

PRÀCTICA 5

DETERMINACIÓ ESPECTROFOTOMÈTRICA DE NITRATS EN AIGUA

DIRECTIVA 98/83/CE DEL CONSELL de 3 de novembre de 1998 relativa a la qualitat de les aigües destinades al consum humà: "Els Estats membres vetllaran perquè a la sortida de les instal·lacions de tractament d'aigües es respecte la xifra de $0,1 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ per als nitrats i es compleixi la condició de que $[\text{nitrat}]/50 + [\text{nitrit}]/3 \leq 1$, on els gafets signifiquen concentracions en $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ per al nitrat $[\text{NO}_3^-]$ i per al nitrit $[\text{NO}_2^-]$ " (DOCE DEL 5/12/98)

Introducció

Aquesta tècnica és aplicable només a aigües que presenten un baix contingut en matèria orgànica (aigües potables i aigües naturals no contaminades).

Mides d'absorció UV a llargària d'ona 220nm permeten una ràpida determinació de nitrats presents en l'aigua. A 220nm es segueix Lambert–Beer fins una concentració de, aproximadament, $30\text{--}40 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de NO_3^- .

Puix que la matèria orgànica pot també absorbir a 220nm i el NO_3^- no absorbeix a 275nm, una segona lectura a 275nm es realitza per a corregir la seva presència (si la correcció en el valor de l'absorbència deguda a la matèria orgànica és superior al 10% del valor obtingut a 220nm, aquest mètode d'anàlisi no és recomanat).

Part experimental

Instrumental i reactants

- Espectrofotòmetre UV-VIS.
- Gradeta per a tubs d'assaig.
- Tubos d'assaig.
- Cel·les espectrofotomètriques de quar.
- Flascó rentador.
- Embut de forma alemanya.
- 1 Matràs aforat de 50mL.
- 1 Matràs aforat de 200mL.
- 2 Vasos de precipitats de 100mL.
- 2 Peres de succió.
- 2 Pipetes de 10mL.
- 1 Suport per a pinces.
- Nitrat potàssic de grau analític.
- CHCl_3 .
- HCl 1N.
- Mostra d'aigua a analitzar (100mL).

Procediment experimental

Dissolució stock de KNO_3 de concentració $300 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$

Assecar una mostra (aproximadament 2–3g) de KNO_3 en un estufa a 105°C durant 24 hores. Pesar 0,4887g de KNO_3 i dissoldre amb aigua destil·lada. Afegir 2mL de CHCl_3 i arrasar en un matràs aforat d'1L. La dissolució resultant és estable, al menys, durant 6 mesos.

Dissolució estàndard de KNO_3 de concentració $30 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$

Preparar 200mL a partir de la dissolució stock de KNO_3 .

Tractament de la mostra

Filtrar si és necessari i passar-la a un matràs aforat de 50mL que conté 1mL d'HCl 1N. Reservar en tub d'assaig 15–20mL per a mesurar.

Preparació de les dissolucions de la corba estàndard

Preparar diferents dissolucions de NO_3^- seguint l'esquema de la taula adjunta:

Tub	$[\text{NO}_3^-]$ ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	V(mL)	
		NO_3^- ($30 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	Aigua*
1	30	50	0
2	24	40	10
3	18	30	20
4	12	20	30
5	6	10	40

* Abans d'arrasar amb l'aigua afegir 1mL d'HCl 1N. Reservar en cada tub d'assaig 15–20mL per a mesurar.

Lectura fotomètrica

- Connectar l'espectrofotòmetre.
- Realitzar la línia base utilitzant com dissolvent aigua destil·lada.
- Lectura de l'absorbància de cada dissolució a 220nm i 275nm.

Tub	[NO ₃ ⁻] (mg·L ⁻¹)	Absorbància*		
		220nm	275nm	220 corregida
1	30			
2	24			
3	18			
4	12			
5	6			
Mostra				

* Si l'absorbància de la mostra problema és superior a la del tub no. 1, diluir.

Tractament de dades

1. Representació gràfica de la corba estàndard.
2. Determinació de la concentració de NO₃⁻ de la mostra problema per interpolació en la gràfica.

Referència

M. Franson (Ed.), *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, American Public Health Association, 1985.