

Name: \_\_\_\_\_

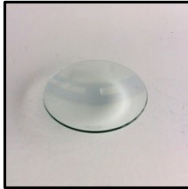
Datum: \_\_\_\_\_

VERSUCHSANLEITUNG

## Photometrische Nitratbestimmung

### A) Vorbereitung der Untersuchung - Eichlösungen herstellen

#### Das brauchst Du dafür



Uhrglas



Laborwaage



Messkolben  
(1000 ml)



Pulvertrichter



Messzylinder  
(100 ml)



Laborflasche  
(1000 ml)



Laborlöffel



Filzstift



Kaliumnitrat



Dest. Wasser

#### Materialien


- Filzstift
- Laborflasche (1000 ml)
- Laborlöffel
- Laborwaage
- Messkolben (1000 ml)
- Messzylinder (100 ml)
- Pulvertrichter
- Uhrglas

#### Chemikalien


- Kaliumnitrat
- Dest. Wasser

#### Gefahren



#### Handhabung

**So geht's:**

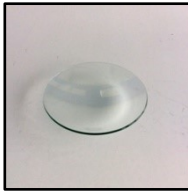
**A) Vorbereitung der Untersuchung – Eichlösungen herstellen**

	Arbeitsschritt	Erledigt?
1	<b>Nimm</b> ein Uhrglas und <b>lege</b> es auf den Wägeteller der Laborwaage. <b>Drücke</b> die Taste „Tara“, damit sich die Waage auf Null stellt. <b>Wiege</b> genau 0,10 g (= 100 mg) Kaliumnitrat (KNO <sub>3</sub> ) <b>ab</b> .	
2	<b>Stecke</b> den Pulvertrichter auf den Messkolben (1000 ml).	
3	<b>Überführe</b> das Kaliumnitrat in den Pulvertrichter. <b>Spüle</b> Reste des Kaliumnitrats vom Uhrglas mit destilliertem Wasser in den Messkolben (1000 ml).	
4	<b>Fülle</b> den Messkolben mit destilliertem Wasser bis zur Markierung <b>auf</b> . <b>Schüttle</b> mit der Hand, bis sich das Kaliumnitrat vollständig gelöst hat.	
5	<b>Überführe</b> die Kaliumnitratlösung in eine Laborflasche (1000 ml) und spüle den Messkolben (1000 ml) mit destilliertem Wasser aus. <b>Beschrifte</b> die Laborflasche mit dem Filzstift mit der KNO <sub>3</sub> -Konzentration <u>0,1 g/L</u> .	
6	<b>Fülle</b> aus der Laborflasche mit der KNO <sub>3</sub> -Konzentration <u>0,1 g/L</u> 100 ml in einen Messzylinder (100 ml).	
7	<b>Überführe</b> die Lösung in den Messkolben (1000 ml).	
8	<b>Spüle</b> den Messzylinder (100 ml) mit destilliertem Wasser aus und überführe das Spülwasser in den Messkolben (1000 ml). <b>Fülle</b> mit destilliertem Wasser den Messkolben bis zur Markierung <b>auf</b> . <b>Schüttle</b> mit der Hand, bis eine vollständige Durchmischung stattgefunden hat.	
9	<b>Überführe</b> die Kaliumnitratlösung in eine Laborflasche (1000 ml) und spüle den Messkolben (1000 ml) mit destilliertem Wasser aus. <b>Beschrifte</b> die Laborflasche mit dem Filzstift mit der KNO <sub>3</sub> -Konzentration <u>0,01 g/L</u> .	
10	<b>Wiederhole</b> die Schritte 6 – 10 noch jeweils 2 x, in dem Du immer aus der zuletzt hergestellten KNO <sub>3</sub> - Konzentration 100 ml Lösung entnimmst und im Messkolben auf 1000 ml mit destilliertem Wasser auffüllst (Verdünnungsreihe).	

Du hast nun 4 verschiedene Flaschen mit den Kaliumnitratkonzentrationen 0,1; 0,01; 0,001 und 0,0001 g /L hergestellt.

## B) Vorbereitung der Untersuchung – Chemikalienlösungen herstellen

### Das brauchst Du dafür



Uhrglas



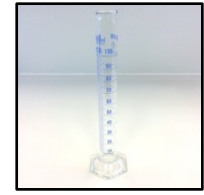
Laborwaage



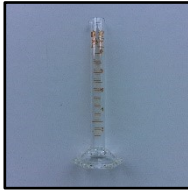
Becherglas  
(250 ml)



Laborlöffel



Messzylinder  
(250 ml)



Messzylinder  
(10 ml)



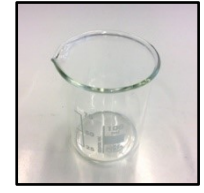
Magnetrührer mit  
Heizung



Magnetstäbchen



Laborflasche  
(250 ml)



Becherglas (100 ml)



α - Naphtylamin



Essigsäure



Sulfanilsäure



Natriumacetat



Dest. Wasser



Natriumhydroxid

### Materialien

<input type="checkbox"/>	1 x Becherglas (100 ml)
<input type="checkbox"/>	2 x Becherglas (250 ml))
<input type="checkbox"/>	Laborflasche (250 ml)
<input type="checkbox"/>	Laborlöffel
<input type="checkbox"/>	Laborwaage
<input type="checkbox"/>	Magnetrührer mit Heizung
<input type="checkbox"/>	Magnetstäbchen
<input type="checkbox"/>	Messzylinder (10 ml)
<input type="checkbox"/>	Messzylinder (250 ml)
<input type="checkbox"/>	2 x Uhrglas

### Chemikalien

	p - Sulfanilsäure
	Dest. Wasser
	$\alpha$ - Naphtylamin
	Essigsäure
	Natriumacetat
	Natriumhydroxid

### Gefahren



### Handhabung



### So geht's:

#### B) Vorbereitung der Untersuchung - Chemikalienlösungen vorbereiten

	Arbeitsschritt	Erledigt?
1	<b>Nimm</b> ein Uhrglas und <b>lege</b> es auf den Wägeteller der Laborwaage. <b>Drücke</b> die Taste „Tara“, damit sich die Waage auf Null stellt. <b>Wiege</b> 1,00 g Sulfanilsäure <b>ab</b> .	
2	<b>Nimm</b> ein Becherglas (100 ml) und <b>fülle</b> ca. 50 ml destilliertes Wasser <b>ein</b> .	
3	<b>Überführe</b> die Sulfanilsäure in das Becherglas (250 ml) und <b>spüle</b> mit ein wenig destilliertem Wasser <b>nach</b> .	
4	<b>Lege</b> das Uhrglas wieder auf den Wägeteller der Waage. <b>Drücke</b> die Taste „Tara“, damit sich die Waage auf Null stellt. <b>Wiege</b> 5,00 g Natriumacetat <b>ab</b> .	
5	<b>Überführe</b> das Natriumacetat in das Becherglas (250 ml) mit der Sulfanilsäure und spüle mit ein wenig destilliertem Wasser <b>nach</b> . <b>Rühre</b> mit dem Laborlöffel <b>um</b> , bis sich die Kristalle der beiden Chemikalien gelöst haben.	
6	<b>Nimm</b> ein Uhrglas und <b>lege</b> es auf den Wägeteller der Laborwaage. <b>Drücke</b> die Taste „Tara“, damit sich die Waage auf Null stellt. <b>Wiege</b> 0,10 g $\alpha$ - Naphtylamin <b>ab</b> .	
7	<b>Miss</b> mit dem Messzylinder (10 ml) <b>5ml</b> Essigsäure ab und gib diese in ein Becherglas (250 ml). <b>Fülle</b> ungefähr bis 100 ml mit destilliertem Wasser <b>auf</b> .	
8	<b>Überführe</b> das $\alpha$ - Naphtylamin in das Becherglas mit der Essigsäure aus Punkt 7.	
9	<b>Stelle</b> das Becherglas (250 ml) mit dem $\alpha$ - Naphtylamin auf den Magnetrührer mit Heizung. <b>Gib</b> ein Magnetstäbchen <b>dazu</b> . <b>Schalte</b> das Rührwerk <b>ein</b> . <b>Schalte</b> die Heizung auf ca. 200 °C <b>ein</b> .	

10	<b>Erhitze</b> so lange unter Rühren, bis sich das $\alpha$ – Naphtylamin aufgelöst hat.	
11	<b>Überführe</b> die Lösung in einen Messzylinder (250 ml). <b>Gib</b> die Chemikalienlösung aus Punkt 5 <b>dazu</b> . <b>Fülle</b> mit destilliertem Wasser auf 200 ml <b>auf</b> .	
12	<b>Überführe</b> die Lösung aus Punkt 11 aus dem Messzylinder (250 ml) in eine Laborflasche (250 ml), <b>verschieße</b> sie fest und <b>bewahre</b> sie an einem dunklen Ort <b>auf</b> .	
13	<b>Nimm</b> ein Uhrglas und <b>lege</b> es auf den Wägeteller der Laborwaage. <b>Drücke</b> die Taste „Tara“, damit sich die Waage auf Null stellt. <b>Wiege</b> 4,00 g Natriumhydroxid <b>ab</b> .	
14	<b>Überführe</b> das Natriumhydroxid in das Becherglas (100 ml) und <b>fülle</b> mit destilliertem Wasser auf 100 ml <b>auf</b> . <b>Rühre</b> mit dem Laborlöffel <b>um</b> , bis sich die Chemikalie aufgelöst hat.	

Nun sind deine Chemikalienlösungen zur photometrischen Bestimmung der Nitratgehalte von Wasserproben fertig.

## C) Durchführung der Untersuchung – Bestimmung der Eichgeraden

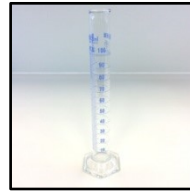
### Das brauchst Du dafür



Photometer



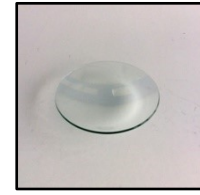
Probenflasche mit  
Wasserprobe



Messzylinder  
(100 ml)



Erlenmeyerkolben  
(250 ml)



Uhrglas



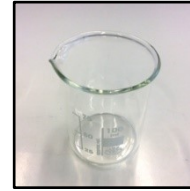
Laborlöffel



Magnetrührer



Magnetstäbchen



Becherglas (100 ml)



Einmalspritze  
(20 ml)



Einmalspritze (3 ml)



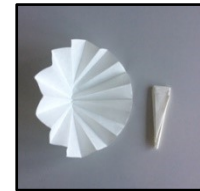
Einmalspritze (5 ml)



Stoppuhr



Pulvertrichter



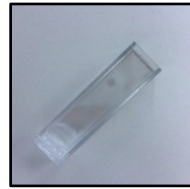
Filterpapier



Filzstift



Becherglas (250 ml)



Küvette



Küvettenständer



Zinkstaub



Destl. Wasser



Essigsäure



Natriumhydroxid-  
Lösung



Naphthylamin-Rea-  
genz

### Materialien


Becherglas (100 ml): je Standard und Probe je 1 Stück

Becherglas (250 ml): je Standard und Probe 2 Stück

Einmalspritze (20 ml)

Einmalspritze (3ml)

Einmalspritze (5 ml)

<input type="checkbox"/>	Erlenmeyerkolben (250 ml)
<input type="checkbox"/>	Filterpapier
<input type="checkbox"/>	Filzstift
<input type="checkbox"/>	Küvette (je Standard und je Probe 1 Stück)
<input type="checkbox"/>	Küvettenständer
<input type="checkbox"/>	Laborlöffel
<input type="checkbox"/>	Magnetrührer
<input type="checkbox"/>	Magnetstäbchen
<input type="checkbox"/>	Messzylinder (100 ml)
<input type="checkbox"/>	Probenflasche mit Wasserprobe
<input type="checkbox"/>	Pulvertrichter
<input type="checkbox"/>	Stoppuhr
<input type="checkbox"/>	Uhrglas

### Chemikalien

<input type="checkbox"/>	Zinkstaub
<input type="checkbox"/>	Dest. Wasser
<input type="checkbox"/>	Essigsäure
<input type="checkbox"/>	Natriumhydroxid-Lösung
<input type="checkbox"/>	Naphtylamin-Reagenz

### Gefahren



### Handhabung



So geht's:

C) Durchführung der Untersuchung – Bestimmung der Eichgeraden

	Arbeitsschritt	Erledigt?
1	<b>Schalte</b> das Photometer <b>an</b> und <b>lass</b> die Lampen aufwärmen. Das dauert normalerweise 15 Minuten.	
2	<b>Stelle</b> am Photometer eine Wellenlänge von 535 nm <b>ein</b> .	
3	<b>Miss</b> von jeder jeder Standardlösung (0,1; 0,01; 0,001; 0,0001 und 0 g /L) jeweils 50 ml in einem Messzylinder (100 ml) ab und <b>überführe</b> die Flüssigkeit jeweils in einen Erlenmeyerkolben (250 ml). <b>Beschrifte</b> jede einzelne Probe mit einem Filzstift.	
4	<b>Lege</b> ein Uhrglas auf die Laborwaage und drücke die Taste „TARA“, damit sie sich auf Null stellt. <b>Wiege</b> mit dem Laborlöffel 1,00 g Zinkstaub <b>ab</b> . <b>Überführe</b> den Zinkstaub in den ersten Erlenmeyerkolben (250 ml). <b>Wiederhole</b> diesen Schritt so oft, bis jeder Erlenmeyerkolben 1,00 g Zinkstaub enthält.	
5	<b>Gib</b> in jeden Erlenmeyerkolben mit der Einwegspritze (3 ml) 2 ml NaOH-Lösung.	
6	<b>Stelle</b> jeden Erlenmeyerkolben nacheinander auf den Magnetrührer, <b>gib</b> ein Magnetstäbchen <b>dazu</b> und <b>schalte</b> das Rührwerk <b>ein</b> und <b>rühre</b> so schnell <b>um</b> , dass sich die Lösung gut vermischt. <b>Stelle</b> auf der Stoppuhr 5 min. <b>ein</b> und <b>starte</b> die Stoppuhr. Alternativ kannst Du die Erlenmeyerkolben auch 5 min. schwenken.	
7	<b>Stelle</b> einen Pulvertrichter auf ein Becherglas (250 ml) und <b>lege</b> einen Faltenfilter <b>hinein</b> . <b>Überführe</b> die gerührte Standard- oder Wasserprobe in den Faltenfilter und <b>warte</b> , bis die Lösung in das Becherglas (250 ml) klar durchgelaufen ist.	
8	<b>Überführe</b> mit einer Einwegspritze (20 ml) aus jedem Becherglas (250 ml) 20 ml Flüssigkeit jeweils in ein beschriftetes Becherglas (100 ml).	
9	<b>Gib</b> mit der Einmalspritze (5 ml) in jedes Becherglas (100 ml) 5 ml Essigsäure.	
10	<b>Gib</b> mit der Einmalspritze (3 ml) in jedes Becherglas (100 ml) 1ml Naphtyalmin-Reagenz.	
11	<b>Stelle</b> die Stoppuhr auf 5 Minuten <b>ein</b> und <b>starte</b> sie. <b>Bereite</b> nun für jede Standardlösung eine Küvette im Küvettenständer <b>vor</b> .	
12	<b>Fülle</b> nach der abgelaufenen Zeit jeweils eine Küvette mit der entsprechenden Lösung und <b>überführe</b> sie ins Photometer.	



13	<p><b>Beginne</b> die photometrischen Messungen mit der Lösung, die Null g/L Nitrat enthält (Blindwert) und ziehe diesen Wert von allen anderen ermittelten Extinktionen ab. Normalerweise kann ein Photometer den Blindwert automatisch in Abzug bringen (Autozero). Miss die nachfolgenden Standardlösungen im Photometer.</p>	
----	--	--

#### D) Auswertung der Standardkonzentrationen und Erstellung einer Eichgeraden

Die Auswertung erfolgt, indem in einem Diagramm die gemessenen Extinktionswerte gegen die Nitratkonzentration aufgetragen werden. Im Optimalfall ergibt sich eine Gerade, die durch 0 | 0 verläuft.

Dieses Diagramm dient als Eichgerade.

Zur Erleichterung kann diese Berechnung auch mit Excel durchgeführt werden. Die Standardproben werden in ein x/y-Diagramm eingetragen, Excel kann daraus die Trendlinie errechnen und die entsprechende Gerade als Funktion ausgeben.

#### E) Durchführung der Untersuchung – Messung der Wasserproben

1	<p>Nun musst Du Deine Wasserproben noch aufbereiten und im Photometer messen. Da zu hohe Nitratkonzentrationen im Wasser das sensible System stören und zu verfälschten Extinktionswerten führen können, musst Du Deine Wasserproben zunächst 1:10 verdünnen. Bearbeite dann von jeder Wasserprobe zwei Proben, eine unverdünnte und eine verdünnte. Nach der Messung im Photometer entscheide Dich für die Probe zur weiteren Berechnung, deren Extinktion möglichst unter 1 liegt.</p>	
2	<p><b>Verdünne</b> jede Wasserprobe 1:10. <b>Nimm</b> dazu einen Messzylinder (100 ml), <b>gieße</b> aus jeder Probenflasche (die die Wasserprobe enthält) 10 ml Wasserprobe in den Messzylinder und <b>fülle</b> mit destilliertem Wasser auf 100 ml <b>auf</b>. <b>Überführe</b> die verdünnte Probe in ein Becherglas (250 ml).</p>	
3	<p><b>Führe</b> nun die Schritte 4 – 12 des Abschnitts C <b>durch</b>.</p>	
4	<p>Wenn Du die Proben im Photometer misst, brauchst Du einen Blindwert nicht mehr in Abzug zu bringen.</p>	

Die gemessenen Extinktionswerte der jeweiligen Wasserproben können nun in das Diagramm der Eichgeraden eingetragen werden, und man kann direkt aus dem Diagramm die Konzentration der Nitrationen aus der Wasserprobe in mg/L ablesen.

Ebenfalls ist es möglich, die Extinktionswerte in die vom Computer berechneten Funktion einzusetzen und daraus die Nitratkonzentration abzulesen. Bei den verdünnten Wasserproben muss der Wert noch mit 10 multipliziert werden, da sie vorher 1:10 verdünnt wurden (Schritt 2).