СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ

СОВЕЩАНИЕ РУКОВОДИТЕЛЕЙ

ВОДОХОЗЯЙСТВЕННЫХ ОРГАНОВ СТРАН-ЧЛЕНОВ СЭВ

**УНИФИЦИРОВАННЫЕ МЕТОДЫ**

**ИССЛЕДОВАНИЯ КАЧЕСТВА ВОД**

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ С РЕАКТИВОМ НЕССЛЕРА

ЧАСТЬ I

Методы химического анализа вод

Том 1

ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ

Издание четвертое

МОСКВА -1987

**ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ С РЕАКТИВОМ НЕССЛЕРА**

Аммиак реагирует в щелочной среде с иодомеркуриатом калия, образуя осадок желто-коричневого цвета. При низкой концентрации аммиака получается коллоидный раствор, пригодный для колориме-трического определения.

Метод применим только для анализа чистой воды /например, питьевой/ или дистиллята, полученного во методу Кьельдаля. В связис часто появляющимися помехами, особенно в поверхностных водах, метод может быть рекомендован лишь для концентраций с выше 0,4 мг NH4+ в 1л. Можно определять фотометрически без разбавления концентрации от 0,06 до 4,0 мг NH+ в 1 л.

Мешающие влияния.

Определению мешают амины, хлорамины, ацетон, альдегиды, спирты и некоторые другие органические со-единения, реагирующие с реактивом Несслера. В их присутствии проводят определение аммиака с отгонкой.

Определению мешают компоненты, обусловливающие жесткость воды, железо, сульфиды, хлор, а также мутность. Мешающее влияние жесткости воды устраняют прибавлением раствора сегнетовой соли или комплексона III. Мутные растворы центрифугируют или фильтруют с помощью стеклянной ваты, стеклянного или освобожденного от ионов аммония бумажного фильтра.

Большое количество железа, сульфиды и муть удаляются при осветлении воды цинковой солью. К 100 мл пробы прибавляют 1 мл раствора сульфата цинка (100 г ZnSO4 H2O ч. д. а, растворяют в бидистилляте и разбавляют до 1 л) и смесь тщательно перемешивают. Затем рН смеси доводят до 10,5 добавлением 25%-наго раствора едкого кали или едкого натра. Проверяют рН стеклянным электродом. После взбалтывания и образования хлопьев осадок отделяют центрифугированием или фильтрованием через стеклянный фильтр. Увеличение объема жидкости необходимо учесть при расчете.

Мешающее влияние хлора устраняют добавлением раствора тио-сульфата или арсенита натрия (растворяют в бидистилляте 3,5 г Na2S2O3•5H2O ч. д. а, или 1,0 г Na3AsO3 ч. д. а, и доводят до 1 л). Для удаления 0,5 мг хлора достаточно прибавить 1 мл одного из указанных растворов.

Аппаратура

Фотометр с фиолетовым светофильтром ( = 400-425 нм). Кюветы с толщиной слоя 1-5 см или набор цилиндров Несслера емкостью 50 мл.

Реактивы

Бидистиллятбезаммиачный. Устраняют следы аммиака в бидистиллятефиль¬трованием через катионит в H+-форме.

РеактияНесслера. Растворяют 100 г HgI2 ч. д. а, и 70 г KI ч.д.а, в небольшом количестве бидистиллята и смешивают с раствором едкого натра, приготовленным растворением 160 г NaOH ч. д. а, в 500 мл дистиллированной воды. Смесь доводят бидистиллятом до 1 л. Применяется прозрачный раствор после отстаивания в тече¬ние по крайней мере 4 ч.

Тартрат натрия и калия (сегнетова соль), 50%-ный раствор. Растворяют 50 г KNaC4H4O6• 4Н20 ч. д. а, в бидистилляте, разбавляют до 100 мл бидистиллятом и прибавляют 0,2-0,5 мл реактива Несслера. Раствор можно применять после осветления.

Комплексен III, 50%-ный раствор. Растворяют 10 г NaOH ч. д. а, в 60 мл бидистиллята и в полученном растворе растворяют 50 г комплексона III. Смесь доводят бидистиллятом до 100 мл.

Едкий натр, ч. д. а., 15%-ный раствор в бидистилляте. Хлорид аммония, стандартный раствор.

Раствор А. Растворяют 0,2965 г NH4Cl ч. д. а, в бидистилляте и разбав¬ляют до 1 л. В 1 мл раствора содержится 0,100 мг NH+4. Раствор должен быть свеже¬приготовленным.

Раствор Б. Доводят 50,0 мл рабочего раствора А бидистиллятом до 1 л, в 1 мл раствора содержится 0,005 мг NH+4. Раствор должен быть свежеприготов¬ленным. Реактивы не должны содержать аммиак, что контролируется холостым опытом.

Калибровочная кривая. В мерные колбы емкостью 50 мл или в цилиндры Несслера с меткой на 50 мл последовательно прибавляют 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10; .; 40 мл рабочего стандартного раствора Б и объем доводят бидистиллятом до 50 мл. Полученные растворы с концентрациями 0; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,0; ..., 4,0 мг-ион NH+4 в 1 л обрабатывают описанным ниже способом и строят график зависимости оптической плотности от содержания аммиака; вводят поправку на холостой опыт. При сравнении в цилиндрах Несслера приготовляют шкалу только до концентрации NH+4 2 мгл.

Ход определения.

К 50 мл первоначальной пробы, или к 50 мл осветленной пробы, или к меньшему ее объему, доведенному до 50 мл бидибидистиллятом, прибавляют 1-2 капли раствора комплексона III или сегнетовой соли и смесь тщательно перемешивают. При анализе очень жестких вод нужно прибавить 0,5-1 мл раствора сегнетовой соли или комплексона III. Затем прибавляют 1 мл реактива Несслера и снова перемешивают. По истечении 10 мин колориметрируют или сравнивают с серией стандартов, пригото¬вленных в цилиндрах Несслера. Окраска смеси не изменяется в те¬чение 30 мин. Из величины оптической плотности вычитают опти¬ческую плотность холостого опыта. Если нужно, вычитают и опти¬ческую плотность пробы, к которой вместо реактива Несслерапри¬бавляют 1 мл 15%-нога раствора едкого натра, и по калибровочному графику находят содержание аммиака.

Расчет. Содержание NH+4 мг/л(х) или в мг-экв/л (у) вычисляют по формулам:

**

где с - найденная концентрация NH+4, мг1л V - объем пробы, взятой для анализа, мл; 18,04 - эквивалент NH+4; 50 - объем пробы, мл.

Округление результатов

Диапазон, мг/л 0,05-2,00 2,0-5,0 5,0-10,0 10,0-20,0

Округление .......

в мг/л 0,05 1,0 0,2 0,5

в мг-экв/л 0,002 0,005 0,01 0,02