

Pràctica Núm. 6 – Determinació de Nitrats en aigües.

A. DETERMINACIÓ DE NITRATS (Mètode de l'Ultravioleta)

1. INTRODUCCIÓ:

Aquest mètode es basa en el fet que l'anió nitrat absorbeix selectivament llum a una longitud d'ona de 220 nm. A les mesures d'absorbància a 220 nm se li resta l'absorbància obtinguda a 275 nm per eliminar la interferència de la matèria orgànica que absorbeix a aquesta longitud.

2. REACTIUS:

1. Solució mare de nitrats. S'han dissolt 0,169 g de nitrat potàssic en un litre d'aigua destil·lada (concentració: 100 mg NO_3^-/L).

2. Àcid clorhídric 1M.

3. UTILLATGE:

- Proveta de 50mL
- Pipeta Pasteur
- 5 matrassos aforats de 50 mL
- Vareta de vidre
- 6 vasos de precipitats de 50 mL
- Pipeta graduada de 2, 5 i 10 mL
- Pipeta automàtica de 1 mL
- Pipetejador
- Espectrofotòmetre UV-visible
- Cubetes de quars.

4. PROCEDIMENT:**4.1. Preparació dissolucions patró:**

Prepareu en matrassos aforats les dissolucions patró que ens demana la taula següent agafant el volum de solució mare que ens indica en cada cas:

mL sol. mare	Volum final (mL)	[NO ₃ ⁻] (mg NO ₃ ⁻ /L)
1	50	2
2	50	4
5	50	10
10	50	20

Es a dir, les dissolucions patró es preparen afegint 1 mL, 2 mL, 5 mL i 10 mL de solució mare en matrassos aforats de 50 mL i enrassant amb aigua destil·lada.

4.2. Preparació de les mostres d'aigua a analitzar:

4.2.1. Agafeu amb proveta 50 mL de cadascuna de les mostres d'aigua a analitzar i posa-les en vasos de precipitats de 100 mL identificats correctament.

4.2.2. Per a fer el blanc agafa 50 mL d'aigua destil·lada i poseu-los en un altre vas de precipitats.

4.2.3. Afegiu a cada mostra 1 mL d'àcid clorhídric amb pipeta automàtica i agita amb vareta de vidre. L'àcid clorhídric s'afegeix per evitar interferències d'hidròxids i carbonats.

4.3. Preparació de la recta patró:

4.3.1. Feu la lectura d'absorbància a 220 nm de cadascuna de les dissolucions patró, utilitzant el blanc per posar l'aparell a zero d'absorbància.

4.3.2. Anoteu els valors d'absorbància obtinguts en la taula següent:

[NO ₃ ⁻] (mg NO ₃ ⁻ /L)	Absorbància 220 nm
2	
4	
10	
20	

4.3.3. Amb l'ajuda de l'ordinador feu la representació gràfica de l'absorbància respecte de la concentració de nitrats (mg NO₃⁻/L).

4.3.4. Afegiu a la gràfica la recta que millor s'ajusta als valors representats i anoteu l'equació d'aquesta recta:

$$Y = a \cdot X + b \text{ es pot substituir per } \text{Abs} = a \cdot [\text{NO}_3] + b$$

Equació de la recta obtinguda:

4.4. Lectura de les mostres d'aigua:

4.4.1. Feu la lectura d'absorbància a 220 nm de les mostres a analitzar, utilitzant el blanc per posar l'aparell a zero d'absorbància.

4.4.2. Feu la lectura d'absorbància a 275 nm de les mostres a analitzar, utilitzant el blanc per posar l'aparell a zero d'absorbància.

4.4.3. La lectura d'absorbància dels nitrats serà $\text{Abs}_{220} - 2\text{Abs}_{275}$

4.4.4. Ompliu la taula següent:

Ref. mostra d'aigua	Absorbància 220 nm	Absorbància 275 nm	Abs NO ₃ ⁻ $\text{Abs}_{220} - 2\text{Abs}_{275}$

4.5. Càlcul de la concentració de nitrats de les mostres d'aigua:

4.5.1. Substituiu en l'equació de la recta els valors d'absorbància obtinguts per a determinar la concentració de nitrats de les mostres analitzades.

4.5.2. Ompliu la taula de resultats:

Ref. mostra d'aigua	[NO ₃ -] (mg NO ₃ ⁻ /L)

B. DETERMINACIÓ DE NITRATS (Mètode Potenciomètric).**1. INTRODUCCIÓ**

Aquest mètode es basa en la mesura del potencial elèctric produït per la presència en dissolució de ions nitrat, emprant un elèctrode selectiu de nitrats.

2. REACTIUS

1. Solució mare de nitrats 0,1M. S'han dissolt 10,111 g de nitrat potàssic en un litre d'aigua destil·lada (concentració: 0,1 mols NO_3^- /L).
2. Solució d'ajust iònic 1.
3. Solució d'ajust iònic 2.

3. UTILLATGE

- Proveta de 50mL
- Vareta de vidre
- 5 matrassos aforats de 100mL
- Agitador magnètic i agulla magnètica
- 6 vasos de precipitats de 100mL
- 2 Pipetes automàtiques de 1mL
- Pipetes de 2, 5 i 10 mL.
- Pipeta pasteur
- Potenciòmetre, elèctrode de referència i elèctrode selectiu de NO_3^-

4. PROCEDIMENT:

4.1. Preparació dissolucions patró:

Prepareu en matrassos aforats les dissolucions patró que ens demana la taula següent agafant el volum de solució mare que ens indica en cada cas:

mL sol. mare	Volum final (mL)	[NO ₃ ⁻] (mol NO ₃ ⁻ /L)
0,1	100	$1 \cdot 10^{-4}$
1	100	$1 \cdot 10^{-3}$
10	100	$1 \cdot 10^{-2}$
100	100	$1 \cdot 10^{-1}$ (0,1 M)

Es a dir, les dissolucions patró es preparen afegint 0,1 mL, 1 mL i 10 mL de solució mare en matrassos aforats de 100 mL i enrasant amb aigua destil·lada.

4.2. Preparació de la recta patró:

4.2.1. Agafeu amb proveta 50 mL de cadascuna de les dissolucions patró i poseu-les en vasos de precipitats de 100 mL identificats correctament.

4.2.2. Afegiu a cada dissolució 1 mL d'ajust iònic 1 i 1 mL d'ajust iònic 2 amb pipeta automàtica i agiteu amb vareta de vidre. Les solucions d'ajust iònic eviten possibles interferències d'altres anions.

4.2.3. Feu la lectura amb l'elèctrode selectiu de cadascuna de les dissolucions patró.

4.2.4. Anoteu els valors en **mV** obtinguts en la taula següent:

[NO ₃ ⁻] (mol NO ₃ ⁻ /L)	mV
$1 \cdot 10^{-4}$	
$1 \cdot 10^{-3}$	
$1 \cdot 10^{-2}$	
$1 \cdot 10^{-1}$ (0,1 M)	

4.2.5. Amb l'ajuda de l'ordinador feu la representació gràfica de mV respecte de la concentració de nitrats ($\text{mol NO}_3^-/\text{L}$).

4.2.6. Afegiu a la gràfica la recta que millor s'ajusta als valors representats i anoteu l'equació d'aquesta recta:

$$Y = a \cdot \ln X + b \text{ es pot substituir per } mV = a \cdot \ln[\text{NO}_3] + b$$

Equació de la recta obtinguda:

4.3 Preparació de les mostres d'aigua a analitzar:

4.3.1. Agafeu amb proveta 50 mL de cadascuna de les mostres d'aigua a analitzar i poseu-les en vasos de precipitats de 100 mL identificats correctament.

4.3.2. Afegiu a cada mostra 1 mL d'ajust iònic 1 i 1 mL d'ajust iònic 2 amb pipeta automàtica i agita amb vareta de vidre.

4.4. Lectura de les mostres d'aigua:

4.4.1. Fes la lectura en mV de les mostres a analitzar.

4.4.2. Omple la taula següent:

Ref. mostra d'aigua	mV

4.5. Càlcul de la concentració de nitrats de les mostres d'aigua:

4.5.1. Substitueix en l'equació de la recta els valors en mV obtinguts per a determinar la concentració de nitrats de les mostres analitzades.

4.5.2. Omple la taula de resultats:

Ref. mostra d'aigua	[NO ₃ ⁻] (mol NO ₃ ⁻ /L)	[NO ₃ ⁻] (mg NO ₃ ⁻ /L)

4.6 Annexos - Calibració de l'elèctrode:

4.6.1. Poseu 50 mL de la solució 10⁻⁴ M i 1 mL de la solució 2 o solució 3 segons convingui, barrejar-ho bé en un vas de 100mL.

4.6.2. Submergir els elèctrodes, ajusteu a pX=4 , premeu la tecla botella.

4.6.3. Repetiu el procés per la solució 10⁻²M i ajustar a pX=2.

Lectura de les solucions de la recta patró:

4.6.4. Procediu com en el cas de la calibració de l'elèctrode, per cadascuna de les solucions.

4.6.5. Llegiu en mV.

La diferència entre el valors de lectura entre solucions patró successives ha de ser de 58mV ±3.

4.6.7. Representeu:

mV en ordenades.

[] M (ó ppm) en abscisses.

Heu d'obtenir una recta similar a la de la figura 1. Podeu utilitzar una fulla de càlcul excel per elaborar el gràfic.

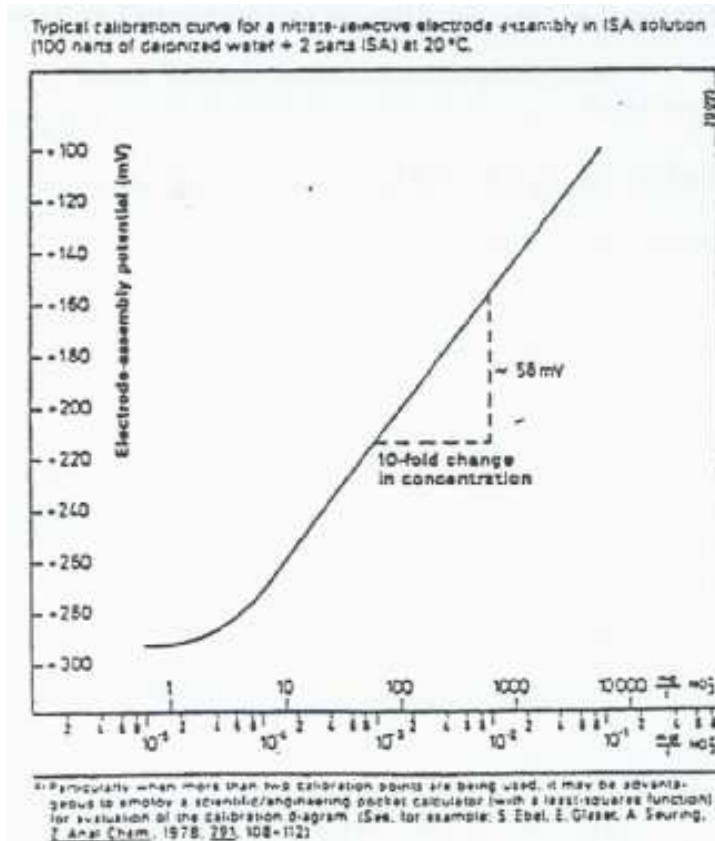


Figura 1: gràfic corresponent a la recta patró de nitrats pel mètode potenciomètric