Versuch 1: Quantitativer Nachweis von Kupfer/Aufstellung der Kalibriergeraden nach []

Geräte:

250ml Kolben, 100ml Kolben, Spatel, Pipette 100ml, Pipette 50ml, Pipette 10 ml, 1000ml Messkolben, Amersham Novaspec Plus Spektralphotometer (Foto?), Glasküvette, Waage, Peleusball, pH-Messgerät

Chemikalien:

- Kupfer Stamm-Lösung (200mg Cu2+/l)
- Citrat-Puffer-Lösung (pH 9) (10 g Diammoniumhydrogencitrat werden in 200 ml entionisiertem Wasser gelöst. Mit Ammoniak-Lösung (w = 0,25) wird der pH-Wert auf 9 eingestellt und anschließend mit Wasser im 250 ml Messkolben bis zur Eichmarke aufgefüllt
- BCO-Lösung (0,5g Oxalsäurebiscyclohexylidienhydrazid (Abb.20) in 140ml Methanol und 110ml destillierten Wasser
- Aceton
- dest. Wasser

Durchführung:

Zur Erstellung der Kalibriergeraden werden 200-, 400-, 600-, 800- und 1000 μl Kupferstammlösung (Foto?) in 100 ml Messkolben überführt. Blindprobe und Eichproben versetzt man nacheinander mit 20 ml entionisiertem Wasser, 10 ml Citrat-Lösung und 10 ml BCO-Lösung. Nach einer Reaktionszeit von 30 Minuten füllt man mit entionisiertem Wasser bis zur Eichmarke auf und misst die Proben bei 589nm in 1-cm-Küveten.

Beobachtung:

Die Proben färben sich umso blauer, je höher die Kupferkonzentration in der Probe sind. Entsprechend steigen die gemessenen Extinktionswerte.

Konzentration in mg/l	Extinktion
2	0,55
1,6	0,43
1,2	0,32
0,8	0,23
0,4	0,12
0	0

Ergebnis:

Aus den Messwerten lässt sich mit Excel die folgende Kalibriergerade gemäß des Lambert-Beerschen Gesetzes erstellen:

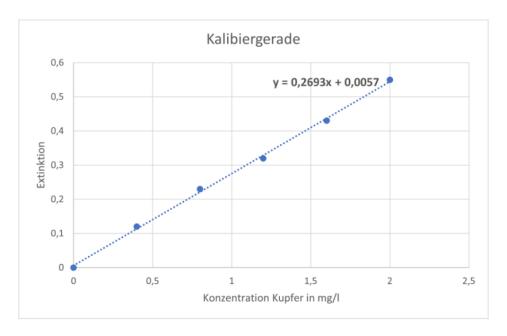


Abbildung Kalibriergerade

Versuch 2: Messung der Kupfer-Ionen-Konzentrationen in den Bodenproben an der Ahr

Geräte:

4x Messkolben 100ml, 4x Messbecher 2I, 4x Messbecher 600ml, 4x Messbecher 100ml, Spaten, 4x Transportboxen aus Plastik, Amersham Novaspec Plus Spektralphotometer, Glasküvette, Peleusball, 50ml-Pipette, 10ml-Pipette

Chemikalien:

- Bodenproben
- Citrat-Puffer-Lösung (pH 9) (10 g Diammoniumhydrogencitrat werden in 200 ml entionisiertem Wasser gelöst. Mit Ammoniak-Lösung (w = 0,25) wird der pH-Wert auf 9 eingestellt und anschließend mit Wasser im 250 ml Messkolben bis zur Eichmarke aufgefüllt
- BCO-Lösung (0,5g Bis-(cyclohexanon)-oxaldihydrazon in 140ml Methanol und 110ml destillierten Wasser
- Aceton
- dest. Wasser

Anordnung und Durchführung:

Zur Vorbereitung werden an den Stellen, an denen die Untersuchungen durch die SGD Nord Grenzwertüberschreitungen festgestellt hatten (AT-14 und TW-2 Abb aus dem Bericht einfügen ; in

Dernau beziehungsweise in Walporzheim) jeweils zwei Bodenproben im Uferbereich entnommen. Sie werden nach ihrem jeweiligen Entnahmeort D1, D2, W1 und W2 benannt. Die Proben D1 und W1 sind dabei flächig aufgenommene Sedimente vom Gewässerrand, die Proben D2 und W2 mit dem Spaten entnommene Erdproben aus der Böschung ca. 3 m vom direkten Ufer entfernt. Von jeder Probe werden 500g abgewogen und über Nacht getrocknet. Je 100g der getrockneten Proben werden mit je 500 Milliliter entionisiertem Wasser aufgeschlämmt und umgerührt. Nach ca. 30 min werden die Gemische zweimal filtriert (Abb.10). Nun werden von jeder der vier filtrierten Proben 10ml entnommen und in je einem 100ml Kolben mit 20ml entionisiertem Wasser 10 ml Citrat-Lösung und 10 ml BCO-Lösung vermischt, die Kolben werden bis zum Messstrich mit entionisiertem Wasser aufgefüllt. Nach 30 min Wartezeit (Abb. 15 und 16 im Anhang) wird jede Lösung einer photometrischen Analyse unterzogen.

Beobachtung:

Die photometrische Untersuchung ergibt folgende Werte:

Probe	Extinktion
Walporzheim 1	0,04
Walporzheim 2	0,01
Dernau 1	0,04
Dernau 2	0,02

Ergebnisse:

Indem man die gemessenen Extinktionen in die Gleichung der Kalibriergerade (Abb. 6) einsetzt, kann man nun auf die Kupferionenkonzentration in den untersuchten Lösungen rückschließen. So erhält man folgende Werte für die Cu2+-lonen-Konzentration für die verdünnten Lösungen: In den Lösungen von Dernau1 und Walporzheim1 beträgt die Konzentration ca. 0,1645 mg Cu2+/Liter, bei Dernau2 ca. 0,0531 mg Cu2+/Liter und in Walporzheim2 ca. 0,015967 mg Cu2+/Liter. Da dies die Werte von jeweils 10ml der aufgeschlämmten Erdsuspensionen sind, muss man sie mit dem Faktor 50 multiplizieren, da 5 Liter destilliertes Wasser verwendet wurden, um ein Kilogramm Trockensubstanz (TS) Boden aufzuschlämmen.

Bei Dernau1 befanden sich demzufolge ca. 8,225 mg/kg TS, bei Dernau2 befanden sich ca. 2,655 mg/kg TS, bei Walporzheim1 ca. 8,225 mg/kg TS und bei Walporzheim2 ca. 0,798 mg/kg TS im Boden. Die beiden Sediment-Proben DER1 und WP1 stimmen überein und sind etwas höher als die aus der Böschung entnommenen.

Alle Werte befinden sich aber laut Quelle suchen & angeben im Normalbereich.