CH 2.4.a. Stanovenie dusičnanov a dusitanov vo vodách metódou prietokovej injekčnej analýzy

1. Pôvod metódy

ISO 7890-3, STN 757430

Metóda modifikovaná RNDr. Kutschyovou v ŠVPÚ Košice

2. Princíp metódy

Vzorka vody sa bez predchádzajúcej úpravy priamo dávkuje do prietokového injekčného analyzátora, sa dávkuje do prietokového injekčného analyzátora, kde sa na kadmiovej kolónke najprv dusičnany zredukujú na dusitany, ktoré potom reagujú so sulfanilamidom za vzniku diazozlúčeniny, ktorá reaguje s N-/1-naftyl/-etyléndiamíndihydrochloridom. Výsledné červené zafarbenie sa meria pri 546nm.

3. Použité prístroje

FIANAL- prietokový injekčný analyzátor

Ultrazvuk

redukčná kadmiová kolónka

4. Zoznam chemikálií

sulfanilamid p.a

N-/1-naftyl/-etyléndiamíndihydrochlorid (NEED) p.a

chlorid amónny p.a

kyselina chlorovodíková koncentrovaná

dusitan sodný p.a

dusičnan sodný p.a

síran meďnatý p.a

komplexón 3 p.a

5. Príprava štandardov a pracovných roztokov

základný roztok: 5M NH_4Cl: z neho pripraviť riedením 0,1M NH_4Cl, ktorý je nosným prúdom.

R_1:(reakčné činidlo) 5g sulfanilamidu rozpustiť v zmesi 26ml konc. kyseline chlorovodíkovej a 300ml destilovanej vody a doplniť na objem 500ml destilovanou vodou.

R_2:(reakčné činidlo) 0,5g NEED–u rozpustiť a doplniť destilovanou vodou na objem 500ml.

Všetky pripravené roztoky je potrebné prefiltrovať a uchovávať v tmavých zásobných fľašiach.

Štandardné roztoky

základný pracovný roztok: 10mg $NaNO_2$/l, a z neho pripraviť pracovné roztoky o koncentrácii 0;01; 0,05; 0,1; 0,25; 0,5; 1; 2,5; 3; 5 mg $NaNO_2$/l.

základný zásobný roztok: 5g $NaNO_3$/500 ml: z neho pripraviť zásobný roztok o koncentrácii 200mg/l, z ktorého riedením pripraviť pracovné roztoky o koncentrácii 0,1; 0,25; 0,5; 1;2,5;5;15;30; 45; 60; 75mg $NaNO_3$/l.

6. Príprava vzoriek

V prípade, ak vzorka vody je znečistená, takúto vzorku je potrebné prefiltrovať.

7. Podmienky stanovenia

vlnová dĺžka : 546nm

reakčný čas: 60s (dusičnany), 25s (dusitany)

injekčný čas: 25s (dusičnany), 10s (dusitany)

predčerpávací čas: 10s (dusičnany), 5s (dusitany**)**

objem vzorky 100µl

8. Meranie

Do nosného prúdu pridávať vzorku a postupne ďalšie činidlá. Počas pohybu zóny vzorky prietokovým systémom dochádza k jej premiešavaniu s pridávanými činidlami. Výsledkom analýzy sú ostré píky, ktorých výška je mierou koncentrácie dusitanov. Na stanovenie koncentrácie dusičnanov do meracieho systému zapojiť kadmiová kolónka.

9. Kalibrácia a vyhodnotenie

Zo štandardných roztokov sa zostrojí kalibračná krivka a hodnota dusitanov a dusičnanov je priamo odčítaná z kalibračnej krivky. Výsledná koncentrácia dusičnanov sa vypočíta ako rozdiel dusičnanov po redukcii a zmeraných dusitanov bez redukcie. Výsledky sú uvádzané ako mg $NaNO_2$/l, resp. ako mg $NaNO_3$/l.