

## 8\_Stanovení NO<sub>3</sub><sup>-</sup> v pivu

1) Navážka KNO<sub>3</sub> o koncentraci NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 1g/l m = 0,4077 g / 0,25 l

2) Příprava pracovního roztoku o koncentraci NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 100 mg/l (tj. 0,1 g/l)  
Odpipetovat 10 ml ze zásobního roztoku do 100ml odměrné baňky

3) Absorpční spektra a kalibrační závislost

### Spektra

λ (nm)	A (15mg/l)	A (pivo)
400	0.031	0.026
410	0.033	0.027
420	0.037	0.028
430	0.043	0.032
440	0.051	0.04
450	0.063	0.052
460	0.081	0.07
470	0.103	0.096
480	0.134	0.129
490	0.167	0.168
500	0.199	0.206
510	0.231	0.241
520	0.25	0.264
530	0.256	0.271
540	0.242	0.255
550	0.21	0.219
560	0.169	0.169
570	0.121	0.116
580	0.078	0.067
590	0.05	0.035
600	0.033	0.016
610	0.026	0.008
620	0.023	0.004

### Kalibrační závislost

c (mg/l)	A
BLANK	0.06
0	0
5	0.056
10	0.124
15	0.186
20	0.254
25	0.334
30	0.38

odečten

### Pivo

č.	Pivo
1	0.214
2	0.213
3	0.204

### Kalibrační závislost

M(NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) = 62.01 g/mol

m(g)	n (mol)	c (mol/l)	A	ε	ε*	A <sup>t</sup>
0.005			0.056			
0.01			0.124			
0.015			0.186			
0.02			0.254			
0.025			0.334			
0.03			0.38			

### 4) PIVO

50 ml piva temperovat na teplotu laboratoře

20 min třepat a 10 min UZV ...sledovat pěnivost

Pipetovat 25 ml do 50 ml odměrné baňky + 1 ml 30% ZnSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O + 1 ml 15% K<sub>4</sub>(Fe(CN)<sub>4</sub>)

Protřepat a doplnit po rysku, poté přefiltrovat

*Redukce:*

Z roztoku pipetovat 2,5 ml vzorku (do 25 ml o.b.) + 1 ml 25% NH<sub>3</sub>, promíchat + 0,1 g pevného Zn

+ 0,5 ml 5% octanu kademnatého těsně nad střed hladiny ... tj. tvorba kademnaté houby

Promíchat a nechat 5 min stát

Doplnit po rysku a přefiltrovat

Odpipetovat 10 ml filtrátu do 25 ml odměrné baňky + 10 ml činidla pro stanovení  $\text{NO}_3^-$

Doplnit po rysku a poté 15 min inkubovat při lab.teplotě

### **Činidlo pro stanovení $\text{NO}_3^-$**

Smíchat 30 ml roztoku kys.sulfanilové, 10 ml  $\alpha$ -naftylaminu, 10 ml dest.vody a 50 ml konc. kyseliny octové

*Roztok kys.sulfanilové* - 0,6 g kys.sulfanilové rozpustit v cca 70 ml horké vody, po ochlazení přidat 20 ml konc.HCl a doplnit po rysku ( $V_0 = 100$  ml)

*Roztok  $\alpha$ -naftylaminu* - 0,6 g  $\alpha$ -naftylaminu + 1 ml konc. HCl + cca 70 ml horké vody, po ochlazení doplnit po rysku ( $V_0 = 100$  ml). Uchovávat v tmavé láhvi.

### 5) **BLANK**

viz příprava piva ....od redukce (pipetovat 2,5 ml dest.vody)

### 6) **STANDARDY**

Z kalibrační řady o  $c = 5 - 30$  mg/l  $\text{NO}_3^-$  pipetovat do 25 ml od.baněk 2,5 ml roztoku +

1 ml 25%  $\text{NH}_3$ , promíchat + 0,1 g pevného Zn + 0,5 ml 5% octanu kademnatého

Promíchat, nechat 5 min stát, poté doplnit po rysku a přefiltrovat

Odpipetovat 10 ml filtrátu do 25 ml odměrné baňky + 10 ml činidla pro stanovení  $\text{NO}_3^-$

Doplnit po rysku a poté 15 min inkubovat při lab.teplotě

### 7) **NORMY**

Pitná voda

méně než 50 mg/l

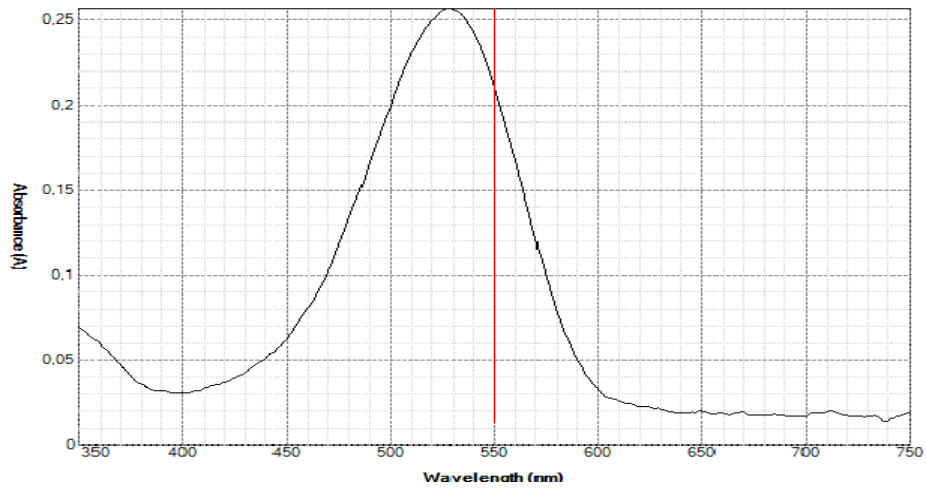
Pivo

cca 35 mg/l

Spektra

standard

15 mg/l



pivo

