



Standardní operační postup - SOP 01

Stanovení amoniaku v odpadních vodách (MERCK)



Předmět SOP

Tento SOP určuje postup metody pro stanovení amoniaku v odpadních vodách pomocí reagenčního testu spektrofotometricky.

Princip metody

Amoniakální dusík ($\text{NH}_4\text{-N}$) se vyskytuje částečně ve formě amoných iontů a částečně jako amoniak. Mezi těmito formami existuje rovnováha závislá na hodnotě pH. V silně alkalických roztocích je $\text{NH}_4\text{-N}$ přítomný téměř výhradně jako amoniak, který reaguje s chlornany a vzniká monochloramin. Ten dále reaguje s thymolem a vzniká modrý indofenol → stanovení fotometricky (spektrofotometr Spectroquant NOVA 60).

Rozsah měření

2 – 75 mg/l $\text{NH}_4\text{-N}$ (2,6 – 96,6 mg/l NH_4^+)
nebo 5 – 150 mg/l $\text{NH}_4\text{-N}$ (6 – 193 mg/l NH_4^+)

Bezpečnostní opatření

Při hodnocení vzorků je nutno dodržovat bezpečnostní opatření. Vzhledem k manipulaci s chemikáliemi je nezbytné použití ochranných pomůcek a rukavic.

Příprava vzorků

- analyzovat co nejdříve po provedení odběru vzorků
- hodnota pH vzorku musí být v rozsahu 4 - 13 (v případě potřeby upravit pH roztokem hydroxidu sodného nebo kyselinou sírovou)
- zakalené vzorky přefiltrovat

Postup metody

- k pipetování používáme nastavitelné automatické pipety s jednorázovými špičkami o objemu 5000 μl (5 ml), 1000 μl (1 ml), případně o menším objemu
- vzorky s přidanými reagenциemi energicky promícháváme na el. míchadle vortex
- jako blank použijeme destilovanou, příp. deionizovanou vodu

Měření v rozsahu 2,0 – 75 mg/l NH₄-N (2,6 – 96,6 mg/l NH₄⁺)

	Měřený vzorek	Blank	
Činidlo NH ₄ -1	5 ml	5 ml	Pipetujte do prázdné testovací zkumavky se šroubovacím uzávěrem.
Upravený vzorek (20-30 °C)	0,2 ml (0,1 ml)*	-	Přidejte a promíchejte.
Destilovaná voda (20-30 °C)	-	0,2 ml (0,1ml)*	Přidejte a promíchejte.
Činidlo NH ₄ -2	1 zarovnaná modrá mikrolžička**	1 zarovnaná modrá mikrolžička**	Přidejte a promíchejte, dokud se činidlo zcela nerozpustí.
Nechte stát po dobu 15 minut .			

*Takové množství vzorku přidáváme v případě měření v rozsahu 5 – 150 mg/l NH₄-N (6 – 193 mg/l NH₄⁺). Zbytek postupu zůstává nezměněn.

**Součástí víčka lahvičky činidla.

Měření

- hodnota pH měřeného roztoku musí být v rozmezí 11,5 – 11,8 (zkontrolujte pH papírkem)
- do spektrofotometru Spectroquant NOVA 60 vložíme AutoSelector (nachází se na něm čárový kód dané metody → metoda se automaticky načte, nemusí se nic ručně zadávat)
- přelijte vzorek i blank do 10 mm hranaté kyvety (každý vzorek se měří vždy 2x)
- kyveta musí být vždy čistá a suchá → otřít povrch hadříkem/buničinou
- zakalení roztoku → falešně vysoké hodnoty
- barva měřeného roztoku zůstává stabilní minimálně 60 minut po ukončení reagenční doby
- kyvetu se vzorkem vložíme do spektrofotometru tak, aby paprsek procházel její průhlednou částí
- spektrofotometr vyhodnotí koncentraci měřené látky v jednotkách mg/l
- pokud koncentrace amoniaku přesáhne 2500 mg/l, mohou vznikat jiné reakční produkty a výsledkem mohou být chybné nízké výsledky → doporučuje se provést test hodnověrnosti naměřených výsledků pomocí zředěného vzorku (1:10, 1:100)



AUTOSELECTOR



HRANATÁ KYVETA