

PRÁCTICA 5

DETERMINACIÓN ESPECTROFOTOMÉTRICA DE NITRATOS EN AGUA

DIRECTIVA 98/83/CE DEL CONSEJO de 3 de noviembre de 1998 relativa a la calidad de las aguas destinadas al consumo humano: "Los Estados miembros velarán porque a la salida de las instalaciones de tratamiento de aguas se respete la cifra de 0.1mg/l para los nitritos y se cumpla la condición de que $[nitrito]/50 + [nitrito]/3 \leq 1$, donde los corchetes significan concentraciones en mg/l para el nitrato (NO_3^-) y para el nitrito (NO_2^-)" (DOCE del 5/12/98)

Introducción

Esta técnica es aplicable sólo a aguas que presenten un bajo contenido en materia orgánica (aguas potables y aguas naturales no contaminadas).

Medidas de absorción UV a 220nm permiten una rápida determinación de nitratos presente en el agua. A 220nm se sigue Lambert Beer hasta una concentración de, aproximadamente, 30-40mg/l de NO_3^- .

Puesto que la materia orgánica puede también absorber a 220nm y el NO_3^- no absorbe a 275nm, una segunda lectura a 275nm se realiza para corregir su presencia (si la corrección en el valor de la absorbancia debida a la materia orgánica es superior al 10% del valor obtenido a 220nm, este método de análisis no es recomendado).

Parte experimental

Instrumental y productos.

- Espectrofotómetro UV-visible.
- Gradilla
- Tubos de ensayo
- Cubetas de cuarzo.
- Frasco lavador.
- Embudo de vidrio para filtrar.
- 1 matraz aforado de 200ml.
- 1 matraz aforado de 50ml.
- 2 vasos de pddos de 100ml.
- 2 propipetas.
- 2 pipetas de 10ml.
- 1 soporte para pinzas.
- Nitrato potásico de grado analítico.
- $CHCl_3$.
- HCl 1N.
- Muestra de agua a analizar (100 ml).

Procedimiento experimental

Disolución stock de KNO_3 de concentración 300mg/l

Secar una muestra (aproximadamente 2-3g) de KNO_3 en una estufa a 105°C durante 24 horas. Pesar 0.4887g de KNO_3 y disolver con agua destilada. Añadir 2 ml de $CHCl_3$ y enrasar en un matraz de 1l. La disolución resultante es estable, al menos, durante 6 meses.

Disolución estándar de NO_3^- de concentración 30mg/l.

Preparar 200ml a partir de la disolución stock de KNO_3 .

Tratamiento de la muestra.

Filtrar si es necesario y pasarla a un matraz de 50ml que contiene 1 ml de HCl 1N. Reservar en un tubo de ensayo, 15-20ml para medir.

Preparación de las disoluciones de la curva estándar

Preparar diferentes disoluciones de NO_3^- siguiendo el esquema de la tabla adjunta:

Tubo	$[NO_3^-]$ (mg/l)	V(ml)	
		NO_3^- (30mg/l)	H_2O^*
1	30	50	0
2	24	40	10
3	18	30	20
4	12	20	30
5	6	10	40

* Antes de enrasar con el H_2O añadir 1 ml de HCl 1N.

Reservar en cada tubo de ensayo, 15-20 ml para medir.

Lectura fotométrica.

- Conectar el espectrofotómetro.
- Realizar la línea base usando como disolvente agua destilada.
- Lectura de la absorbancia de cada disolución a 220nm y 275nm.

Tubo	[NO ₃ ⁻] (mg/l)	Absorbancia*		
		220nm	275nm	220 corregida
1	30			
2	24			
3	18			
4	12			
5	6			
Muestra				

* Si la absorbancia de la muestra problema es superior a la del tubo nº 1, diluir.

Tratamiento de datos.

1. Representación gráfica de la curva estándar.
2. Determinación de la concentración de NO₃⁻ de la muestra problema por interpolación en la gráfica.

Bibliografía.

Standard Methods for the Examination of water and Wastewater, Managing Editor: M. Franson, American Public Health Association, Sixteenth Edition, 1985.