СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ

СОВЕЩАНИЕ РУКОВОДИТЕЛЕЙ

ВОДОХОЗЯЙСТВЕННЫХ ОРГАНОВ СТРАН-ЧЛЕНОВ СЭВ

**ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ С АЛИЗАРИНКОМПЛЕКСОНОМ**

ЧАСТЬ I

Методы химического анализа вод

Том 1

ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ

Издание четвертое

МОСКВА -1987

**ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ С АЛИЗАРИНКОМПЛЕКСОНОМ**

Ализаранкомплексон в кислой среде имеет желтую окраску, в щелочной – красную.

С лантаном или церием /Ш/ этот индикатор образует комплексное соединение, окрашенное в красный цвет и в кислой среде. Фторид-ион, замещая одну из двух молекул воды, связанных координационно, образует тройкой комп­лекс сиреневое-синее соединение, интенсивность окра­ски которого поменяется при $ƛ$ = 610-620 мл. Присутст­вие незначительного избытка двойного комплексе /красного/ при этой длине волне проходящего света на опти­ческую плотность раствора практически не влияет.

Чувствительность метода составляет 0,1 мг/л.

Мешающие влияния

Из катионов наибольшее мешающее действие оказыва­ет алюминий, который свиливает фторид-ионн с образова­нием A1F2+ и A1F2+. Он допустим в концентрациях, не превышающих 1/3 концентрации фторид-ионов. При большем его содержали, а также при анализе вод сложного и неизвестного состава рекомендуется проводить отгонку, опи­санную ранее. Анализ обычных вод этим методом такой от­гонки не требует.

Аппаратура

Спектрофотометр или фотометр , оранжево-красный светофильтр / $ƛ$ = 610-620 нм/.

Кюветы с толщиной слоя 1 см.

Реактивы

Ализариикомплексон , 0,0005 мол/л раствор. В мерную колбу емкостью 1 л. помещают 0,1927 ализаринкомплексона 50-100 мл дистиллированной воды и вводят немного 0,1 мол/л раствора едкого натра для лучшего растворения ализаринкомпленсона. Когда весь реактив перейдет в раствор, разбавляют его приблизительно до 500 мл дистиллированной водой, прибавляют 0,25 г ацетата натрия приливают по каплям 0,1 мол/л раствор соляной кислоты, пока окраска жидкости не перейдет из красной в желтую /это соответствует рН около 5,0/. Затем, раствор доводят дистиллированной водой до отметки перевешивают. Хранить раствор в склянке из темного стекла.

Нитрат лантана или нитрат церия/Ш/, 0,0005 мол/л раствор. Растворяют в дистиллированной воде 216,6 мг La/ NO3/ .6Н80 или 217,1 мг Ce /NO3/ 3 .6Н2О и доводят объем до 1 л.

А ц т а т н ы й буферный раствор , рН = 4,6. В дистиллированной воде растворяю 105 г ацетата натрия, прибивают 100 мл ледяной уксусной кислоты или соответствующий атому содержанию объем разбавленной уксусной кислоты, доливают до 1 л дистиллированной водой и переманивают.

Фторид натрия, стандартный раствор. В дистиллированной воде растворяют 221,1 мг фторида натрия, разбавляют до 1 л и перемешивают. Отобрав 100 мл

Нитрат лантана или нитрат церия/Ш/, 0,0005 мол/л раствор. Растворяют в дистиллированной воде 216,6 мг La/ NO3/ .6Н20 или 217,1 мг Ce /NO3/ 3 .6Н2О и доводят объем до 1 л.

А ц т а т н ы й буферный раствор , рН = 4,6. В дистиллированной воде растворяю 105 г ацетата натрия, прибивают 100 мл ледяной уксусной кислоты или соответствующий атому содержанию объем разбавленной уксусной кислоты, доливают до 1 л дистиллированной водой и переманивают.

Фторид натрия, стандартный раствор. В дистиллированной воде растворяют 221,1 мг фторида натрия, разбавляют до 1 л и перемешивают. Отобрав 100 млполученного раствора, переносят в мерную колбу емкостью 1 л, разбавляют до метки и перемешивают. 1 мл полученного раствора содержит 10 мкг фторид-ионов.

Калибровочная кривая. В мерные колбы емкостью 60 мл помещают 0,5;1,0; 2,0; 5,0 и стандартного раствора фторида натрия осодержанием соответственно от 5 до 50 мкг фторид-ионов, приливают в каждую колбу вое необходимые по ходу определения реактива и определяют оптическую плотность полученных окрашенных растворов, как указано в ходе определения. Строям кривую в координатах концентрация F~ в мг/л - оптическая плотность.

Ход определения

В мерную колбу емкостью 60 мл помещают такой объем пробы, чтобы в нем содержалось от 5 до 60 мкг фторид-ионов /но не больше 35 мл/. Если содержание фторид-ионов меньше 150 мкг/л, пробу приходится предварительно упаривать.

Приливают 5 мл 0,0005 иол/л раствора ализарнокомплексона, 1 мл ацетатного буферного раствора, 5 мл 0,0006 мол/л раствора нитрата лантана или церия /Ш/ /порядок прибавлении реактивов следует строго соблюдать/, доливают до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и оставляют на 1 ч в темном месте. Затем переносят окрашенный раствор в кювету с толщиной слоя 1 см и измеряют оптическую плотность при ЛЛ=610-680 нм.

Расчет

Содержанке фторид-ионов /х/ в мг/л вычисляют по формуле:

$$x=\frac{a\*50}{V}$$

где а - концентрация фторид ионов, найденная по калибровачной кривой

50 - объём, до которого была разбавлена проба, в мл;

- объём пробы, взятой для определения, в мл.

Округление результатов

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Диапозон в мг/л | 0.1-1.0 | 1.0-2.0 | 2.0-5.0 | 5.0-10.0 |
| Округление в мг/л | 0.05 | 0.1 | 0.2 | 0.5 |