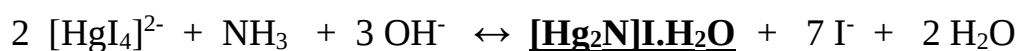


Kalibrace spektrofotometrického stanovení amoniakálního dusíku ve vodě

Princip metody:

Stanovení je založeno na reakci amoniaku a hydroxidu alkalických kovů s tetrajodortuťnanem sodným nebo draselným za vzniku jodidu tzv. Millonovy báze (oxidimerkuriaminjodidu).



Uvedený jodid je málo rozpustná žlutohnědá sloučenina, která při nízkých koncentracích amoniaku vytváří žlutohnědé koloidní roztoky vhodné pro fotometrické měření. Intenzita zabarvení je úměrná koncentraci amoniaku.

Pomůcky a činidla:

- chlorid amonný, standardní roztok o koncentraci $\rho \text{ N-(NH}_4^+ + \text{NH}_3) = 100 \text{ mg.l}^{-1}$ (dále jen N-NH_4^+)
- Nesslerovo činidlo
- Vinan sodnodraselný (Seignetova sůl)
- Spektrofotometr, vlnová délka 412 nm, kyveta délky 1 cm
- Analytické váhy
- Odměrné baňky, pipeta, kádinky

Postup:

- připravit **standardní zásobní roztok** (0,10 mg N-NH_4^+ v 1 ml, tj. 100 mg.l^{-1}) 0,3819 g NH_4Cl předem vysušeného při 105°C se rozpustí v destilované vodě a poté doplní na objem 1 litr
- připravit **pracovní roztok** (0,004 mg N-NH_4^+ v 1 ml, tj. 4 mg.l^{-1}) 20 ml zásobního roztoku pipetovat do odměrné baňky o objemu 500 ml a doplnit destilovanou vodou po rysku a promíchat

podle rozpisu v níže uvedených tabulkách připravit roztoky o daných koncentracích amoniakálního dusíku (příslušné roztoky pipetovat do odměrné baňky o objemu 50 ml, doplnit dest. vodou po rysku, promíchat a převést do kádinky)

Tab. 1

ml prac. roztoku (4 mg.l^{-1}) v 50 ml	0	5,00		20,00	30,00		50,00
$\text{N-NH}_4^+ \text{ mg.l}^{-1}$	0	0,40	0,80	1,60	2,40	3,20	4,00

Tab. 2

ml stand. zásobního roztoku (100 mg.l ⁻¹) v 50 ml			
N-NH ₄ ⁺ mg.l ⁻¹	6,0	8,0	10,0

- k 50 ml každého roztoku přidat 0,5 ml roztoku Seignetovy soli (vinanu sodnodraselného) a směs promíchat
- přidat 1 ml Nesslerova činidla a opět promíchat (skleněnou tyčinkou)
- po přidání činidel čekat 10 minut (reakční doba)
- na spektrofotometru změřit absorbance připravených roztoků proti slepému stanovení v 1 cm kyvetě při vlnové délce 412 nm

Úkoly:

- 1) před zahájením práce vypočítat objem pracovního roztoku (v případě Tab. 1) a objem standardního zásobního roztoku (v případě Tab. 2) potřebný pro dosažení dané koncentrace – údaje doplnit do tabulky
- 2) proměřit připravenou koncentrační škálu a zjistit koncentrační rozpětí, pro které je metoda platná (tzn. rozpětí, ve kterém platí lineární závislost mezi oběma veličinami)
- 3) stanovit koncentraci amoniakálního dusíku v dodaném vzorku

Koncentrace N-NH ₄ ⁺ v mg.l ⁻¹	Absorbance
0	0
0,40	
0,80	
1,60	
2,40	
3,20	
4,00	
6,00	
8,00	
10,0	
Neznámý vzorek (neředěný)	