

Nitrátion meghatározása fotometriásan

A módszer elve:

A nitrátokból forró tömény kénsavas közegben felszabaduló salétromsav és nátrium-szalicilát reakciója során nitro-származék keletkezik. A nitro-származék nátriumsójának oldata lugos közegben sárga színű. Az oldat színintenzitását, mely arányos a vízminta nitrát koncentrációjával, fotométerrel mérjük.

A módszer kivitelezése:

A 100 cm^3 -es mérőlombikban lévő mintából törzsoldatot készítünk. 100 cm^3 -es mérőlombikokban elkészítjük a standard oldat-sorozat törzsadatait is a receptnek megfelelően. (Lásd a következő bekezdést!) A standard oldatok elkészítése után az egyes, ismert koncentrációjú oldatokból, a vizsgálandó mintából ill. a vakpróbának megfelelő deszt.vízből is $10-10\text{ cm}^3$ -t kristályosító csészébe pipettázunk és előkészítjük a vizsgálatra a következő módon: A vizsgálandó mintához ill. a standard oldatokhoz és a vakpróbához 2 cm^3 frissen készített Na-szalicilát oldatot adunk, majd vízfürdőn szárazra pároljuk. A száraz maradékot lehűlés után 2 cm^3 cc. H_2SO_4 -val átmedvesítjük. 10 perc várakozás után az oldatot kb. 60 cm^3 deszt.vízzel óvatosan hígítjuk, majd a bepárló csésze tartalmát 100 cm^3 -es mérőlombikba mossuk. A mérőlombikba 14 cm^3 400g/dm^3 -es NaOH oldatot adunk, a lombik tartalmát lehűtjük és deszt.vízzel jelig töltjük. 20 perc múlva, de legkésőbb 1 órán belül fotometrálunk 405 nm hullámhosszon. A kalibrálást a vakpróbával végezzük.

Az eredmény kiszámításánál vegyük figyelembe a hígítás mértékét!

A minta kikérése: 1db. felcímkézett 100 cm^3 -es mérőlombikban

Standard oldatok készítése a kalibráló görbékhez:

1. Magas nitrát tartalmú mintához:

A KNO_3 törzsoldatból, melynek koncentrációja 1000 mg/dm^3 , 5 – tagú standard sorozatot készítünk $40 - 120\text{ mg/dm}^3\text{ NO}_3$ koncentrációtartományban, 100 cm^3 -es mérőlombikban.

2. Alacsony nitrát tartalmú mintához:

A kalibráló oldatból, melynek koncentrációja 100 mg/dm^3 , 5 – tagú standard sorozatot készítünk $2,0 - 10,0\text{ mg/dm}^3\text{ NO}_3$ koncentrációtartományban, 100 cm^3 -es mérőlombikban.

Figyelem!

A vizsgálat során maró, mérgező hatású vegyszerekkel dolgozunk, melyek használata fokozott óvatosságot igényel! Elszívó fülke alatt dolgozzunk velük, védőszemüveg és megfelelő vastagságú gumikesztyű használata kötelező!