

STANOVENÍ AMONNÝCH IONTŮ

Fotometrické stanovení s Nesslerovým činidlem

Cíl práce

Vytvořte **kalibrační křivku** pro fotometrické stanovení amonných iontů v rozmezí koncentrací 0,5 - 4 mg.l⁻¹ (slepý pokus, 0,5 mg.l⁻¹, 1 mg.l⁻¹, 2 mg.l⁻¹ a 4 mg.l⁻¹) a stanovte **koncentraci amonných iontů v neznámém vzorku**.

Princip

Stanovení je založeno na reakci amoniaku a hydroxidu alkalických kovů s tetrajodortuřnatanem sodným nebo draselným za vzniku Millonovy báze (oxodimerkuriaminjodid). Uvedený jodid je málo rozpustná žlutohnědá sloučenina, která za podmínek stanovení při nízkých koncentracích amoniaku vytváří **žlutohnědé koloidní roztoky**, které lze fotometricky vyhodnotit.

Rozsah měření

Metoda je vhodná ke stanovení amonných iontů v koncentraci od **0,05 až 4 mg.l⁻¹**

Činidla

Nesslerovo činidlo

100 g HgI₂ a 70g KI se rozpustí v malém objemu demineralizované vody a smísí se s 160 g NaOH rozpuštěného v 500 ml demineralizované vody. Tato směs se doplní na objem 1 litru demineralizovanou vodou. K samotnému měření se používá čirý roztok, který je alespoň 5 hodin usazován. Činidlo se uchovává v tmavé láhvi.

Vinan draselnosodný (Siegetova sůl)

50 g KNaC₄H₄O₆ · 4H₂O se rozpustí v demineralizované vodě, přidá se 0,2 až 0,5 ml Nesslerova činidla a doplní demineralizovanou vodou do 100 ml. Roztok lze použít, jakmile je čirý.

Chlorid amonný

Zásobní roztok o koncentraci 10 mg.l⁻¹ amonných iontů.

Postup měření

- 1) k **10 ml vzorku** přidejte **1 kapku vinanu draselnosodného** a směs promíchejte
- 2) přidejte **0,2 ml Nesslerova činidla** a směs opět promíchejte
- 3) po deseti minutách změřte absorbanci vzorku v **1cm kyvetě** na spektrofotometru Cecil CE 2041 při vlnové délce **425 nm**

STANOVENÍ DUSITANŮ

Fotometrické stanovení s kyselinou sulfanilovou a N-(1-naftyl)-ethylendiamindihydrochloridem

Cíl práce

Vytvořte **kalibrační křivku** pro fotometrické stanovení dusitanů v rozmezí koncentrací 0,05 – 0,4 mg.l⁻¹ (slepý pokus, 0,1 mg.l⁻¹, 0,2 mg.l⁻¹, 0,4 mg.l⁻¹) a stanovte **koncentraci dusitanů v neznámém vzorku**.

Princip

Kyselina sulfanilová je diazotována v prostředí hydrogensíranu draselného kyselinou dusitou z dusitanů ve vzorku na diazoniovou sůl. Vzniklá diazoniová sůl je kopulována s N-(1-naftyl)-ethylendiamindihydrochloridem na červené azobarvivo. Intenzita vzniklého zabarvení je přímo úměrná koncentraci dusitanů ve vzorku.

Rozsah měření

Metoda je vhodná ke stanovení dusitanů v koncentraci od **0,001 až 0,4 mg.l⁻¹**

Činidla

Kyselina sulfanilová

3,46 g kyseliny sulfanilové a 27,2 g KHSO₄ se rozpustí v demineralizované vody a doplní na objem 1 litru demineralizovanou vodou.

N-(1-naftyl)-ethylendiamindihydrochlorid, kopulační činidlo

0,04 g činidla se rozpustí ve 100 ml demineralizované vody. Roztok se uchovává v tmavé láhvi a ve tmě. Je stálý asi 1 měsíc.

Dusitan sodný

Základní roztok o koncentraci dusitanů 10 mg.l⁻¹

0,15 g NaNO₂ předem vysušeného při 105° C se rozpustí v demineralizované vodě a doplní do 1 litru.

Postup měření

- 1) k **25 ml vzorku v 50 ml odměrné baňce** přidejte **2,5 ml kyseliny sulfanilové** a směs promíchejte a nechte 10 minut stát
- 2) přidejte **2,5 ml roztoku kopulačního činidla** a směs opět promíchejte a nechte dalších 20 minut stát
- 3) po 20 minutách doplňte 50 ml odměrnou baňku po rysku demineralizovanou vodou, roztok promíchejte a změřte absorbanci vzorku v **1cm kyvetě** na spektrofotometru Cecil CE 2041 při vlnové délce **550 nm**. Zbarvení je stálé 24 hodin.

STANOVENÍ DUSIČNANŮ

Fotometrické stanovení salicylanem sodným

Cíl práce

Vytvořte **kalibrační křivku** pro fotometrické stanovení dusičnanů v rozmezí koncentrací 1 – 20 mg.l⁻¹ (slepý pokus, 5 mg.l⁻¹, 10 mg.l⁻¹, 20 mg.l⁻¹) a stanovte **koncentraci dusičnanů v neznámém vzorku**.

Princip

Dusičnany ve vzorku vody se nitrují kyselinou salicylovou v prostředí koncentrované kyseliny sírové. Sodné sole vzniklých nitroderivátů jsou **žlutě zbarveny**. Intenzita zbarvení je úměrná obsahu dusičnanů ve vzorku.

Rozsah měření

Metoda je vhodná ke stanovení dusičnanů od **0,5 do 20 mg.l⁻¹**

Činidla

Salicylan sodný 1% roztok

1g salicylanu sodného se rozpustí ve 100 ml demineralizované vody. Roztok se připravuje vždy v den užití.

Koncentrovaná kyselina sírová

Hydroxid sodný 30% roztok

Do 500ml demineralizované vody se po částech a za stálého míchání rozpustí 300g NaOH. Po ochlazení se roztok doplní demineralizovanou vodou na objem 1l.

Dusičnan draselný

Základní roztok o koncentraci dusičnanů 50 mg.l⁻¹

Postup měření

- 1) **50 ml vzorku** nechte protékat při specifickém zatížení $s = 10 \text{ V/V}_0 \cdot \text{h}^{-1}$ silně kyselým katexem ve vodíkové formě
- 2) **10 ml vzorku** prošlého silně kyselým katexem **odpipetujte do odpařovací misky**
- 3) přidejte **0,2 ml roztoku NaOH**
- 4) pak přidejte **1 ml roztoku salicylanu sodného** a směs odpařte na vodní lázni do sucha
- 5) k ještě horkému odparku přidejte **1ml kyseliny sírové**, tak aby celý odparek byl ovlhčen a kyselinu nechte působit 2 až 3 minuty na vodní lázni
- 6) po ochlazení směsi přidejte cca **20 ml demineralizované vody a 7 ml hydroxidu sodného**
- 7) obsah odpařovací misky krouživým pohybem dokonale promíchejte a pak kvantitativně převedte do 50 ml odměrné baňky, kterou doplňte demineralizovanou vodou po rysku
- 8) absorbanci žlutě zbarveného roztoku změřte v **1cm kyvetě** na spektrofotometru Cecil CE 2041 při vlnové délce **415 nm**. Zbarvení je stálé několik hodin.

STANOVENÍ DUSIČNANŮ

Přímé fotometrické stanovení

Cíl práce

Vytvořte **kalibrační křivku** pro fotometrické stanovení dusičnanů v rozmezí koncentrací 1 – 20 mg.l⁻¹ (slepý pokus, 1 mg.l⁻¹, 2 mg.l⁻¹, 5 mg.l⁻¹, 10 mg.l⁻¹, 20 mg.l⁻¹) a stanovte **koncentraci dusičnanů v neznámém vzorku**.

Princip

Dusičnany ve vzorku vody se stanovují přímo bez přidavku činidel při vlnové délce 220 nm.

Rozsah měření

Metoda je vhodná ke stanovení dusičnanů od **0,5 do 20 mg.l⁻¹**

Činidla

Dusičnan draselný

Základní roztok o koncentraci dusičnanů 50 mg.l⁻¹

Postup měření

- 1) absorbanci roztoku změřte v **1cm kyvetě** na spektrofotometru Cecil CE 2041 při vlnové délce **220 nm**.