



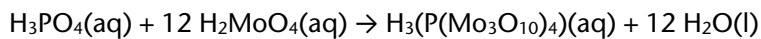
Øvelse:

Spektrofotometrisk bestemmelse af fosfat

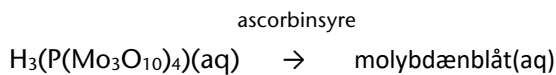
Baseret på side 21 og 44-45

En vandprøve, fx hanevand eller spildevand, kan undersøges for dens indhold af fosfat. I prøven kan fosfat optræde på flere former, H_3PO_4 , H_2PO_4^- , HPO_4^{2-} , PO_4^{3-} . Det afhænger af pH hvilken form der dominerer, se evt. kapitel 4, side 112-113, figur 154. Prøven kan også indeholde organisk bundet fosfat eller polyphosphater, men den type fosfat kan ikke bestemmes ved metoden som anvendes her.

Det er muligt at bestemme det samlede indhold af de fire nævnte phosphater ved hjælp af spektrofotometri, se kapitel 1, side 16-22. Først skal alle phosphaterne omdannes til phosphorsyre, H_3PO_4 , og derefter reagere med en forbindelse der kaldes molybdænsyre H_2MoO_4 :



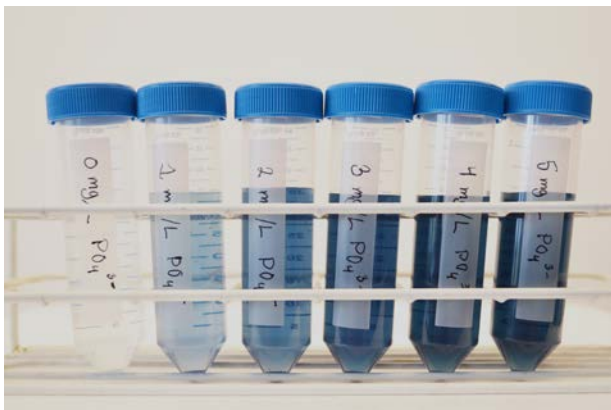
Derefter omdannes stoffet $\text{H}_3(\text{P}(\text{Mo}_3\text{O}_{10})_4)$ ved hjælp af ascorbinsyre til molybdænblåt hvis nøjagtige kemiske sammensætning ikke kendes.



Som det fremgår, er reaktionsforholdet mellem phosphorsyre (fosfat) og molybdænblåt 1:1.

Der fremstilles desuden en række standardprøver der er opløsninger med et kendt indhold af fosfat. Disse klargøres til spektrofotometri på samme måde som vandprøverne, se figur 1.

I forsøget anvendes enten engangsmaterialer eller også anvendes glasvarer der først er skyllet med 2 M HCl for at fjerne eventuelle rester af phosphatholdigt vaskemiddel, og derefter skyllet med demineraliseret vand.



Figur 1. Standardprøver af fosfat med et indhold på hhv. 0, 1, 2, 3, 4 og 5 mg PO_4^{3-} pr. liter klar til spektrofotometrisk måling.



Materialer

- Målekolber 25 mL, 6 stk. til blind- og standardopløsninger + ekstra til prøveopløsninger
- Falconrør 50 mL, 6 stk. til blind- og standardopløsninger + ekstra til prøveopløsninger
- 5 mL eller 1000 μ L mikropipetter med engangsspidser
- Diverse glasudstyr til fremstilling af fosfatreagens og fosfatstandardopløsning

Kemikalier til opløsninger

- Koncentreret svovlsyre
- Ammoniummolybdat, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
- Kaliumantimon(3+)oxidtartrat, $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$
- Vandfrit kaliumdihydrogenphosphat, KH_2PO_4
- Ascorbinsyre, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$

Opløsninger

Ufærdigt fosfatreagens:

- 13 g ammoniummolybdat $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ opløses i ca. 500 mL demineraliseret vand i en 1 L målekolbe.
- Der tilsættes 120 mL koncentreret svovlsyre hvorved heptamolybdat-ionen omdannes til molybdænsyre.
- Det afkøles, og der tilsættes 0,35 g kaliumantimon(3+)oxidtartrat $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ (virker som katalysator) i ca. 100 mL demineraliseret vand.
- Der efterfyldes med demineraliseret vand til mærket.

Færdigt fosfatreagens:

- Fosfatreagenset klargøres ved at tilsætte 1 g ascorbinsyre til 100 mL af det ufærdige fosfatreagens.
- Omryst grundigt til al ascorbinsyren er opløst. Det færdige reagens kan ikke gemmes.

Fosfatstandardopløsning (100 mg $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$): 0,143 g vandfrit KH_2PO_4 pr. liter opløsning. Lige før brug fortyndes opløsningen til de ønskede koncentrationer.

Fremgangsmåde

Prøver klargøres således:

- Blindprøve: Overfør 25,0 mL demineraliseret vand til et falconrør. Tilsæt 2,5 mL færdigt fosfatreagens. Skru låg på og omryst.
- Standardprøver: Ud fra fosfatstandardopløsningen og demineraliseret vand laves 5 prøver af 25 mL med koncentrationer på hhv. 1, 2, 3, 4 og 5 mg/ $\text{PO}_4^{3-}/\text{L}$. De tilsættes 2,5 mL færdigt fosfatreagens. Skru låg på og omryst. Figur 1 viser de færdige standardprøver.
- Vandprøver: Der udtages 25,0 mL prøver. Hvis der er tale om urensset spildevand, fortyndes prøverne op til 10 gange. En prøve overføres til falconrør og tilsættes 2,5 mL fosfatreagens. Skru låg på og omryst.

Alle prøverne skal stå mellem 10 og 30 min. før måling i spektrofotometer. Absorbanserne for alle prøverne måles overfor blindprøven. Der måles ved 882 nm.



Efterbehandling

Der tegnes en standardkurve med tilhørende forskrift på baggrund af standardprøverne (absorbans som funktion af fosfatindhold). Fosfatindholdet ($\text{mg PO}_4^{3-}/\text{L}$) i prøver beregnes ud fra forskriften, og beregningen kontrolleres ved sammenligning med standardkurven.

Resultatet diskuteres under inddragelse af fejlkilder.