

Mischanleitung Reagenzien

Multimate Phosphattest

Molybdänblau-Methode (Ascorbinsäure, nach Murphy & Riley / ISO 6878) · Probenvolumen 5 mL
· Version 2.0

1. Übersicht

Bezeichnung	Zusammensetzung	Ansatz	Haltbarkeit / Lagerung
Sb-Stamm	Kaliumantimonyltartrat 2,7 g/L	100 g	viele Monate · dunkel, Raumtemp.
EDTA-Vorlösung (optional)	Dinatrium-EDTA 2 g/kg	100 g	Jahre · Kunststoffflasche, Raumtemp.
Reagenz A (Zugabe 2.)	Säure-Molybdat mit Antimon	100 g $\pm$ 100 mL	ca. 4 Monate · dunkel, Raumtemp.
Reagenz B (Zugabe 1.)	Ascorbinsäure 4,5 % + H ₂ SO ₄ (+ EDTA)	100 g	Ziel $\geq$ 4 Wochen · kühl, dunkel (per Standard prüfen)

2. Allgemeine Hinweise

Wasser: Für alle Ansätze RO-Wasser mit einem Leitwert < 2 μ S/cm verwenden. **Dosierung:** Alle Mengen werden gravimetrisch auf der Feinwaage (0,01 g) abgewogen; die letzten Gramm tropfenweise mit einer Spritze zugeben. Dichten: Schwefelsäure 10 % = 1,066 g/mL, Reagenz A = 1,048 g/mL, alle übrigen Lösungen $\approx$ 1,00 g/mL.

Sicherheit und Kontamination

- Handschuhe und Schutzbrille tragen. Kaliumantimonyltartrat ist giftig (Staub nicht einatmen, Verschüttetes feucht aufwischen); Schwefelsäure 10 % reizt Haut und Augen.
- **Für jede Lösung eine eigene Spritze** verwenden und farbig markieren. Nie direkt aus der Vorratsflasche aufziehen, sondern eine kleine Menge in ein separates Gefäß abgießen.
- Spuren von Reagenz B in Reagenz A färben diese blau und machen sie unbrauchbar.
- Reagenzien und Messabfall nicht ins Aquarium zurückführen. Reste und Tücher mit Antimonrückständen zur Schadstoffsammlung.
- Nicht in Getränkeflaschen oder bei Lebensmitteln lagern.

Zutatenliste und empfohlene Packungsgrößen

Chemikalie	Qualität	Verbrauch je Ansatz	Empf. Packung	Reicht für
Kaliumantimonyltartrat-Hemihydrat	pur / p. a.	0,27 g je 100 g Sb-Stamm	10 g	> 30 Sb-Stamm-Ansätze
Ammoniummolybdat-Lösung 1,5 %	pur	25,0 g je Reagenz A	250 mL	ca. 10 $\times$ Reagenz A
Schwefelsäure 10 %	pur	76,8 g je Reagenz A + 10,0 g je Reagenz B	500 mL	ca. 5 $\times$ Reagenz A + B
L-Ascorbinsäure (Pulver)	pur / Lebensmittel	4,50 g je Reagenz B	100 g	ca. 22 $\times$ Reagenz B
Dinatrium-EDTA (Dihydrat) – optional	pur	0,20 g je EDTA-Vorlösung	10 g	ca. 500 $\times$ Reagenz B
RO-Wasser < 2 μ S/cm	–	ca. 250 g für einen kompletten Satz	nach Bedarf	–

Zubehör: Feinwaage (0,01 g), 1-mL-Spritzen (je Lösung eine, farbig markiert), 100-mL-Flaschen (Braunglas für Reagenz A und B, Kunststoff für die EDTA-Vorlösung), Schutzbrille, Nitrilhandschuhe. **EDTA ist optional:** Ohne EDTA entfällt die Vorlösung. Die Haltbarkeit von Reagenz B kann dann sinken, vor allem bei verunreinigtem Osmosewasser oder metallbelasteter Ascorbinsäure (siehe Kapitel 6). Ein kompletter Satz (je 100 g Reagenz A und B) reicht für 80 Messungen à 5 mL Probe.

3. Antimon-Stammlösung (2,7 g/L · 8,1 mmol/L)

Komponente	Menge
Kaliumantimonyltartrat-Hemihydrat (333,93 g/mol)	0,27 g
RO-Wasser	auf 100,0 g Gesamtmasse

1. 100-mL-Flasche mit RO-Wasser spülen, Flaschenhals trocken tupfen.
2. Flasche ohne Deckel auf die Waage stellen und tarieren.
3. 0,27 g Pulver direkt in die Flasche geben ($\pm 0,01$ g unkritisch). Tatsächliche Einwaage notieren.
4. Ca. 50–60 g RO-Wasser zugeben, verschließen und schwenken, bis die Lösung klar und farblos ist.
5. Mit RO-Wasser auf 100,0 g Gesamteinhalt auffüllen, verschließen, durchmischen und beschriften.

Abweichungen der Einwaage um einige Prozent haben keinen messbaren Einfluss, da Antimon nur als Katalysator dient. Bei Trübung oder Belag neu ansetzen.

4. EDTA-Vorlösung (2 g/kg) - optional

Komponente	Menge
Dinatrium-EDTA (Dihydrat, 372,24 g/mol)	0,20 g
RO-Wasser	auf 100,0 g Gesamtmasse

1. Kunststoffflasche spülen, auf die Waage stellen und tarieren.
2. 0,20 g EDTA einwiegen.
3. Ca. 60 g RO-Wasser zugeben und schwenken, bis alles gelöst ist (1–2 Minuten).
4. Mit RO-Wasser auf 100,0 g auffüllen, durchmischen und beschriften.

Die Vorlösung ist nötig, weil die EDTA-Menge für einen Ansatz Reagenz B (20 mg) mit einer 0,01-g-Waage nicht genau abwiegbare ist. In Kunststoff lagern, da Glas Calcium abgibt. Reicht für 10 Ansätze Reagenz B. Wird Reagenz B ohne EDTA hergestellt, entfällt dieser Schritt.

5. Reagenz A - Säure-Molybdat (Zugabe als 2.)

Nr.	Komponente	Masse	≈ Volumen
1	Schwefelsäure 10 %	76,8 g	72 mL
2	Antimon-Stammlösung	3,00 g	3 mL
3	Ammoniummolybdat-Lösung 1,5 %	25,0 g	25 mL
	Summe	104,8 g	100 mL

1. Mit Wasser prüfen, ob die 100-mL-Flasche bis zum Hals genug Platz bietet; sonst alle Mengen $\times 0,9$.
2. Flasche mit RO-Wasser spülen, gut abtropfen lassen, auf die Waage stellen und tarieren.
3. 76,8 g Schwefelsäure 10 % langsam eingießen, die letzten Gramm mit der Säure-Spritze.
4. Tarieren, 3,00 g Antimon-Stammlösung zugeben (eigene Spritze).
5. Tarieren, 25,0 g Molybdatlösung zugeben (eigene Spritze).
6. Verschließen, gut durchschwenken, beschriften, dunkel lagern. Spritzen mit RO-Wasser spülen.

Sichtprüfung: klar und farblos. Blaustich = Verunreinigung mit reduzierender Substanz → verwerfen. Endgehalt ca. 7 % H_2SO_4 → reizend (GHS07), nicht ätzend. 100 mL reichen für 80 Messungen à 5 mL Probe.

6. Reagenz B - Ascorbinsäure 4,5 % stabilisiert (Zugabe als 1.)

Nr.	Komponente	Masse
1	EDTA-Vorlösung 2 g/kg (optional, sonst RO-Wasser)	10,0 g
2	L-Ascorbinsäure (176,13 g/mol)	4,50 g
3	RO-Wasser (zum Lösen)	ca. 50 g
4	Schwefelsäure 10 %	10,0 g
5	RO-Wasser	auf 100,0 g Gesamtmasse

1. Flasche auf die Waage stellen und tarieren. 10,0 g EDTA-Vorlösung einfüllen (ohne EDTA: 10,0 g RO-Wasser).
2. Tarieren und 4,50 g Ascorbinsäure zugeben.
3. Ca. 50 g RO-Wasser zugeben und schwenken, bis alles gelöst ist.
4. Tarieren und 10,0 g Schwefelsäure 10 % zugeben (Schutzbrille, Handschuhe).
5. Mit RO-Wasser auf 100,0 g auffüllen, verschließen, durchmischen und sofort kühl und dunkel lagern.

Ascorbinsäure 0,256 mol/L, EDTA 0,2 g/L, H_2SO_4 ca. 1 % (pH $\approx$ 1). Die Ascorbinsäure ist bewusst ca. 2,4-fach überdosiert, der Überschuss puffert den Abbau. EDTA bindet katalytisch wirkende Metallspuren, die Säure verlangsamt die Oxidation. Die Haltbarkeit hängt stark von der Temperatur ab: Vorrat kühl, dunkel und mit wenig Luft lagern. Eine Gelbfärbung stört bei 880 nm kaum und ist kein zuverlässiges Kriterium – die Funktion wöchentlich mit einem bekannten Standard prüfen und verwerfen, sobald der Messwert sinkt oder der Reagenzienblindwert steigt. 100 g reichen für 400 Messungen. Die Spritze für B darf nie mit Reagenz A in Kontakt kommen.

Variante ohne EDTA: Reagenz B kann auch ohne EDTA hergestellt werden. Dazu die 10,0 g EDTA-Vorlösung durch 10,0 g RO-Wasser ersetzen, alle übrigen Mengen und Schritte bleiben gleich. Die Messung funktioniert unverändert. Ohne EDTA kann die **Haltbarkeit sinken**, da Metallspuren (v. a. Kupfer und Eisen) die Oxidation der Ascorbinsäure beschleunigen. Das betrifft vor allem **verunreinigtes Osmosewasser** oder **metallbelastete Ascorbinsäure**. Mit reinem RO-Wasser ($< 2 \mu S/cm$) und sauberer Ascorbinsäure ist der Unterschied oft gering – im Zweifel beide Varianten parallel ansetzen und wöchentlich mit einem Standard vergleichen. Etikett entsprechend anpassen.

7. Dosierung pro Messung

Schritt	Aktion	Volumen	Masse
1	Probe in die Küvette, Leerwert I_0 messen	5,00 mL	5,00 g
2	Reagenz B zugeben, mischen	0,25 mL	0,25 g
3	Reagenz A zugeben, mischen	1,25 mL	1,31 g
4	10–15 min warten (Zeit immer gleich halten)		
5	Transmission I messen (ca. 880 nm)	Σ 6,50 mL	

Während der Zugabe durchgehend rühren; Schlauchenden oberhalb der Flüssigkeit halten. Ablauf (Reihenfolge, Pumpenrate, Wartezeit) bei Kalibrierung und Messung identisch halten.

8. Etiketten

REAGENZ A – Phosphattest
Säure-Molybdat · Zugabe als 2.

76,8 g H₂SO₄ 10 %
25,0 g Ammoniummolybdat 1,5 %
3,0 g K-Antimonyltartrat 2,7 g/L
→ ca. 7 % Schwefelsäure

Dosierung: 1,25 mL / 5 mL Probe
(NACH Reagenz B zugeben)

! Reizt Haut und Augen
Dunkel lagern · nur saubere Spritze

Angesetzt: __.__.____
Neu ansetzen: __.__.____
Klar & farblos – bei Blaustich verwerfen

REAGENZ B – Phosphattest
Ascorbinsäure 4,5 % + H₂SO₄
mit EDTA: [] ohne EDTA: []
Zugabe als 1.

Dosierung: 0,25 mL / 5 mL Probe
(ZUERST, dann Reagenz A)

Sauer · Augenkontakt vermeiden
Kühl & dunkel lagern

Angesetzt: __.__.____
Prüfen: __.__.____
(Ziel 4 Wochen)
Funktion per Standard prüfen

EDTA-VORLÖSUNG 2 g/kg
für Reagenz B

0,20 g Na₂-EDTA auf 100 g
Kunststoffflasche
Angesetzt: __.__.____

ANTIMONYLTARTRAT 2,7 g/L
Stammlösung für Reagenz A

Einwaage: ____ g auf 100 g
! Giftig
Angesetzt: __.__.____

9. Haftungsausschluss

Diese Anleitung dient ausschließlich der Information und wurde nach bestem Wissen erstellt. Für die Richtigkeit, Vollständigkeit und Aktualität der Angaben sowie für die Eignung der Reagenzien und Messergebnisse für einen bestimmten Zweck wird keine Gewähr übernommen. Herstellung, Lagerung, Verwendung und Entsorgung der Chemikalien erfolgen auf eigene Verantwortung und eigenes Risiko. Die Anwendung setzt Grundkenntnisse im sicheren Umgang mit Chemikalien voraus; die Sicherheitsdatenblätter der jeweiligen Hersteller sowie die geltenden Vorschriften zu Arbeitsschutz, Kennzeichnung und Entsorgung sind zu beachten. Chemikalien und Reagenzien für Kinder unzugänglich aufbewahren.

Messergebnisse ersetzen keine Kontrolle mit einem kalibrierten Referenztest. Für Schäden an Personen, Tieren, Aquarien, Geräten oder sonstigen Sachen sowie für Folgeschäden, die aus der Nutzung dieser Anleitung, der hergestellten Reagenzien oder darauf beruhender Messwerte und Dosierentscheidungen entstehen, wird keine Haftung übernommen. Dies gilt nicht bei Vorsatz oder grober Fahrlässigkeit, bei Verletzung von Leben, Körper oder Gesundheit sowie soweit eine Haftung gesetzlich zwingend vorgeschrieben ist.