Stanovení celkového N

(komerční semimikrometoda 14763)

Princip: Metoda je založena na převedení všech forem dusíku na dusičnany metodou dle Koroleffa se spektrofotometrickou koncovkou.

Použití: Metoda je použitelná pro stanovení celkového dusíku u všech typů vod v rozmezí 10-150 mg .l^{-1} N.

Činidla:

l. Reagenční varné zkumavky s H_2SO_4 označené N 14763
2. Reagent N-1K
2. Reagent N-2K
2. Reagent N-3K

Postup: Do **prázdné** zkumavky se šroubovým uzávěrem se odpipetuje 1,0 m1 vzorku vody, přidáme 9 ml destilované vody a obsah promícháme. Poté se přidá 1 odměrka reagentu **N-1K** a 6 kapek reagentu **N-2K**. Zkumavka se pevně uzavře šroubovým uzávěrem a směs se důkladně promíchá. Zkumavka se a pak se vloží do mineralizačního boxu a zahřívá se jednu hodinu při teplotě 120 °C. Po vytažení z mineralizačního boxu se zkumavka cca každých 10 minut promíchá. Po dokonalém vychladnutí (chladnutí se nesmí urychlovat např. ve studené vodě) na teplotu laboratoře (20-25 °C) odebereme 1,0 ml takto upraveného čirého vzorku (v případě zákalu nutno filtrovat) a velice opatrně ho přidáme do reakční zkumavky s kyselinou sírovou (14763 N). Směs se nesmí míchat!!! Následně se přidá 1,0 ml reagentu **N-3K.** Dojde k intenzivnímu zahřátí zkumavky!!!**.** Zkumavka se uzavře šroubovým uzávěrem a směs se intenzivně míchá až do rozpuštění přidaného reagentu. Zkumavka musí min. 10 minut stát a poté se změří absorbance na spektrofotometru firmy WTW PhotoLab Spektral. Zbarvení je stálé min. 30 minut. Zkumavka musí být před vložením do spektrofotometru důkladně očištěna.

POZOR!!!

Při zahřívání reakční směsi na teplotu 120 °C je ve zkumavkách přetlak 0,1 MPa. Proto zkumavky pro tuto práci nesmějí mít vady ve skle ani praskliny. Otvírat zkumavky po oxidaci je dovoleno až po vychladnutí obsahu, jinak by mohl horký roztok ze zkumavky "vystřelit" !