



Uniwersytet
Gdański



Monitoring Środowiska



Katedra Analizy Środowiska

Instrukcja do ćwiczeń laboratoryjnych

Ćwiczenie 1

Oznaczanie różnych form azotu w próbkach wody powierzchniowej i wody pitnej metodami spektrofotometrycznymi



Monitoring Środowiska

Oznaczanie różnych form azotu w próbkach wody powierzchniowej i wody pitnej metodami spektrofotometrycznymi

1. Wprowadzenie

1.1. Aparaty przenośne do badania jakości wód

Istotna w badaniach kontrolnych wody jest jakość uzyskiwanych wyników analitycznych, która często związana jest z reprezentatywnością pobranej próbki wody. Dlatego też w monitoringu jakości wody istnieje potrzeba stosowania polowych (przenośnych) przyrządów kontrolno-pomiarowych, za pomocą których można w prosty i szybki sposób ocenić jakość wody w miejscu pobrania próbki. Unika się w ten sposób konieczności przewożenia próbek wody i ich przechowywania, kiedy to bardzo często zachodzą procesy zmieniające skład wody (w efekcie analizy nie są wiarygodne). Wykorzystanie instrumentów przenośnych stanowi jeden z trendów rozwojowych analityki zanieczyszczeń środowiska. Są one uzupełnieniem przyrządów laboratoryjnych. Cechują się:

- odpowiednim zakresem stężeń oznaczanych substancji – zgodnym z normami dla danych analitów;
- określoną dokładnością i precyzją pomiarów;
- jasno określonym wpływem substancji przeszkadzających na wskazania przyrządu, co ma szczególne znaczenie w przypadku analizy ścieków, gdzie substancje przeszkadzające występują w dużych stężeniach i mogą istotnie zmienić wynik oznaczenia;
- prostym i szybkim sposobem wykonania pomiaru (metody bezpośrednie – gdy np. sondę zanurza się w toni wodnej i odczytuje wynik pomiaru oraz metody pośrednie – gdy do pobranej próbki dodaje się odczynnik i po pewnym czasie dokonuje się odczytu wskazań przyrządu).

1.2. Zastosowanie szybkich testów kuwetowych i pasków testowych w monitoringu jakości wód

Składniki obecne w wodzie są często z natury bezbarwne lub też występują w tak małym stężeniu, że do ich wykrycia konieczne jest przeprowadzenie reakcji badanego składnika z dodatkowym odczynnikiem, dzięki czemu powstaje związek barwny. Koszty jak i czas tak przeprowadzanej analizy można zredukować poprzez zastosowanie gotowych odczynników, tzw. testów kuwetowych lub pasków testowych.



Monitoring Środowiska

Oznaczanie różnych form azotu w próbkach wody powierzchniowej i wody pitnej metodami spektrofotometrycznymi

Paski testowe – stosowane są do analiz próbek o różnych zakresach stężeń (mg/l i g/l) jako narzędzie do szybkiego sprawdzenia składu próbki, bez konieczności korzystania z czasochłonnych i drogich procedur analitycznych. Paski testowe nasyczone są substancją, która reaguje z analitem, dając barwny produkt. Pasek zanurza się na określony czas do próbki badanej a następnie porównuje barwę paska ze skalą barw, odpowiadającą określonym stężeniom analitu.

Testy kuwetowe – stosowane są również do przeprowadzania barwnych reakcji, a charakteryzują się tym, że kuweta może być jednocześnie naczyniem pomiarowym i reakcyjnym. Po wprowadzeniu do kuwety odpowiedniej ilości próbki i odczynnika, dochodzi w niej do reakcji barwnej. Intensywność barwy mierzona jest fotometrycznie. Krzywe wzorcowe, czyli zależność absorbancji mieszaniny reakcyjnej od stężenia analitu, mierzone fotometrycznie, są kodowane w mikroprocesorach przyrządów. Po wstawieniu kuwety z mieszaniną reakcyjną do spektrofotometru następuje pomiar a wskazania wyświetlane są najczęściej bezpośrednio w jednostkach stężenia. Testy kuwetowe dostępne są dla niemal wszystkich parametrów analityki wody pitnej i ścieków. Do zalet tych testów w porównaniu z konwencjonalnymi metodami fotometrycznymi należy zaliczyć:

- używanie gotowych odczynników,
- niewielkie zużycie odczynników (co wpisuje się w zasady Zielonej Chemii),
- długi okres trwałości gotowych odczynników do testów,
- wyeliminowanie konieczności wyznaczania krzywej wzorcowej,
- brak konieczności posiadania innego wyposażenia jak np. wagi analitycznej,
- duża szybkość przeprowadzania pomiarów.

1.3. Zapewnienie jakości wyników analitycznych

Wszelkie wyniki analityczne uzyskiwane w każdym laboratorium muszą być traktowane jako pewne i powtarzalne, dlatego też istnieje konieczność prowadzenia wewnętrznej kontroli jakości pomiarów. Podczas wykonywania testów kuwetowych ważne jest, by po każdym zastosowaniu odczynników przeprowadzić kontrolę krzywej wzorcowej za pomocą jednego lub kilku roztworów standardowych. Obecnie firmy zajmujące się produkcją wysoko wyspecjalizowanych szybkich testów kuwetowych oferują kompletne zestawy stabilnych, wieloparametrowych roztworów odniesienia do zapewnienia dobrej jakości przeprowadzanych pomiarów. Są one optymalnym rozwiązaniem do sprawdzenia całego systemu: od pojedynczych zestawów testowych, poprzez



Monitoring Środowiska

Oznaczanie różnych form azotu w próbkach wody powierzchniowej i wody pitnej metodami spektrofotometrycznymi

urządzenia pomiarowe, na indywidualnych procedurach pomiarowych kończąc. Przy pomocy dwóch gotowych do użycia roztworów wieloskładnikowych, o ściśle określonej zawartości porównuje się wartości zmierzone z oczekiwanymi. Umożliwia to określenie błędów systematycznych i losowych, a także błędów zależnych od próbki. Błędy systematyczne i losowe określa się używając gotowego roztworu wzorcowego. Możliwy wpływ na wynik wywierany przez inne substancje zawarte w próbce (wpływ matrycy) rozpoznaje się mierząc próbkę po domieszkowaniu jej roztworem dodatkowym.

1.4. Formy azotu w próbkach wodnych

Zawartość azotu ogólnego w próbkach wodnych jest sumą następujących jego form:



N_{og} - azot ogólny

$N_{\text{NH}_4^+}$ - azot amonowy (amoniak i jego sole)

$N_{\text{NO}_2^-}$ - azot w postaci azotynów (azotanów (III))

$N_{\text{NO}_3^-}$ - azot w postaci azotanów (azotanów (V))

N_{org} - azot związany ze związkami organicznymi (z aminokwasów, mocznika, amin itp.)

Istnieje również pojęcie azotu Kjeldahla. Jest to suma azotu amonowego oraz organicznego. Oznacza się go poprzez rozkład związków organicznych w stężonym kwasie siarkowym wobec siarczanu rtęci jako katalizatora.

Azot amonowy

Azot amonowy występujący w wodach powierzchniowych pochodzi z biochemicznego rozkładu materii organicznej (zarówno roślinnej i zwierzęcej). Antropogenicznym jego źródłem są zrzuty ścieków komunalnych lub przemysłowych (np. z koksowni) oraz spływy nawozów amonowych z pól. W wodach silnie zanieczyszczonych amoniak pochodzi także z biochemicznego procesu redukcji azotanów w warunkach beztlenowych. W wodach podziemnych również może występować amoniak, na skutek redukcji azotanów i azotynów przez związki redukujące, jak siarkowodór czy piryt (właściwie żelazo). Amoniak jest związkiem niepożądanym w wodach użytkowych, gdyż utrudnia jej chlorowanie i zwiększa korozję rur. Z punktu widzenia sanitarnego jest on wraz z jego pochodnymi potencjalnie szkodliwy, także w związku z wytwarzaniem warunków beztlenowych (konsumpcji tlenu), co stwarza korzystne warunki dla bytowania bakterii beztlenowych. Poza tym, pogarsza smak i zapach wody. Podczas



Monitoring Środowiska

Oznaczanie różnych form azotu w próbkach wody powierzchniowej i wody pitnej metodami spektrofotometrycznymi

chlorowania wody mogą z niego powstać groźne chloroaminy. Norma jonu amonowego w wodzie pitnej to 0,5 mg NH₄/dm³, natomiast azotu amonowego to 0,38 mg N-NH₄/dm³. Oznaczenie amoniaku należy wykonać tuż po pobraniu wody, ponieważ szybko się z wody ulatnia.

Pozostałe formy azotu zostały opisane w opracowaniu „Monitoring jakości wody”.

1.5. Oznaczanie azotu całkowitego

Organiczne i nieorganiczne związki azotu są zgodnie z metodą Koroleff'a przekształcane do azotanów. Badaną próbkę poddaje się działaniu czynnika utleniającego przy jednoczesnym podgrzaniu próbki. Powstałe azotany w środowisku kwasu siarkowego i fosforowego, reagują z 2,6-dimetylofenolem (DMF) tworząc pomarańczowy 4-nitro-2,6-dimetylofenol, który jest oznaczany fotometrycznie.

1.6. Oznaczanie azotu amonowego

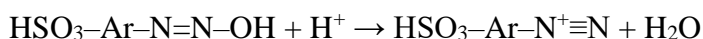
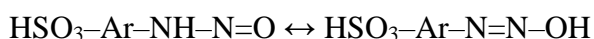
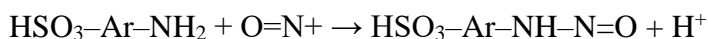
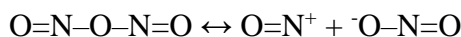
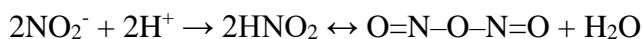
Azot amonowy występuje częściowo w formie jonów amonowych oraz częściowo jako amoniak. Pomiędzy tymi dwoma formami występuje równowaga zależna od pH. W roztworach silnie zasadowych azot amonowy występuje głównie jako amoniak, który wchodzi w reakcję ze środkiem chlorującym, tworząc monochloroaminę. Ta reaguje z tymolem tworząc zabarwioną na niebiesko pochodną indofenolu, która jest oznaczana fotometrycznie.

1.7. Oznaczanie azotanów (III) metodą spektrofotometryczną

1.7.1. Oznaczanie azotanów (III) w środowisku kwaśnym

Podstawą metody są następujące reakcje:

a) jonów azotanowych (III) z kwasem sulfanilowym w środowisku kwaśnym (reakcja diazowania),

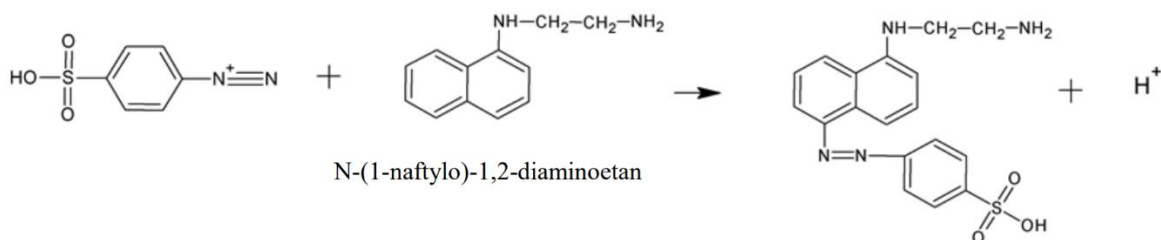


w wyniku której powstaje sól diazoniowa;

Monitoring Środowiska

Oznaczanie różnych form azotu w próbkach wody powierzchniowej i wody pitnej metodami spektrofotometrycznymi

b) soli diazoniowej z dichlorowodorkiem N-(1-naftylo)-1,2-diaminoetanu (reakcja sprzęgania),



w wyniku której powstaje barwnik azowy o kolorze czerwono fioletowym.

Reakcja ta jest bardzo czuła i specyficzna dla jonów azotanowych (III). Zawartość powstałego barwnika oznacza się fotometrycznie przy długości fali $\lambda = 540$ nm i jest ona proporcjonalna do stężenia jonów azotanowych (III).

Metodę tę można zastosować do badania próbek wód podziemnych, wody pitnej, wód powierzchniowych, wód morskich, ścieków, żywności i również gleby - po odpowiednim przygotowaniu.

Poza tym przebieg oznaczenia mogą zakłócać inne substancje, z których wymienić należy te, których już niewielkie ilości są przyczyną nieprawidłowych wyników. Są to związki chemiczne zawierające w roztworze: Ag^+ , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ i Fe^{3+} w stężeniach powyżej 1 mg/l i S^{2-} w stężeniu powyżej 10 mg/l. Do substancji, które są przyczyną nieprawidłowych wyników należą również związki o właściwościach redukujących w stężeniu powyżej 10 mg/l.

Próbki, jeśli to możliwe, powinny być analizowane zaraz po pobraniu. Maksymalny czas przechowywania wynosi 48 godz. w temperaturze 4 °C.

1.7.2. Oznaczanie azotanów (III) metodą riwanolową

Riwanol (6,9-diamino-2-etoksyakrydyna, Lactoacridine) znany również jako mleczan etakrydyny jest organicznym związkiem chemicznym należącym do grupy barwników akrydynowych. Tworzy pomarańczowo-żółte kryształki o charakterystycznym zapachu. Riwanol jest żółtą substancją łatwo rozpuszczalną w wodzie, o pH w zakresie 5,5 – 7,5.

Zasada metody riwanolowej polega na reakcji azotanów (III) z solą etakrydyny. W wyniku reakcji powstaje barwny związek. Zawartość azotanów (III) w próbce określa się



Monitoring Środowiska

Oznaczanie różnych form azotu w próbkach wody powierzchniowej i wody pitnej metodami spektrofotometrycznymi

spektrofotometrycznie metodą krzywej wzorcowej. W tym celu mierzy się absorbancję próbki badanej w zakresie długości fali od 580 do 600 nm. Metoda pozwala na oznaczanie zawartości azotanów (III) lub sumy azotanów (III) i azotanów (V) po wcześniejszej redukcji azotanów (V) do azotanów (III) kadmem metalicznym.

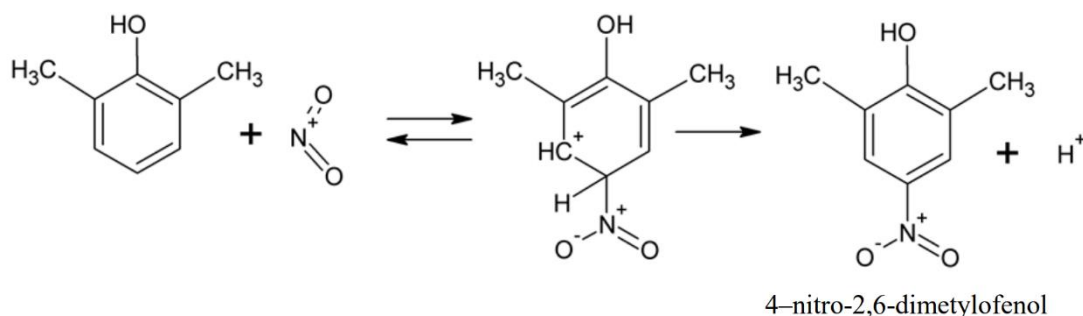
1.8. Oznaczanie azotanów (V)

Azotany (V) w roztworze zakwaszonym kwasem siarkowym (VI) i fosforowym (V) reagują z 2,6-dimetylofenolem, tworząc roztwór 4-nitro-2,6-dimetylofenolu, który jest oznaczany fotometrycznie.

Azotany (V) w obecności stężonego kwasu siarkowego (VI) przechodzą w kwas azotowy (V), który reaguje z kwasem siarkowym w myśl równania reakcji:



Następnie zachodzi reakcja nitrowania 2,6-dimetylofenolu:



Powstały 4-nitro-2,6-dimetylofenol absorbuje promieniowanie elektromagnetyczne o długości fali $\lambda = 320$ nm. W oznaczaniu azotanów (V) w wodzie przeszkadzają jony chlorkowe o stężeniu większym niż 1000 mg/l oraz jony azotanowe (III) o stężeniu większym niż 50 mg/l.

2. Cel ćwiczenia

Wykonanie pomiarów zawartości azotu całkowitego, azotu amonowego, azotanów (III) i azotanów (V) w wodach powierzchniowych i w wodzie z kranu za pomocą testów kuwetowych.



Monitoring Środowiska

Oznaczanie różnych form azotu w próbkach wody powierzchniowej i wody pitnej metodami spektrofotometrycznymi

3. Wykonanie ćwiczenia

Uwaga! Studenci przynoszą na zajęcia dwie różne próbki wody powierzchniowej (z jeziora, rzeki, kanału, zalewu, zbiornika retencyjnego, morza itp.).

3.1. Oznaczanie azotu całkowitego za pomocą testów kuwetowych

Nitrogen (total) Cell Test firmy Spectroquant®. Zakres pomiaru: 0,5 – 15 mg/l azotu całkowitego. Należy nałożyć rękawiczki ochronne – podczas oznaczenia stosowane będą silne kwasy.

3.1.1 Mineralizacja próbki

1. Do szklanych pustych zakręcanych probówek wprowadzić 10 ml pobranych próbek wód powierzchniowych, wody z kranu oraz wody dejonizowanej (jako ślepa próba). Łącznie 4 probówki z próbkami.
2. Dodać jedną mikro łyżeczkę odczynnika N-1K, która znajduje się w zakrętce butelki N-1K, do każdej probówki.
3. Dodać 6 kropli odczynnika N-2K, **próbówki szczelnie zamknąć** i wymieszać.
4. Ogrzewać przez 1 godzinę w 120 °C w bloczku grzejnym.

W międzyczasie przejść do zadania 3.2. *Oznaczanie azotu amonowego za pomocą testów kuwetowych.*

5. Po godzinie wyjąć probówki z bloczka grzejnego i poczekać do ochłodzenia. **Nie chłodzić zimną wodą!**
6. Po 10 minutach wstrząsnąć krótko probówkami.

3.1.2. Przygotowanie do pomiaru

Jeśli próbka jest mętna należy ją zdekantować i przesączyć przez filtr papierowy.

1. Odmierzyć 1 ml próbki do szklanej probówki reakcyjnej (znajdującej się w opakowaniu z pozostałymi odczynnikiemami). **Nie mieszać!**
2. **Ubrać okulary ochronne!** Dodać 1 ml odczynnika N-3K. Następnie **zamknąć szczelnie** i wymieszać. Uwaga! Probówka reakcyjna robi się gorąca. Proszę trzymać probówkę jedynie za nakrętkę. Nie chłodzić zimną wodą!
3. Pozostawić probówkę na 10 minut (czas reakcji).



Monitoring Środowiska

Oznaczanie różnych form azotu w próbkach wody powierzchniowej i wody pitnej metodami spektrofotometrycznymi

4. Probówka reakcyjna służy również jako kuweta pomiarowa. Tak więc aby dokonać pomiaru należy wstawić ją do okrągłego gniazda pomiarowego w spektrofotetrze. Przyrząd samodzielnie wybiera warunki pomiaru a na ekranie pojawia się opis ΣN .

Uwagi:

- barwa utrzymuje się do pół godziny po przygotowaniu próbki,
- przed przystąpieniem do pomiaru fotometrycznego kuweta/probówka musi być czysta. Przetrzyj kuwetę ręcznikiem papierowym,
- pomiar mętnej próbki daje zawyżone wyniki,
- pojemniki z odczynnikami zamykać bezpośrednio po użyciu.

3.2. Oznaczanie azotu amonowego za pomocą testów kuwetowych

Ammonium Cell Test firmy Spectroquant[®]. Zakres pomiaru: 0,013 – 3,86 mg/l.

1. Do szklanych pustych zakręcanych probówek wprowadzić 5 ml pobranych próbek wód powierzchniowych, wody z kranu oraz wody dejonizowanej (jako ślepa próba). Łącznie 4 probówki z próbkami.
2. Dodać 0,6 ml odczynnika NH₄-1 i wymieszać.
3. Następnie dodać jedną mikro łyżeczkę odczynnika NH₄-2, która znajduje się w zakrętce butelki NH₄-2. Energicznie mieszać do momentu całkowitego rozpuszczenia odczynnika. Pozostawić na 5 min.
4. Po upływie tego czasu dodać 4 krople odczynnika NH₄-3, wymieszać i odczekać kolejne 5 min.
5. Włożyć autoselektor do okrągłego otworu fotometru. Na wyświetlaczu powinien pojawić się napis NH₄_N.
6. Wstawić kuwetę z badanym roztworem. Uruchomić pomiar i odczytać wynik.

Uwagi:

- próbki nie zawierające amoniaku zmieniają barwę na żółtą po dodaniu odczynnika NH₄-3,
- przed przystąpieniem do pomiaru fotometrycznego kuweta/probówka musi być czysta. Przetrzyj kuwetę ręcznikiem papierowym,
- pojemniki z odczynnikami zamykać bezpośrednio po użyciu.



Monitoring Środowiska

Oznaczanie różnych form azotu w próbkach wody powierzchniowej i wody pitnej metodami spektrofotometrycznymi

3.3. Oznaczanie azotanów (III) za pomocą testów kuwetowych

Nitrite Cell Test firmy Spectroquant®. Zakres pomiaru: 0,07 – 3,28 mg/l NO₂⁻.

Należy przeprowadzić kontrolę procesu pomiarowego wykonując pomiar absorbancji mieszaniny reakcyjnej przygotowanej z roztworu wzorcowego o określonym stężeniu jonów NO₂⁻.

1. Przygotować roztwór podstawowy azotanów (III). W tym celu obliczyć masę soli zawierającą jony NO₂⁻ jaką należy odważyć i rozpuścić w kolbie miarowej w 1000 ml wody aby otrzymać stężenie jonów NO₂⁻ równe 1 g/l. Przed przystąpieniem do przygotowania roztworu sprawdzić wynik obliczeń u prowadzącego.

Roztwór podstawowy azotanów (III) dobrze wymieszać aby cała sól uległa rozpuszczeniu. Następnie z roztworu podstawowego (C_{NO₂⁻} = 1 g/l) sporządzić roztwór roboczy o stężeniu jonów NO₂⁻ równym 1 mg/l w kolbie miarowej o objętości 1000 ml. Wynik obliczeń sprawdzić u prowadzącego.

2. Do pięciu szklanych pustych zakręcanych probówek wprowadzić jedną mikro łyżeczkę odczynnika NO₂-1, która znajduje się w zakrętce pojemnika NO₂-1.

3. Następnie przy pomocy pipety wprowadzić do osobnych probówek:

- 5 ml przygotowanego roztworu roboczego azotanów (III) o stężeniu jonów NO₂⁻ = 1 mg/l,
- 5 ml wody dejonizowanej (ślepa próba),
- 5 ml wody z kranu,
- 5 ml pobranej wody powierzchniowej nr 1,
- 5 ml pobranej wody powierzchniowej nr 2.

4. Zawartość intensywnie wymieszać aż do całkowitego rozpuszczenia odczynnika. Należy sprawdzić pH roztworów za pomocą papierków lakmusowych. pH roztworów musi być w zakresie 2 – 2,5. Jeśli pH jest inne, należy je dostosować za pomocą roztworu wodorotlenku sodu lub kwasu siarkowego.

5. Mieszaniny pozostawić na 10 minut (czas reakcji).

6. Przebrać próbkę do kuwety 10 mm, umieścić kuwetę w fotometrze i wykonać pomiar.

Uwagi:

- podane proporcje wody badanej i odczynników są odpowiednie do kuwet 10 mm,
- kuwety używane do pomiaru muszą być bezwzględnie czyste,
- mętne roztwory dają zawyżone wyniki,



Monitoring Środowiska

Oznaczanie różnych form azotu w próbkach wody powierzchniowej i wody pitnej metodami spektrofotometrycznymi

- barwa roztworu po reakcji utrzymuje się przez 60 min, ale wskazane jest wykonywać pomiar zawsze tak samo po 10 min.,
- pojemniki z odczynnikami zamykać bezpośrednio po użyciu.

3.4. Oznaczanie azotanów (V) za pomocą testów kuwetowych

Nitrate Cell Test firmy Spectroquant®. Zakres pomiaru: 4,4 – 110,7 mg/l NO_3^- .

Należy przeprowadzić kontrolę procesu pomiarowego wykonując pomiar absorbancji mieszaniny reakcyjnej przygotowanej z roztworu wzorcowego o określonym stężeniu jonów NO_3^- .

1. Przygotować roztwór podstawowy azotanów (V). W tym celu obliczyć masę soli zawierającą jony NO_3^- jaką należy odważyć i rozpuścić w kolbie miarowej w 1000 ml wody aby otrzymać stężenie jonów NO_3^- równe 1 g/l. Przed przystąpieniem do przygotowania roztworu sprawdzić wynik obliczeń u prowadzącego.

Roztwór podstawowy azotanów (V) dobrze wymieszać aby cała sól uległa rozpuszczeniu. Następnie z roztworu podstawowego ($C_{\text{NO}_3^-} = 1 \text{ g/l}$) sporządzić roztwór roboczy o stężeniu jonów NO_3^- równym 20 mg/l w kolbie miarowej o objętości 100 ml. Wynik obliczeń sprawdzić u prowadzącego.

2. Do pięciu szklanych zakręcanych probówek wprowadzić za pomocą pipety 4 ml odczynnika $\text{NO}_3\text{-1}$.

3. Następnie przy pomocy pipety wprowadzić do osobnych probówek:

- 0,5 ml przygotowanego roztworu roboczego azotanów (III) o stężeniu jonów $\text{NO}_3^- = 20 \text{ mg/l}$,
- 0,5 ml wody dejonizowanej (ślepa próba),
- 0,5 ml wody z kranu,
- 0,5 ml pobranej wody powierzchniowej nr 1,
- 0,5 ml pobranej wody powierzchniowej nr 2.

4. **Ubrać okulary ochronne.** Dodać do probówek za pomocą pipety 0,5 ml odczynnika $\text{NO}_3\text{-2}$ (Uwaga! **Po wprowadzeniu odczynnika $\text{NO}_3\text{-2}$ probówka robi się gorąca**). Zamknąć probówki korkiem i wymieszać. **Trzymać tylko za górną część probówki.**

5. Mieszaninę pozostawić na 10 minut (czas reakcji). **Nie chłodzić pod bieżącą wodą.**

Wartość pH powstałego roztworu musi mieścić się w granicach od 1 do 3. Jeśli pH jest inne, należy je dostosować za pomocą roztworu wodorotlenku sodu lub kwasu siarkowego.

6. Przełączyć próbkę do kuwety 10 mm, umieścić kuwetę w fotometrze i wykonać pomiar.



Monitoring Środowiska

Oznaczanie różnych form azotu w próbkach wody powierzchniowej i wody pitnej metodami spektrofotometrycznymi

Uwagi:

- mętne próbki wody przesączyć przez sączek,
- w razie konieczności próbkę rozcieńczyć wodą dejonizowaną, rozcieńczenie uwzględnić w obliczeniach,
- jeśli zawartość azotanów (III) przekracza wartość 50 mg/l, należy je usunąć z próbki. W tym celu w 10 ml próbki rozpuścić około 50 mg kwasu amidosulfonowego.

4. Wykonanie sprawozdania

Sprawozdanie powinno składać się z następujących części:

- cel ćwiczenia,
- schemat doświadczenia,
- otrzymane wyniki,
- obliczenia,
- wnioski,
- spis wykorzystanej literatury.

W sprawozdaniu powinno znaleźć się omówienie wyników z kontroli procesu pomiarowego NO_2^- i NO_3^- za pomocą testów kuwetowych; porównanie uzyskanych wyników z obowiązującymi normami jakości wód powierzchniowych i wody pitnej.

5. Zakres wymaganych wiadomości

- nieorganiczne zanieczyszczenia wody i ich pochodzenie ze szczególnym uwzględnieniem różnych form azotu¹,
- system monitoringu i klasyfikacji wód^{1,3,4},
- zadania rachunkowe z opracowania „Monitoring środowiska – obliczenia”,
- dopuszczalne zawartości poszczególnych form azotu w wodzie pitnej^{1,2},
- jakość środowiska wodnego w Polsce⁴,
- zasady przeprowadzonych na ćwiczeniach oznaczeń,
- krzywa kalibracyjna,
- SPEKTROFOTOMETRIA: podstawy spektrofotometrycznego oznaczania substancji (absorpcja promieniowania elektromagnetycznego, absorbanca, transmitancja, prawo Lamberta-Beera, budowa fotometru, metody pośrednia i bezpośrednia spektrofotometrycznego oznaczania substancji).



Monitoring Środowiska

Oznaczanie różnych form azotu w próbkach wody powierzchniowej i wody pitnej metodami spektrofotometrycznymi

Literatura

¹Skorzystać należy z opracowania „Monitoring jakości wody” oraz ze skryptu „Monitoring i Analityka zanieczyszczeń w środowisku”

Informacje dotyczące technik spektrofotometrycznych znajdują się w książkach:

1. Szczepaniak W., Metody instrumentalne w analizie chemicznej. W-wa, PWN, 1996.
2. Minczewski J., Marczenko Z., Chemia analityczna. W-wa, PWN, 1976. tom 3.
3. Ewing G. W., Metody instrumentalne w analizie chemicznej. W-wa, PWN, 1980

Źródła zewnętrzne

²Link do wyników pomiarów jakości wody pitnej dla Gdańska:

<https://www.gdanskiewodociagi.pl/StrefaKlienta/Jakosc.aspx>

³Podstawy prawne państwowego monitoringu wód:

<https://wody.gios.gov.pl/pjwp/publications/PPPMW>

⁴Raporty GIOŚ o stanie środowiska:

<https://www.gios.gov.pl/pl/stan-srodowiska/raporty-o-stanie-srodowiska>

Normy prawne:

1. Rozporządzenie Ministra Infrastruktury z dnia 25 czerwca 2021 r. w sprawie klasyfikacji stanu ekologicznego, potencjału ekologicznego i stanu chemicznego oraz sposobu klasyfikacji stanu jednolitych części wód powierzchniowych, a także środowiskowych norm jakości dla substancji priorytetowych
2. Rozporządzenie Ministra Infrastruktury z dnia 13 lipca 2021 r. w sprawie form i sposobu prowadzenia monitoringu jednolitych części wód powierzchniowych i jednolitych części wód podziemnych
3. Rozporządzenie Ministra Zdrowia z dnia 7 grudnia 2017 r. w sprawie jakości wody przeznaczonej do spożycia przez ludzi.



Monitoring Środowiska

Oznaczanie różnych form azotu w próbkach wody powierzchniowej i wody pitnej metodami spektrofotometrycznymi

Niezbędne szkło i odczynniki:

- testy kuwetowe: azot całkowity, azot amonowy, azotany (III), azotany (V),
- NaNO_2 i KNO_3 ,
- roztwór wodorotlenku sodu i kwasu siarkowego do ustalenia pH,
- papierowe wskaźniki pH,
- roztwór wzorcowy jonów NO_2^- o stężeniu $100 \mu\text{g/ml}$,
- kwas amidosulfonowy H_3NSO_3 ,
- 4 szklane, zakręcane probówki, dopasowane do bloczka grzejącego, o objętości min. 15 ml,
- 4 szklane, zakręcane probówki, o objętości min. 10 ml,
- 10 szklanych, zakręcanych probówek, o objętości min. 5 ml,
- pipeta szklana 10 ml,
- 3 x szklana pipeta 1 ml
- pipeta szklana 2 ml
- 2 x pipeta szklana 5 ml
- pipety automatyczne lub szklane strzykawki o objętości 250 μl i 500 μl ,
- 5 zlewki 50 ml,
- 4 zlewki 10 ml,
- taśma teflonowa,
- stojak na probówki,
- mały lejek,
- małe filtry papierowe,
- okulary ochronne dla każdego studenta,
- tryskawka z wodą dejonizowaną,
- 3 x kolba miarowa 1000 ml,
- kolba miarowa 100 ml,
- łyżeczka metalowa.