

6 Nicht genormte Verfahren

(werden entsprechend den wissenschaftlich-technischen Anforderungen aktuell angepasst)

Diese Verfahren stellen Anhaltspunkte dar. Sofern andere Verfahren zur Anwendung kommen, die mindestens die gleiche Genauigkeit und Repräsentativität wie die angegebenen aufweisen, ist dies ebenfalls akzeptabel.

Bitte fügen Sie eventuell vorhandene Unterlagen über das bereits bei Ihnen angewandte Verfahren bei (Arbeitsvorschrift, Zertifizierungen, Ringversuche, Verfahrenskenndaten).

Microcystine neben DIN ISO 20179:

Intrazellulär:

Extrakte aus Filtrerrückstand:

- Cellulosenitratfilter, Membranfilter oder Ähnliches mit 0,5 ml 0,005 M Ammoniumacetatpuffer, pH 3,5
- tiefrieren, nach Auftauen extrahieren,
- anreichern über Festphasenextraktion mit Ionenpaarreagenz auf RP-C 18 (HR-P oder Ähnliches) bei pH 5,0
- Bestimmung über LC/MS/MS, externer Standard oder über Dioden-Array-Detektor

Extrazellulär:

Wasserprobe (500 ml) über Cellulosenitratfilter (0,45 mm):

- anreichern über Festphasenextraktion mit Ionenpaarreagenz auf RP-C 18 bei pH 5,0
- Bestimmung über LC/MS/MS, externer Standard oder über Dioden-Array-Detektor

Anforderung: Nachweisgrenze $\leq 0,01 \mu\text{g/l}$
minimale Strukturaufgliederung: MC-RR, -YR, -LR, -LA

Partikulärer, organisch gebundener Stickstoff (SON oder PON)

Probenahme:

- Netzzüge knapp über Grund beginnend bis zur Oberfläche
- Maschenweiten 250 und 780 μm
- gefiltertes Wasservolumens wird über aufgesetztes Flowmeter¹⁾ ermittelt
- jeweils kleinere Fraktion über das Netz größerer Maschenweite filtrieren

Probenvorbereitung:

- Probe über einen Glasfaserfilter (zum Beispiel Sartorius SM 13400, 30 Minuten bei 480 °C vorgeglüht) filtrieren, mit bidestilliertem Wasser nachspülen und trockensaugen (pro Filter nicht mehr als 10 Daphnien)²⁾

Analytik:

Variante A)

- Filter in eine 100 ml Duranglasflasche überführen und dazu 50 ml einer Aufschlusslösung geben, die aus 20 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ und 4 g NaOH in 1 Liter bidestilliertem Wasser gelöst besteht
- Probe 10 Minuten mit Ultraschall behandeln, anschließend 30 Minuten bei 121 °C und 1,1 bar Druck autoklavieren

Variante B)

- Glaserfaserfilter werden direkt verbrannt
N wird mittels Chemolumineszenzdetektor erfasst analog EN 12260 (H 34) beziehungsweise DIN 38409 (H 27)

Bestimmung:

- nach dem Abkühlen über einen 0,45 µm Membranfilter filtrieren und im Filtrat nach der DIN 38409 D9 das Nitrat bestimmen
- zur Kalibrierung der Methode entweder EDTA oder NaNO_3 im Bereich 1 bis 10 mg/l N verwenden

Anforderung: Nachweisgrenze $\leq 0,1 \mu\text{g/l}$

- 1) Das Flowmeter kalibrieren und unbedingt dessen Zuverlässigkeit testen!
- 2) Begrenzung der Biomasse ist wichtig, damit sie vollständig aufgeschlossen wird.