

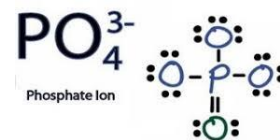


VETERINÁRNÍ A FARMACEUTICKÁ UNIVERZITA BRNO
FAKULTA VETERINÁRNÍ HYGIENY A EKOLOGIE
ÚSTAV EKOLOGIE A CHOROB ZVĚŘE, RYB A VČEL



Standardní operační postup - SOP 06

Stanovení fosfátů a celkového fosforu ve vodách (MERCK)



Předmět SOP

Tento SOP určuje postup metody pro stanovení fosfátů (fosforečnanů) a celkového fosforu v odpadních vodách pomocí kyvetového testu spektrofotometricky.

Princip metody

Roztok okyselený kyselinou sírovou → ionty orthofosforečnanu + ionty molybdenanu → kyselina
kyselina askorbová
fosfomolybdenová → fosfomolybdenová modř → stanovení fotometricky (spektrofotometr Spectroquant NOVA 60).

Rozsah měření 3 – 100 mg/l PO₄-P
 9 – 307 mg/l PO₄³⁻

Bezpečnostní opatření

Při hodnocení vzorků je nutno dodržovat bezpečnostní opatření. Vzhledem k manipulaci s chemikáliemi je nezbytné použití ochranných pomůcek a rukavic.

Příprava vzorků

- analyzovat co nejdříve po provedení odběru vzorků
- hodnota pH vzorku musí být v rozsahu 0 - 10 (v případě potřeby upravit pH kyselinou sírovou)
- zakalené vzorky přefiltrovat
- **základním testem se měří pouze fosforečnany, pro měření celkového fosforu je vzorky nejprve nutné rozložit!**

Postup metody

- k pipetování používáme nastavitelné automatické pipety s jednorázovými špičkami o objemu 1000 µl (1 ml), případně pipety o menším objemu
- vzorky s přidanými reagensy energicky promícháváme pomocí el. míchadla vortex

Rozklad vzorku pro stanovení celkového fosforu: (Používejte ochranné brýle na oči!)

Upravený vzorek	0,2 ml	Pipetujte do připravené reakční kyvety.
Činidlo P-1K	1 dávka*	Přidejte a promíchejte, dokud se činidlo zcela nerozpustí.
Kyvetu zahřívějte v předehřátém termoreaktoru po dobu 30 minut při teplotě 120 °C. Poté nechejte uzavřenou kyvetu při pokojové teplotě ve stojánku vychladnout. Neochlazujte kyvetu studenou vodou!		

*zeleným dávkovacím uzávěrem je třeba nejprve nahradit černé víčko, a po ukončení měření opět uzavřít černým víčkem pro zabránění absorpce vzdušné vlhkosti reagensy; lahvička s činidlem musí být ve svislé poloze a při každé dávce musíte dávkovač stisknout zcela do odměrného víčka

Dále je postup pro stanovení celkového fosforu i fosforečnanů shodný:

	Měřený vzorek	
Upravený vzorek (10 – 35 °C)	0,2 ml	Pipetujte do připravené reakční kyvety a promíchejte*
Činidlo P-2K	5 kapek**	Přidejte a promíchejte.
Činidlo P-3K	1 dávka***	Přidejte a promíchejte, dokud se činidlo zcela nerozpustí.
Nechejte stát po dobu 5 minut .		

*nebo pouze intenzivně protřepejte zchlazený obsah kyvety po rozkladu pro měření celkového fosforu

**lahvička s kapátkem musí být držena ve svislé poloze

***modrým dávkovacím uzávěrem je třeba nejprve nahradit černé víčko, a po ukončení měření opět uzavřít černým víčkem pro zabránění absorpce vzdušné vlhkosti reagensy; lahvička s činidlem musí být ve svislé poloze a při každé dávce musíte dávkovač stisknout zcela do odměrného víčka

Poznámky k měření

- je nezbytné, aby kyveta byla zcela čistá → otřít hadříkem/buničinou
- jakékoliv zakalení roztoku způsobuje vykázaní falešně vysokých hodnot
- hodnota pH měřeného roztoku musí být v rozmezí 0,80 - 0,95 (zkontrolujte pH papírkem)
- reakční kruhovou kyvetu vložíme do spektrofotometru Spectroquant NOVA 60, metoda se automaticky načte díky čárovému kódu nacházejícímu se přímo na kyvetě, a proběhne měření
- barva měřeného roztoku zůstává stabilní po dobu nejméně 60 minut
- spektrofotometr vyhodnotí koncentraci měřené látky v jednotkách mg/l



KYVETOVÝ TEST