



## Standardní operační postup - SOP 02

### Stanovení amoniaku v povrchových vodách (MERCK)



#### Předmět SOP

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

#### Princip metody

Amoniakální dusík ( $\text{NH}_4\text{-N}$ ) se vyskytuje částečně ve formě amonných 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 chlornanem a vzniká monochloramin. Ten dále reaguje s thymolem a vzniká modrý indofenol → stanovení fotometricky (spektrofotometr Spectroquant NOVA 60).

**Rozsah měření** 0,05 – 3,00 mg/l  $\text{NH}_4\text{-N}$  (0,06 – 3,86 mg/l  $\text{NH}_4^+$ )

#### 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  $\mu\text{l}$  (5 ml) a 1000  $\mu\text{l}$  (1 ml)
- vzorky s přidanými reagenциemi energicky promícháváme na el. míchadle vortex
- jako blank použijeme destilovanou, příp. deionizovanou vodu

	Měřený vzorek	Blank	
Upravený vzorek (20-30 °C)	5 ml	-	Pipetujte do prázdné testovací zkumavky se šroubovacím uzávěrem.
Destilovaná voda (20-30°C)	-	5 ml	Pipetujte do prázdné testovací zkumavky se šroubovacím uzávěrem.
Činidlo NH <sub>4</sub> -1 (20-30°C)	0,6 ml	0,6 ml	Přidejte a promíchejte.
Činidlo NH <sub>4</sub> -2	1 zarovnaná modrá mikrolžička*	1 zarovnaná modrá mikrolžička*	Přidejte a promíchejte, dokud se činidlo zcela nerozpustí.
<b>Nechte stát po dobu 5 minut.</b>			
Činidlo NH <sub>4</sub> -3	4 kapky**	4 kapky**	Přidejte a promíchejte.
<b>Nechte stát po dobu 5 minut.</b>			

\*součástí víčka lahvičky činidla

\*\* lahvička s kapátkem musí být držena ve svislé poloze

## Měření

- hodnota pH měřeného roztoku musí být cca 12,5 (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 100 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