

Fotometrie Pos. 1.2

1. Problem

Nitratbestimmung in einer filtrierten Seewasserprobe.

2. Prinzip

Nitrat setzt sich in schwefelsaurer Lösung mit Natriumsalicylat zu Nitrosalicylsäure um, welche in alkalischer Lösung gelb gefärbt ist.

3. Reagenzien

- **Nitrat-Stammlösung** [am Platz]: 1 mL dieser Lösung enthält 0.1 mg NO_3^- .
- **Nitrat-Gebrauchslösung**: 10 mL Stammlösung werden mit Wasser auf 100 mL verdünnt. Diese Lösung muss kurz vor Gebrauch frisch zubereitet werden.
- **Natriumsalicylat-Lösung**: 0.5 g Na-Salicylat werden in 100 mL Wasser gelöst. Diese Lösung ist maximal 8 Tage haltbar.
- **Schwefelsäure konz. 96%, p.a.** [am Platz]
- **Seignettesalz-Lösung** [liegt auf]: (5 g Kaliumnatriumtartrat (p.a.) werden in ca. 60 mL Wasser gelöst und unter stetigem Rühren mit 40 g NaOH-Plätzchen (p.a.) versetzt. Die Lösung wird mit Wasser auf 100 mL aufgefüllt und in einer Kunststoff-Flasche aufbewahrt.)
- **Wasser**: nur dest. Wasser verwenden

4. Material

50 mL / 100 mL Bechergläser, Messkolben, Fotometer, 1cm Kunststoff-Küvetten, Pipetten, Uhrgläser, Glaskeramikplatte

5.1 Bestimmung

Es ist eine echte 3-Fachbestimmung durchzuführen.

10.0 mL der Seewasserprobe [am Platz] werden im Becherglas unter Zusatz von 1 mL Na-Salicylat-Lösung auf der Glaskeramikplatte vorsichtig erwärmt und bis zur Trockene eingedampft. Nach dem Erkalten wird zum Rückstand 1 mL Schwefelsäure konz. dazugegeben und unter öfterem Umschwenken wird dieser während 10 Minuten stehen gelassen. Die schwefelsaure Lösung wird dann **vorsichtig** mit 10 mL Wasser versetzt. Nach dem Erkalten werden 7 mL Seignettesalz-Lösung dazu pipettiert. Eine zu starke Erwärmung ist durch Kühlen im Eisbad zu vermeiden. Die gelbe Lösung wird nach dem Erkalten mit dest. Wasser quantitativ in einen 50 mL Messkolben überführt. Die Lösung wird mit dest. Wasser bis zur Marke aufgefüllt, gut durchmischt und mindestens 10 Minuten stehen gelassen. Danach wird die Extinktion bei einer Wellenlänge von 420 nm gegen den Reagenzienblindwert gemessen. Die Färbung bleibt mehrere Stunden stabil.

5. 2 Kalibration und Reagenzienblindwert

Die Kalibration besteht aus 5 verschiedenen Messpunkten.

Aus der **Nitrat-Gebrauchslösung** wird die Kalibrationsreihe (0.05 - 0.25 mg Nitrat) erstellt. Die berechneten Volumina werden in ein Becherglas pipettiert und dann wird analog der Bestimmung (5.1) verfahren.

Für den Reagenzienblindwert wird anstelle der Probe dest. Wasser eingesetzt.

6. Auswertung / Resultate / Protokoll

- Einwaagen, Berechnungen und Resultate sind im Protokoll festzuhalten. Die Fotometernummer ist ebenfalls anzugeben.
- Klar beschriftete Kalibrierreihe auf Millimeterpapier übertragen.
- Steigung und Achsenabschnitt berechnen.
- Nitratgehalt in mg / L in der Seewasserprobe:
 - a) grafisch ermittelt (Einzelwerte und Mittelwert).
 - b) rechnerisch ermittelt (Einzelwerte und Mittelwert).
- Das Resultatblatt im Anhang muss vollständig ausgefüllt werden.

7. Entsorgung

- Die Lösungen werden im Kanister mit der Beschriftung „Fotometrie“ entsorgt.

Protokoll - Anhang: Resultatblatt Fotometrie

Vorname / Name:

Kalibration:

Konzentration	Extinktion

Steigung:

Achsenabschnitt:

Probe:

Extinktion	Konzentration (grafisch)	Konzentration (rechnerisch)
Mittelwert		