoffen auf die Steifigkeit, separierte Gärreste als P-Dünger u. a.) und ausgedehnte Erfahrungen mit unterschiedlichen Analysen (Spurenelemente, Körnung, REM-EDX u.a.) erworben werden. Seit 2015 liegt, durch die Anstellung im Projekt InnoSoilphos, der Schwerpunkt auf der Forschung zum Phosphor im Boden und damit auch auf der Phosphoranalytik.

Inhaltsverzeichnis

Kapitel	Inhalt
1	P-Konzentrationen in Umweltproben
1.1	Bindungsformen des Phosphors
1.2	Mineralische Rohphosphate
1.3	Atmosphäre und Niederschlag
1.4	Gewässer
1.5	Ab- und Prozesswasser
1.6	Böden
1.7	Sedimente
1.8	Pflanzen- und Tierbiomasse
1.9	Schlämme, Gärreste, Kohle
1.10	Düngemittel
2	Analysenauswahl
2.1	Allgemeines Vorgehen
2.2	Einfluss der Matrix
2.2.1	Mineralische Matrices: Böden, Sedimente, organikarme Mudden
2.2.2	Organische Matrices (Biomasse): Algen, Pflanzen, Streuauflagen, Torfe, organikreiche Mudden, Miste Knochenkohle, Knochenchips, andere Biokohlen, Einbettungsharz
2.2.3	Wasserreiche Biomasse: tierisches Gewebe und Gewebsflüssigkeiten, Gülle, Gärreste
2.2.4	Wässrige Matrices: Seston, Niederschlag, Aerosole, Schlämme, Abwässer, Güllen, Jauche, Gärreste
3	Probenvorbereitung
3.1	Probennahme, Aufbereitung und Lagerung
3.1.1	Festes Probenmaterial: mit geringem Wassergehalt
3.1.2	Wässriges Probenmaterial
3.1.3	Tierisches Material
3.2	Trockenmasse und Trockenraumdichte
3.3	Veraschung und Glühverlust
3.4	Entfernung des Carbonats
3.5	Homogenisation
4	Aufschlüsse
4.1	Mikrowellenaufschlüsse
4.1.1	Abschätzung der Einwaagen

4.1.2	Königswasser: Boden
4.1.3	Salpetersäure: Pflanzen- und Tiergewebe
4.1.4	Salpetersäure und Wasserstoffperoxid
4.1.5	Basisches Persulfat: Seston
4.2	Subboiling Aufschlüsse
4.2.1	Saures Persulfat: Aschen von Böden, Sedimenten, Geweben
4.2.2	Basisches Persulfat: Seston
4.3	Kochende Aufschlüsse
4.3.1	Salzsäure: Sedimente
4.3.2	Salzsäure: Pflanzenaschen
4.4	Neutralisation
4.4.1	bei erhöhten Eisenkonzentrationen
4.4.2	für Messung in Durchflussanalytoren
5	Nachweismethoden
5.1	Messung mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP)
5.2	Photometrie
5.2.1	Elimination von Störelementen: Silikat und Arsenat
5.2.2	Salzmatrixeffekte im Medium
5.2.3	Molybdänblau: im untersten Konzentrationsbereich, in der Wasseranalytik
5.2.4	Malachitgrün/Molybdänblau: im untersten Konzentrationsbereich, in der Bodenkunde
5.2.5	Vanadomolybdatgelb: im mittleren Konzentrationsbereich
5.3	Elementaranalyser
5.4	Autoanalyser
5.4.1	Continuous Flow Analyser (segmentierte Probenverarbeitung)
5.4.2	Flow Injection Analyser (unsegmentierte Probenverarbeitung)
5.4.3	Diskrete Messungen
5.4.4	Autoanalyser für Aufschlüsse
5.5	Nanomolare Phosphatkonzentrationen
5.5.1	Anreicherungsverfahren
5.5.2	Spezifische Geräte
6	Qualitätsmanagement
6.1	Kalibration
6.2	Nachweis- und Bestimmungsgrenze
6.3	Blindwert-Zielkarten
6.4	Sollwert-Zielkarten
6.5	Spannweitenzielkarten
6.6	Standards
6.6.1	Zertifizierte Standards und Bezugsquellen

6.6.2	selbst hergestellte Aschen und Trockenmassen
6.6.3	gelöste P-Verbindungen
6.6.4	Interne Standards
7	Chemisches Rechnen
7.1	Verdünnung und Mischung
7.2	Einheiten und Bezugsgrößen
8	Vorschläge für Formblätter bei Probenlieferung
8.1	Beispiele aus der AG Bodenkunde
8.2	Praxis der Biologischen Station Zingst
8.3	Abläufe am IOW
9	Methodenvergleiche
9.1	Aufschlussmethoden
9.2	Messmethoden
10	Infrastruktur
10.1	Ansprechpartner(innen) und Geräteverfügbarkeit
10.2	Danksagung