

Nitrition fotometriás meghatározása szulfanilsavas α -naftilaminnal

A nitritionok az ammóniumionok mikrobiológiai oxidációjával, vagy nitrácionok redukációjával keletkeznek. Nitritionok jelenléte az ivóvízben fekáliás szennyeződésre utal. A felszíni vizekben a nitritek gyorsan oxidálódnak nitrátokká. Mennyiségük általában 0.001 és 0.1 mg/dm³ között változik. Magasabb nitrition-tartalom néhány ipari szennyvízben és házi szennyvízben a biológiai tisztítás után fordulhat elő.

A nitrition meghatározását az ivó-, a felszíni és a szennyvizekben egyaránt fotometriásan szulfanilsavas α -naftilamin reagenssel végezzük.

A bomlékony nitritionokat közvetlenül a mintavétel után kell meghatározni. Ha ez nem lehetséges, akkor a vízmintát vegyszeres kezeléssel tartósítjuk, vagy 3-4 °C-on tároljuk.

Az eredményeket g/dm³-ben és mol/dm³-ben adjuk meg.

$$1 \text{ g/dm}^3 \text{ NO}_2^- = 0.02174 \text{ mol/dm}^3 \text{ NO}_2^-.$$

1. A nitrit ionok kimutatása

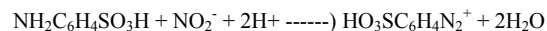
Azt, hogy a mintánk tartalmaz-e számottevő mennyiségben NO₂⁻ ionokat, a kvantitatív mérések megkezdése előtt a következőképpen ellenőrizzük:

10 ml mintához hozzáadunk 1 ml szulfanilsav és 1 ml α -naftilamin oldatot. (Az oldatok készítését ld. később.) Nitrition jelenlétében rózsaszínű vagy vöröses-ibolya elszíneződés tapasztalható.

A reakció érzékenysége kb. 0.01 mg/dm³ NO₂⁻.

A nitrition szulfanilsavas α -naftilaminnal történő fotometriás meghatározásának elvi alapja a következő:

A nitritionok reagálnak a szulfanilsavval, és diazónium só keletkezik. Ez csak savas körülmények között játszódik le, a következő egyenlet szerint:



A diazónium kation kapcsolódik az α -naftilaminnal és vöröses-ibolya színű azoszínézék keletkezik.

A szín intenzitása arányos a nitrition koncentrációval. A reakció nagymértékben függ a pH-tól.

A minta hígítása nélkül vizuálisan 0.002-0.025 mg/dm³, fotométerrel 0.001-0.6 mg/dm³ NO₂⁻ tartalmat lehet meghatározni kb. \pm 0.002 mg/dm³ pontossággal.

2. Eszközök, vegyszerek

- | | | |
|----|---|--|
| 1. | Fotométer | 520 nm hullámhosszon |
| 2. | Szulfanilsav, kb. 0,6 % oldat | 6 g szulfanilsavat 750 ml forró desztillált vízben oldunk, majd 250 ml jégecetet adunk hozzá. |
| 3. | α -naftilamin, kb. 0.6%-os oldat | 1.2 g α -naftilamint oldunk desztillált vízben, hozzáadunk 50 ml jégecetet és az oldatot desztillált vízzel 200 ml-re töltjük fel. Idővel az oldat zavarossá válik, amelyet desztillált vízzel átmosott vattán kell szűrni. Az oldat kb. 2-3 hónapig tárolható. |
| 4. | Nátrium-nitrit törzsoldat | a.) törzsoldat I.: 105°C-on szárított 0.1497 g NaNO ₂ -t desztillált vízben oldunk 1 dm ³ -re. Az oldatot 1 ml kloroformmal konzerváljuk és hidegen kb. 1 hónapig tárolhatjuk. 1ml 0.1 mg NO ₂ ⁻ -t tartalmaz.
b.) Törzsoldat II.: 100 ml törzsoldat I.-et desztillált vízzel 1 dm ³ -re hígítunk. Az oldatot mindig frissen készítjük. 1ml 0.01 mg NO ₂ ⁻ -t tartalmaz.
c.) Törzsoldat III.: 50 ml törzsoldat I.-et desztillált vízzel 1 dm ³ -re hígítunk. Az oldatot mindig frissen készítjük. 1ml 0.0005 mg NO ₂ ⁻ -t tartalmaz. |

3. A meghatározás menete

A vizsgálatokat a kalibrációs görbe felvételével kezdjük. Oldatsorozatot készítünk a 0.0 – 0.6 mg/dm³ NO₂⁻ koncentráció határok között. A megfelelő mennyiségű III. törzsoldatot 50 ml-es mérőlombikokba mérjük és desztillált vízzel 50 ml-re töltjük fel.

A mintákhoz 1 ml szulfanilsav oldatot adunk. Ha az eredeti minta színes, vagy zavaros, lemérjük az extinkcióját, amelyet a mérési eredmény extinkciójából levonunk. 5 perc állás után hozzáadunk 1 ml α -naftilamin oldatot, összekeverjük, majd 40 perc múlva fotometreljük. Az abszorpciós spektrumokat 24000 cm⁻¹-től 16000cm⁻¹-ig regisztráljuk.

A spektrumok felvétele után leolvassuk a maximumhoz tartozó extinkció értékeket. Az extinkció értékéből levonjuk a vakpróba extinkcióját. A vakpróba elkészítése mindenben megegyezik a fent leírt eljárással, csak a vízminta helyett desztillált vizet használunk.

A mérések alapján Excel program segítségével ábrázoljuk az extinkció-koncentráció, ill. koncentráció-extinkció függvényeket. Utóbbi esetben a mérési pontokra egyenest illesztünk, és a későbbiek során ezzel számítjuk ki az ismeretlen oldatok koncentrációit.

A következőkben a fentiek szerint megmérjük a három ismeretlen vízminta abszorpciós spektrumát és kiszámítjuk a koncentrációkat.

A rézionok zavaró hatásának tanulmányozása céljából 5 db 50 ml-es mérőlombikba 40-40ml törzsoldat II.-t mérünk. Minden oldathoz a gyakorlatvezető által kiadott, réz(II) ionokat tartalmazó oldatból rendre 2,4,6,8,10 ml-t mérünk, majd a lombikokat jelre töltjük. A fentiek szerint megmérjük az abszorpciós spektrumokat.

Az eredményeket táblázatba foglaljuk. Az eredményeket g/dm³-ben és mol/dm³-ben adjuk meg.

4. Zavaró hatások

A meghatározást zavarják a lebegő anyagok és a zavarosság, ezért a vizet az elemzés előtt szűrni kell. Kolloid anyagokat tartalmazó szennyvizeknél alumínium-hidroxidos derítést alkalmazunk. E célból 100 ml mintához kb. 0.5 g aktív szenet, 1 ml 12.5 %-os kálium-alumínium-szulfát oldatot adunk és ammonium-hidroxiddal a pH-t 5.8-ra állítjuk be. Felrázás után a mintát ülepedni hagyjuk, majd „kékcsikos” száraz szűrőpapíron szűrjük. A derítést 100 ml mintához adott 2 ml alumínium-hidroxid szuszpenzióval is elvégezhetjük.

Erősen oxidáló, vagy redukáló anyagok is zavarhatják a meghatározást.

A háromvegyértékű vas, a kétvegyértékű higany, az ezüst, a bizmut, a háromvegyértékű antimon, az ólom, a háromvegyértékű arany, a kloroplatinátok és a metavanadátok kiválásukkal zavarják a meghatározást, ezek hatását hígítással lehet kiküszöbölni.

A kétvegyértékű réz csökkenti az eredményeket, mert katalizálja a diazotált szulfanilsav bomlását. Jelenlétében a mintát ugyancsak hígítani kell. A meghatározást zavarja a víz színe, amelyet úgy küszöbölünk ki, hogy vakpróbának olyan eredeti vízmintát használunk, amelyhez csak szulfanilsav oldatot adtunk.