

# Stanovení celkového P

(modifikace)

Podstata stanovení: Oxidací peroxodisíranem v prostředí kyseliny sírové se rozloží organické sloučeniny fosforu a hydrolyzují všechny polyfosforečnany. Vzniklé orthofosforečnany reagují v prostředí kyseliny sírové za katalytického účinku antimonytých iontů s molybdenanem amonným. Redukcí kyselinou askorbovou vzniká fosfomolybdenový modrý roztok vhodný k spektrofotometrickému stanovení.

Použití: Metoda je bez ředění použitelná pro stanovení celkového fosforu u všech typů vod v rozmezí 0,02-1 mg .l<sup>-1</sup> P.

## Činidla:

(1) **Kyselina sírová, roztok:**  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 9 \text{ mol/l}$

Do dvoulitrové kádinky se odměří (500±5) ml vody. Za neustálého míchání a chlazení se opatrně přilévá (500±5) ml kyseliny sírové,  $\rho = 1,84 \text{ g/l}$ . Směs se důkladně promíchá a ochladí na teplotu laboratoře.

(2) **Kyselina sírová, roztok:**  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$

Do litrové kádinky se odměří (500±5) ml vody. Za neustálého míchání a chlazení se opatrně přilévá (111±0,5) ml kyseliny sírové ad (1) 9 mol/l. Směs se ochladí na teplotu laboratoře, doplní na 1 litr a důkladně promíchá.

(3) **Peroxodisíran draselný:** roztok

Ke (100±5) ml vody se přidá (5±0,1) g peroxodisíranu draselného ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ) a směs se míchá do rozpuštění. Uchovává se v lahvi z hnědého skla a v chladu, vydrží cca 1 měsíc.

(4) **Hydroxid sodný, roztok:**  $c(\text{NaOH}) = 6 \text{ mol/l}$

Ve vodě se rozpustí (240±1) g hydroxidu sodného, roztok se ochladí a objem se doplní vodou na 1 l. Uchovává se v polyethylenové láhvi.

(5) **Kyselina askorbová, roztok:** 100 g/l

Ve (100±5) ml vody se rozpustí (10±0,5) g kyseliny askorbové. Roztok není stálý, lze jej používat tak dlouho, dokud je bezbarvý.

(6) **Molybdenan, kyselý roztok:** roztok II

Ve (100±5) ml vody se přidá (230±0,5) ml kyseliny sírové ad (1) 9 mol/l a roztok se ochladí. Ve (100±5) ml vody se rozpustí (13±0,5) g tetrahydrátu heptamolybdenanu amonného  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ . Tento roztok se přidá k roztoku kyseliny a vše se dobře promíchá. Ve (100±5) ml vody se rozpustí (0,35±0,05) g hemihydrátu vinanu antimonyl draselného  $[\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}]$ . Roztok se přidá ke kyselému roztoku molybdenanu a vše se dobře promíchá. Roztok je stálý přibližně 2 měsíce, je-li uchován v láhvi z hnědého skla a v chladu.

**Postup:** Do reagenční zkumavky se šroubovým uzávěrem se přidá 0,5 ml 1M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  a poté se přidá 5,0 ml vzorku zkoumané vody a vše se promíchá. Dále se přidá 0,5 ml peroxodisíranu draselného. Zkumavka se pevně uzavře šroubovým uzávěrem a směs se důkladně promíchá. Zkumavka se a pak se vloží do mineralizačního boxu a zahřívá se 30 minut při teplotě 120 °C. Po dokonalém vychladnutí (chladnutí se nesmí urychlovat např. ve studené vodě) na teplotu laboratoře (15-30 °C) se přidá 0,5 ml NaOH (6 mol/l) a zkumavka se zamíchá. Následně přidáme 0,5 ml kyseliny askorbové a 1 ml molybdenanu amonného. Zkumavka se uzavře šroubovým uzávěrem a směs se opět zamíchá. Zkumavka musí min. 20 minut stát a poté se změří absorbance na spektrofotometru firmy WTW PhotoLab Spektral. Zbarvení je stálé min. 60 minut. Zkumavka musí být před vložením do spektrofotometru důkladně očištěna!!!

### **Výpočet:**

Hmotnostní koncentrace fosforu ve vzorku, vyjádřená jako P v mg/l se určí z kalibrační závislosti s přihlédnutím k případnému ředění vzorku před vlastním stanovením.

### **Poznámka**

Pro přesné stanovení především nižších hodnot celkového fosforu je nutné provádět i slepé stanovení s destilovanou vodou a výsledky korigovat. Používané laboratorní nádobí musí být důkladně vyčištěno bez stop čisticích prostředků! Je doporučeno vždy provádět min. tři stanovení zkoumaného vzorku a výsledky zprůměrovat.