

## Ćwiczenie 5

### Oznaczanie NO<sub>2</sub> w powietrzu atmosferycznym metodą spektrofotometryczną

Dwutlenek azotu powstaje we wszystkich procesach spalania, w wyniku utleniania wolnego azotu, zawartego w powietrzu.

Największe skażenie atmosfery dwutlenkiem azotu ma miejsce w okolicach o dużej koncentracji wszelkiego rodzaju palenisk (energetycznych, przemysłowych, domowych, a także silników spalinowych) a zwłaszcza w pobliżu dużych zakładów chemicznych przetwarzających azot (np.: produkcja nawozów azotowych, barwników). Dwutlenek azotu w powietrzu może reagować z wodą tworząc kwas azotowy, albo może być pobierany przez organizmy w stanie gazowym z powietrzem i wówczas powstają w tkankach takie związki jak kwas azotawy, azotyny i azotany – wszystkie o właściwościach toksycznych.

Opad kwasu azotowego powoduje u organizmów stosunkowo nieznaczne oparzenia lecz bardzo wyraźnie i trwale zakwasza glebę, która z czasem staje się martwa.

Emitowany do atmosfery NO<sub>2</sub> odgrywa ważną rolę w reakcjach fotochemicznych, prowadzących do tworzenia się ozonu oraz szeregu szkodliwych dla zdrowia związków organicznych.

Prawodawstwo polskie przewiduje maksymalne stężenie tlenków azotu w powietrzu atmosferycznym w przeliczeniu na N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>: średniodobowe – 200 µg/m<sup>3</sup> i jednorazowe dwudziestominutowe – 600 µg/m<sup>3</sup>.

Opracowano szereg metod oznaczania NO<sub>2</sub> w powietrzu, polegających na oznaczaniu powstałych przy pobieraniu próbki azotynów i azotanów ( $2\text{NO}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{HNO}_2 + \text{HNO}_3$ ). Najszersze zastosowanie posiadają metody: Saltzmana, Jacobs'a-Hochheisera i ich modyfikacje.

---

#### *Zasada metody*

Zmodyfikowana metoda Jacobs'a-Hochheisera polega na przepuszczeniu próbki powietrza przez roztwór wodorotlenku sodowego (zawierającego arsenin sodowy i kwas sulfanilowy) a następnie oznaczeniu w nim azotynów.

W wyniku działania jonów azotanowych na roztwór kwasu sulfanilowego tworzy się związek dwuazoniowy, który reaguje z roztworem chlorowodoru N-1-naftyloetylenodiaminy dając barwnik dwuazowy.

Intensywność powstałego azo barwnika jest proporcjonalna do stężenia dwutlenku azotu w próbce.

---

### ***Odczynniki***

#### 1. Płyn pochłaniający:

2 g NaOH, 0,2 g arseninu sodowego i 1,5 g kwasu sulfanilowego rozpuścić w wodzie redestylowanej i uzupełnić do objętości 200 ml.

#### 2. Roztwór chlorowodoru N-1-naftyloetylenodiaminy:

0,02 g chlorowodoru N-1-naftyloetylenodiaminy i 6 g kwasu szczawiowego rozpuścić w wodzie redestylowanej i uzupełnić tą wodą do objętości 100 ml.

#### 3. Wzorcowy roztwór azotynów:

0,15 g  $\text{NaNO}_2$  cz.d.a. rozpuścić w wodzie redestylowanej w kolbie miarowej o pojemności 1 dm<sup>3</sup>.

1 ml tego roztworu dopełnić w kolbie miarowej o pojemności 100 ml płynem pochłaniającym do kreski. 1 ml tego roztworu odpowiada 1  $\mu\text{g}$   $\text{NO}_2$ .

---

### ***Aparatura***

Aspirator do pomiarów gazowych zanieczyszczeń powietrza np. aspirator AG-1/220 V.

Płuczki do pobierania zanieczyszczeń gazowych o pojemności 10 ml.

Spektrofotometr.

---

### ***Pobieranie próbek***

Przez dwie płuczki połączone szeregowo, zawierające po 5 ml płynu pochłaniającego, przepuszczać powietrze z szybkością 10 dm<sup>3</sup>/h w ciągu 30 minut. Po pobraniu próbki uzupełnić zawartość płuczek wodą redestylowaną do objętości wyjściowej.

---

## Wykonanie oznaczenia

Przygotowanie roztworów wzorcowych.

Do sześciu probówek dodać: 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6 i 0,8 ml wzorcowego roztworu azotynów, co odpowiada: 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6 i 0,8  $\mu\text{g NO}_2^-$  i dopełnić do objętości 5 ml płynem pochłaniającym.

Następnie do wszystkich wzorców dodać po 3 ml roztworu chlorowodoru N-1-naftyloetylenodiaminy, zamieszać i po upływie 5 minut zmierzyć wartość absorpcji poszczególnych roztworów wzorcowych wobec ślepej próby przy długości fali  $\lambda = 550 \text{ nm}$ .

Wykreślić krzywą kalibracyjną zależności wartości absorpcji od stężenia  $\text{NO}_2$  w poszczególnych wzorcach.

Zmierzyć wartość absorpcji roztworów badanych.

---

## Opracowanie wyników

Stężenie dwutlenku azotu w powietrzu atmosferycznym obliczyć z wzoru:

$$X = \frac{(m_1 + m_2)}{V_N} [\text{mg} / \text{m}^3]$$

gdzie:  $m_{(1,2)}$  [mg] – ilość jonów azotanowych odczytana z krzywej wzorcowej,

$V_N$  [ $\text{m}^3$ ] – objętość pobranego powietrza w warunkach normalnych, którą oblicza się z wzoru:

$$V_N = \frac{V_t \cdot 273 \cdot p \cdot 1,333}{(273+t) \cdot 1013} [\text{m}^3]$$

gdzie:  $p$  [mm Hg] – ciśnienie barometryczne,

$t$  [ $^{\circ}\text{C}$ ] – temperatura powietrza w miejscu pobrania próbki,

$V_t$  [ $\text{m}^3$ ] – objętość powietrza w temperaturze ( $t$ ) pobrane do oznaczenia.

Przy przeliczaniu wartości otrzymanych dla dwutlenku azotu ( $\text{NO}_2$ ) na wartość dla pięciotlenku azotu ( $\text{N}_2\text{O}_5$ ) zastosować współczynnik przeliczeniowy 1,17.