СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ

СОВЕЩАНИЕ РУКОВОДИТЕЛЕЙ

ВОДОХОЗЯЙСТВЕННЫХ ОРГАНОВ СТРАН-ЧЛЕНОВ СЭВ

**ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ С САЛИЦИЛАТОМ НАТРИЯ**

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ С РЕАКТИВОМ НЕССЛЕРА

ЧАСТЬ I

Методы химического анализа вод

Том 1

ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ

Издание четвертое

МОСКВА -1987

**ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ С САЛИЦИЛАТОМ НАТРИЯ**

Определение основано на реакции нитратов о салицилатом натрия я концентрированной трихлоруксусной кислоты с образованием соли нитросалициловой кислоты, окра­шенной в желтый цвет. В среде трихлоруксусной кислоты устраняются мешающие влияния неустойчивых органических веществ, которые содержатся в серной кислоте. Интенсивность окраски прямо пропорциональна концентрации нитратов.

**Мешающие влияния**

Определению мешают нитраты, так как они увеличивают интенсивность окраски. Для их устранения к пробе воды перед фильтрованием через катионит прибавляют небольшое количество авида натрия. Ионы железа и другие мешающие катиониты устраняют, обрабатывая воду катионитом.

Иодиды и бромиды мешают определению, ослабляя окраску. Их содержание в обработанной пробе не должно превышать 0,01 мг.

Не мешают анализу содержащиеся в пробе воды хло­риды в количестве до 60 мг, фториды в количестве до 25 мг, сульфаты в количестве до 25 мг, фосфаты в коли­честве до 25 мг, сульфиты в количестве до 10 мг и бора ты в количестве до 1 мг ВО-2.

**Аппаратура**

Фотометр, фиолетовый светофильтр / λ=410*нм/.*

Кюветы с толщиной слоя 1-5 см. Колонка о катионитом в Н+-форме. Колонка представляет собой трубку диаметром 3 см, в нижней части снабженную фильтровальной пластинкой и краном. Трубку наполняют катионитом *в* Н+-форме с крупностью зерен от 0,5 до 1,0 мм. Колонку загружают на 10 см. Свежий катионит сначала тщательно промывают в стакане дистиллированной водой, затем обрабатывают 5%- ным раствором едкого натра, меняя раствор несколько раз/перевод в Nа+-форму/, и, наконец, несколько раз 5%- ным раствором соляной кислоты /перевод в Nа+-формулу/. Обменяя емкость применяемого катионита не должна снизиться более чем на 1%. Для регенерации катионит промы­вают приблизительно 500 мл 5%-ной HClна каждые 100 мл объема ионита. Кислоту пропускают через слой катионита с такой же скоростью, как и пробу воды приопределений /0,1 мл/с/. Наконец, катионит промывают дистиллирован­ной водой до нейтральной реакции фильтрата.

Реактивы Салицилат натрия, 1%-ный раствор, свежеприготовленный,

Трихлоруксусная кислота. К 240 г CCl3COOH прибавляют 25 мл дистиллированной во­ды,

Ед к и й натр, 30% -ннй раствор. Растворяют 30 г NaOHч.д.а. в дистиллированной воде и доводят объем до 100 мл.

Соляная кислота, приблизительно 5%-ный раствор.

Нитрат калия, стандартный раствор.

Основной раствор. Растворяют 0,1631 г КNO3ч«д.а., предварительно высушенного при 105°С до постоянного ве­са, в дистиллированной воде и доводят объем до 1 л. 1 мл раствора содержит 0,1 мг NO-3 . Разбавляют 20 мл основного раствора до 800 мл дистиллированной водой. Применяют только свежеприготовленный раствор. 1 мл ра­створа содержит 0,01 мг NO-3.

Калибровочная кривая. В колбу помещают 0,0; 2,5; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 40,0; 50,0 мл рабочего раствора, что соответствует содержанию нитрат-ионов 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 мг/л, до­водят объем дистиллированной водой до 50 мл и обрабаты­вают, как указано в ходе определения. Измеряют оптиче­скую плотность, вычитают поправку на холостой опыт о дистиллированной водой и строят график зависимости оп­тической плотности от концентрации раствора.

**Ход определения**

Отмеренное количество пробы, содержащей от 0,01 до 0,50 NO-3 , фильтруют черев колонку с катионитом со скоростью 0,1 мл/с. Затем колонку трижды промывают ди­стиллированной водой в количестве 10 мл и к фильтрату прибавляют по каплям едкий натр по щелочной реакции и 1,0 мл раствора салицилата натрия. Раствор выпаривают на водяной бане досуха, к горячему сухому остатку при­бавляют 2,0 мл трихлоруксусной кислоты так, чтобы бы весь был смочен, и оставляют стоять в течение 2-3 мин на водяной бане. После охлаждения прибавляют немного ди­стиллированной воды и 5,0 мл едкого натра, раствор перемешивают, переливают в мерную колбу емкостью 50 мл к до­водят дистиллированной водой до метки. Возникающая окра­ска устойчива в течение нескольких часов. Измеряют опти­ческую плотность при λ =410 нм /фиолетовый светофильтр/ в кюветах с толщиной слоя 1 - 5 см, вводят поправку на

холостой опыт и по калибровочной кривой находят содер­жание нитрат-ионов.

Расчет

Содержание нитрат-ионов /х/ в мг/л вычисляют по формуле:

где с - концентрация нитратов,найденная по калибро­вочной кривой, в мг/л;

50 - объем, до которого доведена проба перед измерением;

V - объем пробы, взятой для определения, в мл. Округление результатов

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Диапазон в мг/л | 0,10-1,00 | 1,0-2,0 | 2,0-5,0 | 5,0-10,0 |
| Округленле в мг/л | 0,05 | 0,1 | 0,2 | 0,5 |
| Округление в мг-экв/л | 0,001 | 0,002 | 0,005 | 0,01 |