главное управление

Гидрометеорологической службы

при совете министров ссср

\_\_\_\_\_\_\_\_\_

гидрохимический институт

**РУКОВОДСТВО**

**ПО ХИМИЧЕСКОМУ АНАЛИЗУ**

**ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОД СУШИ**

Под редакцией

д-ра хим. наук проф. а. д. семенова

гидрометеоиздат - ленинград 1977

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИНКА**

**Назначение метода.** Метод предназначен для анализа неокра­шенных и слабоокрашенных вод с содержанием цинка от 0,002 до 1 мг/л.

**Принцип метода.** Метод основан на распылении исследуемой пробы в воздушно-ацетиленовое или воздушно-пропан-бутановое пламя при помощи сжатого воздуха. Тепловой энергией пламени производится атомизация определяемого элемента. Атомное об­лако просвечивается специальной лампой. Атомы поглощают часть излучения, которое регистрируется фотоэлементом. При кон­центрации цинка от 0,1 мг/л и выше определение проводится не­посредственно из пробы воды. Если концентрация цинка менее 0,1 мл/г и минерализация воды не превышает 1 г/л, пробу кон­центрируют выпариванием. При минерализации воды более 1 г/л и содержании цинка менее 0,1 мг/л пробу концентрируют экстрак­цией металлоорганического комплекса в хлороформ.

**Характеристики метода.** Минимальная определяемая концен­трация цинка 0,1 мг/л при непосредственном определении из пробы. Относительное стандартное отклонение*U*при концентра­ции цинка от 0,1 до 1 мг/л составляет *2% (п* = 20). Минималь­ная определяемая концентрация цинка 0,005 мг/л при концентри­ровании пробы выпариванием. Относительное стандартное от­клонение *V* при концентрации цинка от 0,005 до 0,1 мг/л состав­ляет 5% (n = 10). Минимальная определяемая концентрация цинка 0,002 мг/л при концентрировании пробы экстракцией в хлороформ. Относительное стандартное отклонение *V* при концент­рации цинка от 0,002 до 0,1 мг/л составляет 5% (п = 10). Про­должительность определения единичной пробы при непосред­ственном определении составляет один час. Серия из 30 проб определяется в течение 7 ч.

При экстракции в хлороформ продолжительность определения одной пробы составляет 2 ч. Серия из 10 проб определяется в те­чение 14 ч.

При концентрировании выпариванием продолжительность оп­ределения одной пробы составляет 6 ч. Серия из 20 проб опреде­ляется за 10 ч.

**Мешающие влияния.** Определению мешают соли при содержа­нии более 2% в пробе. При концентрировании выпариванием может наблюдаться неполное растворение осадка раствором ки­слоты, что особенно заметно при повышенном содержании в воде соединений кремния. Мешающие влияния солей устраняют, при­меняя для концентрирования цинка метод экстракции.

**Ход определения.** 15—20 мл исследуемой пробы без предва­рительной подготовки помещают в стакан объемом 50 мл и в пробу опускают свободный конец капилляра распылителя спектрофо­тометра. Измеряют величину абсорбции исследуемой пробы (ƛ = 213,8 нм), которую по таблицам переводят в оптическую плот­ность. Содержание цинка (в мг/л) находят по калибровочной кривой. При содержании цинка менее 0,1 мг/л и минерализации пробы воды не более 1 г/л пробу концентрируют выпариванием. 100 мл пробы воды помещают в химический стакан объемом 100 мл. Добавляют 1 мл 6 н. соляной кислоты, ставят под электролампу 500 Вт, и выпаривают досуха. После выпаривания добавляют 5 мл 2 н. соляной кислоты, выдерживают 2 ч и измеряют величину абсорбции на спектрофотометре (ƛ= 213,8 нм). Содержание цинка (в мг/л) находят по калибровочной кривой.

При концентрировании экстракцией в качестве комплексообразователя рекомендуется диэтилдитиокарбамат натрия, в ка­честве органического растворителя—хлороформ.

Фильтрованную природную воду перед экстракцией рекомен­дуется прокипятить с соляной кислотой (10 мл 6 н. НС1 на 0,5 л воды) в течение 10 мин, чтобы перевести цинк из коллоидного со­стояния в ионное, особенно для загрязненных вод.

После остывания воду переливают в делительную воронку емкостью 0,5 л, затем добавляют 8 мл буферного раствора и раствором аммиака устанавливают величину рН, равную 5. Конт­роль величины рН проводят капельным методом с бромкрезоловым зеленым, применяя буферный раствор с величиной рН, равной 5. Для контроля величины рН капельным методом на стеклянную пластинку, покрытую парафином, наносят пипеткой каплю пробы из делительной воронки и рядом каплю буферного раствора. К каж­дой капле добавляют по одной капле раствора индикатора и сравни­вают окраску капель. Если окраска обеих капель одинакова, тонеобходимая величина рН достигнута. Если цвет капель разли­чается, то добавлением к пробе раствора аммиака или соляной кислоты добиваются совпадения окрасок. Таким методом вели­чина рН устанавливается с точностью ±0,1 единицы рН. Вели­чину рН можно контролировать и рН-метром.

После установления величины рН в делительную воронку вносят 5 мл свежеприготовленного водного 5%-ного раствора карбамата и 15 мл хлороформа, воронку встряхивают 3—5 раз, открывают пробку, чтобы выпустить газы, которые могут вытолк­нуть пробку во время экстрагирования. Затем делительную во­ронку энергично встряхивают в течение 2 мин и оставляют для расслаивания воды и хлороформа. Хлороформный слой сливают в воронку для реэкстракции объемом 100—150 мл. Затем в во­ронку с пробой воды добавляют около 2 мл хлороформа и, не встря­хивая, сливают хлороформ в воронку для реэкстракции, чтобы промыть спускную трубку. Экстрагирование повторяют, пока хлороформный слой не перестанет приобретать окраску. Обычно двух-трех экстракций бывает достаточно. При второй и следу­ющих экстракциях достаточно добавлять по 2—3 мл карбамата и по 10 мл хлороформа. Реэкстракцию проводят 10 мл2%-ного рас­твора соляной кислоты энергичным встряхиванием в течение 1 мин. Измеряют величину абсорбции на атомно-абсорбционном спектрофотометре (К = 213,8 нм). Содержание цинка в мг Zn/л находят по калибровочной кривой.

**Построение калибровочной кривой.** Для построения калибро­вочной кривой берут пять рабочих стандартных растворов объе­мом 15—20 мл с содержанием цинка 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 1 мг/л. Производят определение величины абсорбции, как описано выше (см. «Ход определения»).

Строят калибровочную кривую, откладывая на оси абсцисс концентрацию цинка (в мг/л), на оси ординат — оптическую плот­ность, найденную из таблиц по полученным величинам атомной абсорбции.

**Расчет.** Содержание цинка*Сх* находят по формуле

C:\DOCUME~1\Admin\LOCALS~1\Temp\FineReader10\media\image1.jpeg

где *С* — концентрация цинка, найденная по калибровочной кри­вой, мг/л;

К — степень концентрирования исходной пробы воды (в случае, если пробу не концентрируют, К = 1, если взять 100 мл и сконцентрировать до 5 мл,

К — 20, если взять 500 мл и скон­центрировать до 10 мл, К = 50 и т. д.)

**Реактивы**

* + 1. Соляная кислота HCl, 6 н., х. ч. Концентрированную со­ляную кислоту разбавляют в 2 раза и перегоняют в стеклянном перегонном аппарате с дефлегматором.
    2. Стандартные растворы цинка. Основной стандартный рас­твор, 1 г Zn/л. 1,000 г металлического цинка, х. ч., растворяютв мерной колбе на 1 л в небольшом количестве 6 н. НС1 и доводят объем раствора дважды дистиллированной водой до метки. Рас­твор должен быть примерно 1 %-ным по соляной кислоте.
    3. Рабочие стандартные растворы цинка в концентрациях от 0,1 до 1 мг/л готовят из основного стандартного раствора разбав­лением 1 %-ным раствором соляной кислоты.
    4. Раствор аммиака. Получают так же, как 6 н. соляную ки­слоту.
    5. Водный 5%-ный раствор диэтилдитиокарбамата натрия. Раствор фильтруют через рыхлый бумажный фильтр в делитель­ную воронку и взбалтывают с хлороформом около 1 мин, чтобы очистить реактив. Объем хлороформа равен примерно 0,1 объема карбамата. После отстаивания хлороформ сливают в приемник отходов, а раствор карбамата фильтруют через рыхлый бумажный фильтр.
    6. Буферный раствор с рН = 5, вводимый в пробу. Готовят из уксусной кислоты и 6 н. раствора аммиака.
    7. Буферный раствор с рН = 5, применяемый для контроля рН. Берут 30 мл 0,1 н. раствора NаОН и 50 мл 0,1 М раствора КНС8Н404 (бифталата калия 20, 4216 г/л) и доводят объем до 100 мл.
    8. 0,04%-ный раствор индикатора бромкрезолового зеленого, который используют для установления рН = 5.
    9. Хлороформ, х. ч.

**Посуда**

* + - 1. Колбы мерные: 1000 мл — 1 шт.

100 мл — 10 шт.

* + - 1. Стаканы химические: 100 мл — 30—40 шт.
      2. Воронки делительные: 1000 мл — 10 шт.

100—150 мл —10 шт.

* + - 1. Пипетки с делениями 1, 2, 5 и 10 мл — по 2 шт.

**Аппаратура**

1. Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

, 2. Лампа спектральная с полым катодом для цинка.

3. Электролампы типа ИКЗ 220—500 — 4 шт.