

Stanovení celkového N

Princip: Metoda je založena na převedení všech forem dusíku na dusičnany metodou dle Koroleffa se spektrofotometrickou koncovkou.

Použití: Metoda je použitelná pro stanovení celkového dusíku u všech typů vod v rozmezí 0,5-15 mg · l⁻¹ N.

Činidla:

- (1) **Hydroxid sodný** (0,375 mol.l⁻¹): roztok se připraví rozpuštěním 15,0 ± 0,1 g NaOH v 1000 ml destilované vody. Roztok se uchovává v plastové nádobě.
- (2) **Oxidační roztok:** 5 g peroxodisíranu draselného Na₂S₂O₈ a 3 g kyseliny borité H₃BO₃ se rozpustí ve 100 ml hydroxidu sodného (činidlo 1). Roztok je stálý cca 1 týden.
- (3) **2,6-dimethylfenol:** roztok se připraví rozpuštěním 0,12 ± 0,001 g 2,6-dimethylfenolu ve 100 ml ledové kyseliny octové. Roztok je stálý min. jeden týden.
- (4) **Směs kyselin:** ve dvoulitrové kádince se opatrně smísí 500 ml koncentrované kyseliny sírové a 500 ml kyseliny fosforečné. Po smísení se přidá 0,8 ± 0,002 g kyseliny amidosírové a směs se míchá do dokonalého rozpuštění. Roztok je neomezeně stálý.

Postup: Do zkumavky se šroubovým uzávěrem se odpipetuje 10,0 ml vzorku vody, přidá se 1,0 ml oxidačního roztoku (činidlo 2). Zkumavka se pevně uzavře šroubovým uzávěrem a směs se důkladně promíchá. Zkumavka se a pak se vloží do mineralizačního boxu a zahřívá se jednu hodinu při teplotě 120 °C. Po mineralizaci se nechá zkumavka dokonale vychladnout (chladnutí se nesmí urychlovat např. ve studené vodě) na teplotu laboratoře (20-25 °C).

Další postup je shodný se stanovením dusičnanového dusíku. Odebereme 0,5 ml čirého vychladlého mineralizovaného vzorku (v případě zákalu nutno filtrovat) a přidáme do reakční zkumavky se směsí kyselin (činidlo 3). Pak se přidá 0,5 ml 2,6-dimethylfenolu (činidlo 4), zkumavka se uzavře šroubovým uzávěrem a důkladně promíchá. Po 30 minutách se měří absorbance na přístroji PhotoLab Spektral při vlnové délce 330 nm. Bezprostředně před vložením dobře očištěné zkumavky do spektrofotometru je vhodné její obsah opatrně promíchat překlopením.

Vzhledem ke změnám účinnosti oxidačního roztoku je nutné provádět všechna stanovení minimálně ve třech opakováních a výsledky korigovat na základě analýzy slepého stanovení.