

Pracovní protokol III.

Stanovení obsahu sloučenin dusíku ve vodě

Úkol č.1: Stanovení amonných iontů (NH_4^+) na spektrofotometru DR 2000

Potřeby: malé kyvety s uzávěrem (5ml), stojan na kyvety (a), kapátko, pipeta, spektrofotometr (DR 2000 fa. HACH) (b), reagencie Nessler-Reagent HACH



Postup:

- vzorky vody necháme ohřát na pokojovou teplotu cca 20°C
- do jedné kyvety pipetou odměříme 5ml destilované vody (blank, slepý vzorek) a označíme
- pipetou odměříme 5ml analyzovaného vzorku a dáme do připravené a popsané kyvety (obdobně postupujeme u všech dalších analyzovaných vzorků)
- do všech kyvet (se vzorky i blankem) přidáme 3 kapky Nessler-Reagent, uzavřeme a promícháme
- necháme 10 minutách stát (max. 25 minut) a můžeme měřit (pokud jsou amonné ionty přítomny objeví se žluté zbarvení)
- měříme na spektrofotometru DR 2000:
 - 1) **POWER** (self test, čeká 15, 14, 13 ... method #?)
 - 2) zvolíme vlnovou délku **425nm** (kolečko na boku přístroje)
 - 3) zmáčkneme **0, READ, ENTER**
 - 4) vložíme kyvetu s blankem do spektrofotometru, dále **CLEAR, ZERO**
 - 5) vložíme kyvetu se vzorkem do spektrofotometru, dále **READ, ENTER**
 - na displeji se ukáže hodnota absorpance (zaznamenáme)

Pozn. v případě, že hodnota na displeji bliká, nutno ředit! Např. 10x : tj. 2,5 ml vzorku a 22,5 ml destilované vody a opakujeme znovu celý postup analýzy. Výslednou hodnotu na displeji násobíme 10x!

- 6) dále vkládáme jednotlivé kyvety se vzorky (a opakujeme postup č.5)
- 7) po dokončení analýzy spektrofotometr vypneme - **POWER**
- 8) výsledné hodnoty absorpance se dále převedou pomocí grafu (na počítači) na výslednou hodnotu - množství v $\text{mg.l}^{-1} \text{NH}_4^+$.

Výsledek: Výsledkem měření jsou hodnoty absorbance (pro výpočet koncentrace v mg/l u jednotlivých vzorků použijeme kalibrační graf a výpočet provedeme na počítači podle následujícího postupu a pokynů vedoucího cvičení).

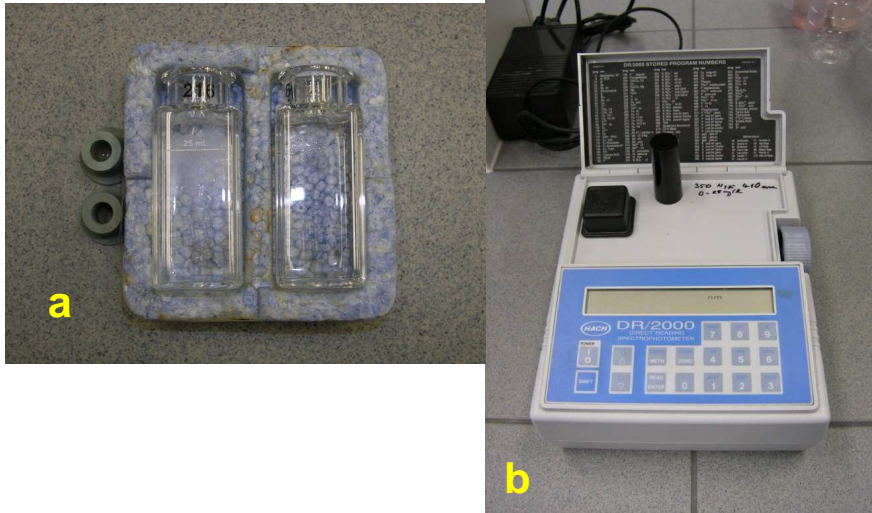
Pracovní postup na počítači:

- 1) POWER
- 2) F1
- 3) zavřeme (X)
- 4) standardní křivky
- 5) FILE (soubor)
- 6) OPEN
- 7) NH_4^+ 5ml, OK
- 8) SAMPLES
- 9) zadáme ABS do INTENSITY/AUFS/ např. 0,024 ... 0tečka024/FINAL CONC/výsledek
- 10) zavřít (X)
- 11) FILE,exit, ano
- 12) START, vypnout, ano

Získané hodnoty zaznamenáme a graficky vyhodnotíme.

Úkol č.2: Stanovení dusičnanů (NO₃⁻) na spektrofotometru DR 2000

Potřeby: větší kyvety s uzávěrem (25ml), měřicí kyvety HACH (a), stojan, spektrofotometr (DR 2000 fa. HACH) (b), reagentie NitraVer6 a NitraVer3 (for 25ml)



- Postup:**
- vzorky vody necháme ohřát na pokojovou teplotu cca 20°C
 - do jedné kyvety odměříme 25 ml destilované vody (blank, slepý roztok) a označíme
 - odměříme 25ml analyzovaného vzorku a dáme do připravené a popsané kyvety (obdobně postupujeme u všech dalších analyzovaných vzorků)
 - do všech kyvet (s vzorky i blankem) přidáme obsah 1 balení NitraVer6 a promícháme
 - následně do všech kyvet (se vzorky i blankem) přidáme obsah 1 balení NitraVer 3 a promícháme
 - necháme stát 5 minut a můžeme měřit na spektrofotometru DR 2000:
 - 1) **POWER** (self test, čekat 15, 14, 13 ... method #?)
 - 2) napíšeme číslo metody **351**, **READ**, **ENTER**
 - 3) zvolíme vlnovou délku **507 nm** (kolečko na boku), **READ**, **ENTER**
 - 4) část blanku nalijeme do připravené kyvety HACH a vložíme do spektrofotometru, dále **CLEAR**, **ZERO**
 - 5) část analyzovaného roztoku přelijeme do připravené kyvety HACH a vložíme do spektrofotometru, dále **CLEAR**, **ZERO** - na displeji se nám ukáže přímo hodnota - množství NO₃⁻-N v mg/l⁻¹ (zaznamenáme)
- Pozn.** v případě, že hodnota na displeji bliká, nutno ředit! Např. 10x : tj. 2,5 ml vzorku a 22,5 ml destilované vody a opakujeme znovu celý postup analýzy. Výslednou hodnotu na displeji násobíme 10x!
- 6) obdobně pokračujeme u ostatních analyzovaných vzorků
 - 7) po dokončení analýzy spektrofotometr vypneme - **POWER**

Výsledek: Výsledkem měření jsou hodnoty koncentrace v mg/l u jednotlivých vzorků. Získané hodnoty zaznamenáme a graficky vyhodnotíme.