

Stanovení celkového P

Princip: Metoda je založena na mineralizaci fosfátů peroxodisíranem v kyselém prostředí a následnou reakcí s molybdenanem za přítomnosti kyseliny sírové a po redukcí kyselinou askorbovou na fosfátmolybdenovou modř, jejíž intenzita je stanovena spektrofotometricky.

Použití: Metoda je použitelná pro stanovení celkového fosforu u všech typů vod v rozmezí 0,05-3 mg · l⁻¹ P.

Činidla:

- (1) **Kyselina sírová** H₂SO₄ (4,5 mol.l⁻¹): v 2000 ml kádince se k 750 ml destilované vody opatrně za stálého míchání a chlazení přidá 250 ml koncentrované kyseliny sírové
- (2) **Peroxodisíran sodný:** 5g Na₂S₂O₈ se rozpustí ve 100 ml destilované vody. Roztok je stálý cca 1 týden.
- (3) **Hydroxid sodný** (2 mol.l⁻¹): roztok se připraví rozpuštěním 80,0 ± 0,1 g NaOH v 1000 ml destilované vody. Roztok se uchovává v plastové nádobě.
- (4) **Kyselina askorbová, roztok:** 100 g/l
Ve (100±5) ml vody se rozpustí (10±0,5) g kyseliny askorbové.
POZNÁMKA: Roztok je stálý 2 týdny, je-li uchován v láhvi z hnědého skla v ledničce. Lze jej používat tak dlouho, dokud je **bezbarvý!**
- (5) **Molybdenan, kyselý roztok:**
Ve (100±5) ml vody se rozpustí (13±0,5) g tetrahydrátu heptamolybdenanu amonného [(NH₄)₆Mo₇O₂₄ · 4H₂O]. Ve (100±5) ml vody se rozpustí (0,35±0,05) g hemihydrátu vinanu anti monylozraselného [K(SbO)C₄H₄O₆ · 1/2H₂O].
Roztok molybdenanu se za nepřetržitého míchání přidá ke (300±5) ml kyseliny sírové (9 mol/l). Dále se přidá roztok vinanu a vše se dobře promíchá.

Postup: Do zkumavky se šroubovým uzávěrem se odpipetuje 5,0 ml vzorku vody, přidá se 0,5 ml kyseliny sírové (činidlo 1) a 0,5 ml peroxodisíranu (činidlo 2). Zkumavka se pevně uzavře šroubovým uzávěrem a směs se důkladně promíchá. Zkumavka se pak 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).

Po vychladnutí do zkumavky přidáme 2,5 ml hydroxidu sodného (činidlo 3) a promícháme. Další postup je shodný se stanovením orthofosforečnanového fosforu. Přidáme 0,5 ml kyseliny askorbové (činidlo 4), a 1 ml roztoku molybdenanu (činidlo 5). Po přidání obou složek vzorek dobře promícháme. Pak vyčkáme 30 minut a vzniklé modré zbarvení proměříme na přístroji PhotoLab Spektral při vlnové délce 690 nm. Bezprostředně před vložením dobře očištěné zkumavky do spektrofotometru je vhodné její obsah opatrně promíchat překlopením.

Pro přesné stanovení především nižších hodnot orthofosforečnanů je nutné provádět i slepé stanovení s destilovanou vodou a výsledky korigovat. **Používané laboratorní nádobí musí být důkladně vyčištěno bez stop čisticích prostředků!**