

Fotometrické stanovení fosforečnanů, křemičitanů a fluoridů

Cíl práce: fotometrické stanovení fosforečnanů, křemičitanů a fluoridů ve vodném vzorku

Protokol musí obsahovat grafy všech kalibračních křivek včetně proložení spojnicí trendu její rovnici a hodnotu spolehlivosti. Dále pak naměřené absorbance u neznámých vzorků a výpočty koncentrací jednotlivých složek v mg/l.

Fosforečnany

Ortofosforečnany reagují v prostředí kyseliny sírové v přítomnosti antimonitých iontů s molybdenanem amonným za vzniku kyseliny molybdátofosforečné. Redukcí kyselinou askorbovou přechází žlutý komplex na roztok fosfomolybdenové modři.

Použití metody je v rozmezí koncentrací **0,05 až 1 mg/l** fosforečnanů.

Činidla: **činidlo A:** kyselina sírová zředěná (140 ml konc. kys. sírové + 900 ml DEMI vody)

činidlo B: Molybdenan amonný – 15 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ se rozpustí v 500 ml DEMI vody, uchovává se v polyetylenové lahvi při 4°C

činidlo C: Kyselina askorbová – 2,16 g kys. askorbové se rozpustí ve 100 ml DEMI vody, roztok je stálý 1 týden a uchovává se při 4°C

činidlo D: Vinan antimonylodraselný – 0,34 g $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ (JED) se rozpustí v 500 ml DEMI vody, uchovává se při 4°C

Kalibrační roztoky: Ze standardu, koncentrace **1 g/l**

SMĚSNÉ ČINIDLO: Těsně před použitím se smísí činidlo A (5 dílů), činidlo B (2 díly), činidlo C (2 díly) a činidlo D (1 díl)

Postup měření:

K 25 ml vzorku se přidají 2,5 ml směsného činidla a po promíchání se nechá směs 15 minut stát. Pak se měří absorbance při 690 nm v kyvetě (5 cm). Od absorbancí kalibračních roztoků a neznámých vzorků se odečítá absorbance slepého stanovení.

Neznámý vzorek změřte minimálně dvakrát

Křemičitany

Rozpuštěné ortokřemičitany reagují s molybdenanem amonným v kyselém prostředí za vzniku žluté kyseliny molybdenátokřemičité.

Použití metody je pro koncentrace křemičitanů **nad 0,5 mg/l** (do 20 mg/l).

Činidla: **Molybdenan amonný** – 5 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ se rozpustí v DEMI vodě, doplní do 100 ml a pak se upraví hodnota pH na 6,5 – 8,0.

Kyselina sírová – 2 mol/l

Kyselina citronová – roztok 5 %hm.

Standardní roztok Na_2SiO_3 o koncentraci **Si 1 g/l**

Peroxodisíran amonný - roztok 10% hm. - eliminace rušivých vlivů (přivádá se 2 minuty před přidáním molybdenanu – 20 ml vzorku 0,4 ml roztoku peroxodisíranu)

Pro stanovení Si používejte pouze plastové nádobí

Postup měření:

K 20 ml vzorku v PE vzorkovnici přidáme 0,4 ml kys. sírové (2 mol/l) a promícháme, přidáme 0,5 ml roztoku molybdenanu amonného promícháme a necháme 6 minut stát. Pak ke směsi přidáme 0,8 ml kys. citronové a promícháme. V době mezi 10. až 20. minutou po přidání molybdenanu měříme absorbanci na vlnové délce 430 nm v 5 cm kyvetě. Od absorbancí kalibračních roztoků a neznámých vzorků se odečítá absorbance slepého stanovení.

Neznámý vzorek změřte minimálně dvakrát

Koncentrace Si ve vodě se udává jako Si nebo SiO_2 v mg/l.

1 mg $\text{SiO}_2 \rightarrow 0,467$ mg Si

1 mg Si $\rightarrow 2,14$ mg SiO_2

Fluoridy

Fluoridy tvoří silný komplex se zirkoničitými ionty, tento komplex je silnější než komplex zirkoničitanových iontů s alizarinem (alizarinová červen S), barvivo se uvolňuje ekvivalentně s množstvím fluoridových iontů do roztoku.

Použití metody je v rozmezí koncentrací **0,05 – 2,5 mg/l** fluoridů.

Činidla: **Alizarinová červen S:** 0,75 g alizarinové červeně S se rozpustí v DEMI vodě a doplní do 1 litru.

Dichlorid oxidu zirkoničitého: 0,354 g $\text{ZrCl}_2\text{O} \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ se rozpustí cca 600 ml DEMI vody, přidá se 33,3 ml konc. H_2SO_4 , promíchá a přidá se 100 ml konc. HCl znovu promíchá a po vychladnutí se se dolní do 1 litru. Roztok je možné používat po jedné hodině stání a uchovává se v tmavé lahvi.

Standardní roztok NaF: 10 ml NaF ($c = 1 \text{ g/l}$) se rozpustí v DEMI vodě a doplní do 1 litru ($c = 10 \text{ mg/l}$)

Postup měření:

K 50 ml čirého vzorku se přidá 2,5 ml roztoku alizarinové červeně S a 2,5 ml roztoku dichloridu oxidu zirkoničitého. Po promíchání se směs nechá stát **60 minut při 20°C**. Pak se měří absorbance při 550 nm ve 2 cm kyvetě. Od absorbancí kalibračních roztoků a neznámých vzorků se odečítá absorbance slepého stanovení.

Neznámý vzorek změřte minimálně dvakrát