

HYDROCHEMIE

Stanovení celkového fosforu a rozpuštěných anorganických orthofosforečnanů absorpční spektrofotometrií po reakci s molybdenanem a redukcí askorbovou kyselinou

a) sestrojení kalibračního grafu

b) stanovení koncentrací P_{celk} a PO_4^{3-} -P v dodaných vzorcích (u analyzovaných vzorků vyjádřete, jaký podíl představuje koncentrace anorg. orthofosforečnanů z koncentrace celkového fosforu a výsledky porovnejte)

Princip metody:

Orthofosforečnany (dále jen fosforečnany) reagují v prostředí kyseliny sírové s ionty molybdenanu a vytvářejí kyselinu fosfomolybdenovou. Kyselina askorbová ji redukuje na fosfomolybdenovou modř, která se poté stanovuje fotometricky.

Pomůcky a činidla:

- dihydrogenfosforečnan draselný, standardní roztok o koncentraci $c(PO_4^{3-}) = 500 \text{ mg.l}^{-1}$
(0,7165 g KH_2PO_4 předem vysušeného při 105°C se rozpustí v destilované vodě a poté doplní na objem 1 litr.
- Phosphat-Test Spectroquant (dodávaný firmou MERCK)
- **spektrofotometr**, vlnová délka 690 nm, kruhové kyvety,
..... + další pomůcky

Postup:

- připravit stand. zásobní roztok (0,50 mg PO_4^{3-} v 1 ml, tj. 500 mg.l^{-1})
(0,7165 g KH_2PO_4 předem vysušeného při 105°C se rozpustí v destilované vodě a poté doplní na objem 1 litr.
- připravit pracovní roztok– 50x naředit stand. roztok (0,01 mg v 1 ml, tj. 10 mg.l^{-1})
10 ml standardního roztoku pipetovat do odměrné baňky o objemu 500 ml a doplnit po rysku destilovanou vodou)

Připravit kalibrační roztoky

ml prac. roztoku v 50 ml	0	0,5	2,0	5,0	10,0
$PO_4^{3-} \text{ mg.l}^{-1}$	0	0,1	0,4	1,0	2,0

- pipetovat 10 ml kalibračních roztoků do zkumavek

stejným způsobem postupovat při analýze vzorku, tzn:

- 10 ml zfiltrovaného vzorku na stanovení fosforečnanů pipetovat do zkumavky
- nebo 10 ml vzorku na stanovení celkového fosforu, předem rozloženého pomocí soupravy Crack Set 10 v termoreaktoru (*podle přiloženého Návodu na oxidační rozklad vzorku před stanovením celkového fosforu* (P_{celk}))
- přidat 10 kapek činidla $\text{PO}_4\text{-1}$ (roztok kys. sírové)
- přidat 2 modré mikrolžičky činidla $\text{PO}_4\text{-2}$, (molybdenan amonný)
- zkumavky uzavřít a intenzivně promíchat, nechat stát 5 minut
- proměřit absorbance na fotometru při vlnové délce 690 nm v kruh. kyvetě

Výsledky

a) sestrojení kalibračního grafu z dodaných hodnot

Koncentrace (čeho a jednotky)	Absorbance
0	0,000

Zde kalibrační graf – včetně lineární spojnice a rovnice regrese

b) tabulka naměřených (dodaných) hodnot absorbancí ve vlastních vzorcích a příslušné výpočty koncentrací

Závěr

a) .. byl sestrojen kalibrační graf ... (čeho),
rovnice regrese této lineární funkce je

b) výpočtem byly zjištěny koncentrace vzorků vody:
(nejlépe zpracovat do přehledné tabulky)

Např.

vzorek	P- PO_4^{3-}	P_{celk}
1 rybníční voda		
2 roztok KH_2PO_4		

c) porovnat a zdůvodnit u obou vzorků vztah mezi koncentrací $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$ (fosforu vázaného v anorganických orthofosforečnanech) a koncentrací celkového fosforu (fosforu organicky i anorganicky vázaného)