

2. VAJA: SPEKTROFOTOMETRIJA

1. NALOGA

1.1. Z uporabo molekularne spektrofotometrije smo skušali ugotoviti, koliko nitrita vsebuje vzorec. Najprej je bilo potrebno določiti umeritveno krivuljo nitrita. Isto količino reagentov, kot smo jih dodali standardni raztopini nitrita, smo dodali tudi našemu vzorcu. Nato smo s spektrofotometrom izmerili absorbanco standardne raztopine ter absorbanco vzorca. Iz absorbance standardne raztopine nitrita pri različnih količinah (1, 2, 3, 5, 10 ml) smo narisali umeritveno krivuljo, s pomočjo katere moramo določiti koncentracijo nitrata v našem vzorcu.

1.2. S pomočjo hitrih testov lahko v vodi določimo koncentracije ionov amoniaka, nitrata, fosfata ter sulfata. Vsi testi imajo točno določen postopek, po katerem se izvaja analiza, da so rezultati pravilni, med seboj pa so si različni. Vsak test vsebuje različne reagente, s katerimi dokazujemo iskane ione.

2. OPIS VZORCA

2.1. Vzorec št.3 je bil brez barve in vonja

2.2. Vzorec je bil brez barve in vonja.

3. OPIS DELA

3.1. Izvajali smo dve paralelni meritvi (vsak), eno s standardno raztopino nitrita, drugo pa z vzorcem.

V prvo smo odpipetirali 25 ml vzorca, nato dodali 2 ml sulfanilne kisline ter počakali 5 minut. Nato smo dodali še 2 ml α -naftilamina in 2 ml natrijevega acetata ter do 250 ml oznake bučko napolnili z očetno kilsino. Počakali smo še 10 minut in izmerili absorbanco raztopini z našim vzorcem.

Hkrati smo pripravili pet 50 ml bučk s standardnimi raztopinami nitrita, s po 1, 2, 3, 5 in 10 ml raztopine. V vse bučke smo dodajali enake reagente kot pri našem vzorcu. Najprej smo dodali 2 ml sulfanilne kisline, počakali 5 minut. Nato smo dodali še 2 ml α -naftilamina in 2 ml natrijevega acetata ter do 250 ml oznake bučko napolnili z očetno kilsino. Po 10 minutah smo tudi tem raztopinam izmerili absorbanco in glede na rezultate izdelali umeritveno krivuljo. Na podlagi te krivulje smo lahko določili koncentracijo nitrita v našem vzorcu.

3.2. Dobili smo bučke z vzorci, ki smo jih razredčili do 250-mililitrske oznake.

Dokaz amonijaka: v 2 valjčka smo nalili po 5 ml našega vzorca ter jih postavili na

mesti A in B. V valj B smo dodali 10 kapljic reagenta $\text{NH}_4\text{-1}$ ter premešali. Nato smo dodali 1 žličko reagenta $\text{NH}_4\text{-2}$ ter raztopino spet premešali in počakali 5 minut. Potem smo raztopini B dodali še 4 kapljice reagenta $\text{NH}_4\text{-3}$, počakali 7 minut ter stojalce z raztopino A in B premikali po primerjalni lestvici toliko časa, dokler se barvi obeh vzorcev nista ujemali.

Dokaz sulfata: valj smo do 20 ml dopolnili z vzorcem. Nato smo vanj počasi dodali 10 kapljic reagenta $\text{SO}_4\text{-1}$ ter raztopino premešali. Dodali smo še 1 žličko reagenta $\text{SO}_4\text{-2}$ ter ga z rahlim mešanjem stopili, tako da je raztopina postane motna. Po 1 minuti smo raztopino iz valja prelili v merilno epruveto, ki ima na dnu križec. Vzorec smo opazovali z vrha, glede na motnost križca oz. ko je križec izginil, smo odčitali koncentracijo.

Dokaz nitrata: 2 valja smo zopet napolnili s 5 ml vzorca ter ju postavili na mesti A in B. Vzorcju B smo dodali 5 kapljic reagenta $\text{NO}_3\text{-1}$, ga premešali, nato dodali 1 žličko reagenta $\text{NO}_3\text{-2}$ ter takoj začeli mešati 1 minuto. Po 5 minutah smo stojalce z raztopinama premikali po primerjalni lestvici toliko časa, dokler se barvi obeh raztopin nista ujemali.

Dokaz fosfata: 2 valja smo zopet napolnili s 5 ml vzorca ter ju postavili na mesti A in B. Vzorcju B smo dodali 6 kapljic reagenta $\text{PO}_4\text{-1}$, ga premešali, nato dodali 6 kapljic reagenta $\text{PO}_4\text{-2}$ ter zaprli valj ter premešali. Po 10 minutah smo primerjali barvi vzorcev s primerjalno lestvico in vzorcju določili koncentracijo fosfatnih ionov.

4. MERITVE (REAKCIJE)

4.1.

Absorbanco smo merili pri spektru: 531,9 nm.

Vrednost absorbance pri standardni raztopini nitrita: **0,0170**

Vrednost absorbance pri vzorcju: **0,1311**

Na podlagi ostalih meritev (drugih skupin), smo iz rezultatov absorbanc standardnih raztopin izdelali umeritveno krivuljo. Tabela z vsemi izmerjenimi absorbancami, ter izračunano \bar{A} :

Volumen standardne raztopine nitrita [ml]	koncentracija v bučkah [$\mu\text{g/ml}$]	Absorbanca	\bar{A}
1	0,02	0,0047 0,0095	0,0071
2	0,04	0,0134 0,0170	0,0152
3	0,06	0,0191 0,0343	0,0191
5	0,1	0,0392 0,0407	0,0399

10

0,2

0,0898 0,0914 0,0906

Umeritvena krivulja:

4.2.

Amonijevi ioni: nad 3 mg/l (temno zelena barva raztopine)

Sulfatni ioni: pod 25 mg/l (X v epruvetki ni izginil)

Nitratni ioni: 20 mg/l (rumena barva raztopine)

Fosfatni ioni: 3 mg/l (modra barva raztopine)

5. RAČUN, REZULTAT

5.1.

Enačba premice na grafu: $y = 0,4708x - 0,0052$; $R^2 = 0,9928$

y.. absorbanca

x.. koncentracija

Izmerjena absorbanca vzorca: 0,1311

$0,1311 = 0,4708x - 0,0052$

$$x = \frac{(0,1311 + 0,0052)}{0,4708}$$

$X = 0,289507 \mu\text{g/ml}$ (25 ml)

50 ml : $c = 0,289507 * 2 = 0,579014 \mu\text{g/ml}$

100 ml vzorca: $c = 0,579014 * 100 = 57,9014 \mu\text{g/ml}$

c (nitrit) = $57,9014 \mu\text{g} * 10^{-3} = \mathbf{0,0579014 \text{ mg/ml}}$ → $m = 0,0579014 \text{ mg}$

5.2.

c (NH_4^+) > **3 mg/l**

c (SO_4^{2-}) < **25 mg/l**

c (NO_3^-) = **20 mg/l**

c (PO_4^{3-}) = **3 mg/l**

6. KOMENTAR

6.1. Izmerili smo po 2 absorbanci standardnih raztopin nitrita za vsak volumen (1, 2, 3, 5 in 10ml), zato smo za umeritveno krivuljo vzeli povprečno vrednost absorbanc obeh meritev. Izmerjena vrednost pri 3 ml (0,0343) je izstopala, zato smo to vrednost zanemarili. Na vajah smo zrisali graf in dobilo eno enačbo premice, na mojem grafu pa je ena vrednost upoštevana bolj natančno, zato se enačba nekoliko razlikuje. Izračunana koncentracija nitrita v mojem vzorcu je 0,0579014 mg/ml.

6.2. Z uporabo hitrih testov sem v svojem vzorcu (št. 3) dokazala prisotnost vseh ionov, razen sulfatnih ionov, katerih je premalo, da bi jih z uporabo hitrega testa dokazala. Za dokaz prisotnosti SO_4^{2-} bi morala uporabiti kakšen drug način. Koncentracija ostalih ionov je zadostna, da lahko rečemo, da moj vzorec vode vsebuje amonijeve, nitratne ter fosfatne ione.