СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ

СОВЕЩАНИЕ РУКОВОДИТЕЛЕЙ

ВОДОХОЗЯЙСТВЕННЫХ ОРГАНОВ СТРАН-ЧЛЕНОВ СЭВ

**ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ С ДИФЕНИЛКАРБАЗИДОМ**

ЧАСТЬ I

Методы химического анализа вод

Том 1

ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ

Издание четвертое

МОСКВА -1987

**ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ С ДИФЕНИЛКАРБАЗИДОМ**

Хроматы и бихроматы реагирует в кислой среде с дифенилкарбазидом с образованием растворимого соединения красно-фиолетового цвета, пригодного для колориметрирования. Хром **/**У1**/** определяют непосредственно /вариант В/. Содержание хрома определяют после окисления персульфатом в кислой среде /вариант В/. Содержание хро­ма /Ш/ находят по разности между результатами определений, проведенных по вариантам А и В. При высоком содержании кальция содержание хрома определяют по варианту В. По описанной методике можно определить хром в неразбавленной пробе при содержании его от 0,05 до 1,0 мг в 1 л воды.

Мешающие влияния

Определению мешают присутствующие, в высоких концентрациях /свыше 2ОО мг/л/ Hg2+ и Hg2+2 -ионы. С дифенилкарбазидом вступают в реакцию и окрашивают раствор также ванадий и молибден /У1/, но они обычно отсут­ствуют в воде.

Мешает определению также железо /1 мг/л/, образующее с этим реактивом соединенные, окрашивают анализируемый раствор в желто-бурый цвет. Влияние железа можно частично устранить добавлением фосфорной кислоты, что предусматривается в ходе определении. В присутствии больших количеств марганца при окислении персульфатом осаждается гидроокись марганца, которую в таких случа­ях отфильтровывают через стеклянную фильтрующую пластин­ку или через стеклянную вату.

При определении хрома /У1/ на результаты может по­влиять то обстоятельство, что хромат или бихромат могут окислять некоторые содержащиеся в пробе вещества в ин­тервале времени между отбором пробы и ее анализом. В подобных случаях хром определяют непосредственно после отбора пробы.

В водах с высоким содержанием растворенных веществ могут оказывать мешающее влияние повышенные концентра­ции кальция, которые при пользовании серной кислотой в ходе определения дают помутнение, вызванное выделением сульфатов. В таких случаях рекомендуется применять ва­риант В, при котором вместо серной кислоты применяют трихлоруксусную кислоту.

В нейтральных или щелочных водах раздельное опре­деление хрома /У1/ и хрома /Ш/ затруднено тем, что при подкислении таких вод, если они /как это обычно быва­ет/ содержат восстановители: соли железа /П/, сульфиты, многие органические вещества и т.п., происходит восста­новление хрома /У1/ до хрома /Ш/.

В водах, окрашенных органическими веществами, фо­тометрически определить хром /У1/ трудно даже тогда, когда эти воды имеют кислую реакцию, и поэтому опреде­ляют только общее содержание хрома /см. "Общий хром"/.

Аппаратура

Фотометр, зелёный светофильтр / ƛ = 540 нм/.

Кюветы с толщиной слоя 1-5 см или на­бор цилиндров Несслера емкостью 100 мл.

Реактивы

Для приготовления реактивов рекомендуется применять бидистиллят, полненный в стеклянном приборе. Можно так­же пользоваться дистиллированной водой, подученной в стеклянном приборе.

Едкий натр ч.д.а., 1 *мол/л* раствор. Раст­воряют 40 г. NaOH ч.д.а. в дистиллированной воде и дово­дят объем до 1 л.

Серная кислота ч.д.а., 0.5 мол/л раст­вор. Приливают 28 мл концентрированной H2SO4ч.д.ак 500 мл дистиллированной воды и доводят объем до 1 л»

С е р н а а кислота ч.д.а. разбавленная*/1:1/.*

Фосфорная кислоте ч.д.а. концентрированная, 85%-ная.

Дифенилкарбазид1,0%-ный раствор в спирте. Растворяют 0,50 г дифенилкарбазидач.д.а., в 50 мл.спирта. Раствор хранят в коричневой склянке. Если раствор при стоянии окрасился, он для использования непригоден.

Персульфат аммония ч.д.а., 0,1%- ный раствор, свежеприготовленный.

Трихлоруксусная кислота, 1мог/л paствора. Растворяют 163,4 г трихлоруксуснойкислоты в дистиллированной воде и доводят объем до 1 л этойже водой.

Вихромат калия, стандартный раствор.

Основной раствор. Растворяют 2,8285 г K2Cr2O7ч.д.а.,высушенного при 105°С, в дистиллированной воде и доводят объем при 20°С до 1 л. 1 мл раствора содержит 1 мг Сг.

Рабочий раствор 1. Разбавляют 25,0 мл основного ра­створа дистиллированной водой и доводят объем до 500 мл.

1 мл раствора содержит 0,050 мг Сг .

Рабочий раствор П. Разбавляют 20,0 мл рабочего ра­створа 1 дистиллированной водой до 500 мл; применяюттолько свежеприготовленный раствор. 1 мл раствора содер­жит 0,002 мг Cr.

Для приготовления реактивов и разбавления пробы используют бидистилят, полученный в стеклянной приборе.

Калибровочная кривая. В ряд мерных колб емкостью 100 мл отмеривают 0,0; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 30,0; 40,0; 50,0 мл рабочего стандартного раствора П. После доведения объемов до 100 мл получают серию стандартов с концентрациями хро­ма 0,00; 0,02; 0,04; ... ;1,0 мг в 1 л. Затем проводят определение по варианту А. И в полученных значений опти­ческой плотности вычитают величину оптической плотности холостого определения и по полученным величинам строят график в координатах оптическая плотность - концентра­ция хрома.

При визуальном определении в цилиндры Несслера помещают 0,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; ...; 20,0 мл рабоче­го стандартного раствора, получая после разбавления во­дой до объема 100 мл серию стандартов с концентрациями 0,0; 0,04; 0,8; 0,12; ... ; 0,4 мг хрома в 1 л.

Ход определения

Вариант А.

Определение шестивалентного хрома.

В мерную колбу емкостью 100 мл или в цилиндр Нес­слера помещают такой объем прозрачной пробы, чтобы в нем содержалось от 0,005 до 0,1 мг хрома. Пробу нейтрализуют 1 мол***/л*** раствором едкого натра или 0,5 мол/л раствором серной кислоты. Необходимое количество щело­чи или кислоты устанавливают титрованием отдельной порции пробы. Затем приливают 1 мл серной кислоты /1:1/, 0,3 мл фосфорной кислоты, доводят объем дистиллированной водой до 100 мл и перемешивают. Добавляют 2 мл раствора дифенилкарбаеида и снова перемешивают, спустя 5-10 мин измеряют оптическую плотность или срав­нивают пробу со стандартными раствором, обработанный таким же способом. Зачем вг"иают к полученной величи­ны оптическую плотность холостого определения и по ка­либровочной кривой находят содержание хрома.

Вариант В.

Определение общего содер­жания хрома» 100 мл первоначальной неразбавленной, разбавленной или сконцентрированной выпаривани­ем пробы, содержаний в этом объеме 0,005-0,1 мг хроме, нейтрализуют 1 мол/л раствором едкого натра или 0,5 мол/л раствором сернойкислоты. Это количество щелочи или кислоты определяют титрованием другой порции пробы. Затем прибавляют 0,3 мл 0,5мо**л**/лраствора серной кис­лоты и 5-10 мл раствора персульфата аммония и кипятят раствор 20-25 мин /весь персульфат должен разложиться, так как следы его мешают последующему определению/. Ра­створ выпаривают примерно до 50 мл, переносят в мерную колбу емкостью 100 мл или в цилиндр Нессдера к продол­жают анализ по варианту А.

Вариант В

Определение при высоком содержании кальции. К 10-90 мл испы­туемой воды приблизительно нейтральной реакции, содер­жащей 0,005-0,1 мг хрома*/71****/,*** добавляют 2мл 1 мол/л раствора трихлоруксусной кислоты и 1 мл 1%-ного спирто­вого раствора дифенилкарбанида. Объем доводят дистилли­рованной водой до 100 мм , перемешивают 10 мин и намеря­ют оптическую плотность по отношению к холостому опыту.

Расчет

Содержании хрома /У1/ и общее содержание хрома /Х/ вычисляют по формуле:

$$x=\frac{c\*100}{V}$$

где с - концентрация хрома , найденного по калибровочной кривой или с разбавлением с серией стандартных растворов, в мг/л

100 - объем, до которого разбавлена пробы, в мл;

V - объем 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 |