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

**СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С РЕАКТИВОМ ГРИССА**

**Назначение метода.** Метод применим для определения нитритов в поверхностных водах с содержанием от 0,007 до 0,35 мг N/л.

**Принцип метода.** Метод основан на способности первичных ароматических аминов в присутствии азотистой кислоты давать интенсивно окрашенные диазосоединения. Образование азокраски протекает по уравнению.



 Оптическую плотность образованного диазосоединения опре­деляют при К = 536 нм(v = 18600 см-1). Линейная зависимость между оптической плотностью растворов и концентрацией нитри­тов сохраняется в пределах от 0,007 до 0,350мгN/л.

**Характеристики метода.** Минимальная определяемая концен­трация 0,007мгN/л. Относительное стандартное отклонение*U*при концентрациях от 0,080 до 0,300мгN/л составляет *2%* (п = 30), при концентрациях <0,080мгN/л —10%. Продолжительность определения единичной пробы 50 мин. Серия из 6 проб опреде­ляется в течение 1 ч.

**Мешающие влияния.** Определению мешают сильные окисли­тели и восстановители в концентрациях, редко встречающихся в природных водах. Действие трехвалентного железа, двухва­лентной ртути, серебра, висмута, трехвалентной сурьмы, свинца, трехвалентного золота, хлорплатинатов и метаванадатов в сильнозагрязненных водах устраняется разбавлением исследуемой пробы дистиллированной водой, не содержащей нитритов.

**Ход определения.** 50 мл исследуемой воды(или меньший объем, доведенный до 50 мл дистиллированной водой) помещают в кони­ческую колбу на 100 мл, добавляют около 0,1 г сухого реактива Грисса (на кончике скальпеля) или 2,5 мл его раствора и тщательно перемешивают. Через 40 мин (по секундомеру) измеряют оптическую плотность раствора на пектрофотометре (ƛ = 536 им, v=18 600 см-1) или фотоэлектроколориметре (зеленый свето­фильтр) в кюветах с толщиной слоя 1 см против дистиллированном воды. При низких концентрациях нитритов (0,007—0,05 мг N/л) целесообразно использовать кювету с толщиной слоя 5 см (в этом случае при построении калибровочной кривой также используют кюветы с толщиной слоя 5 см). Одновременно производят опреде­ление оптической плотности исследуемой пробы воды без добавле­ния реактивов. Ее значение вычитают из оптической плотности пробы. Содержание нитритов в мг N/л находят по калибровочной кривой.

**Построение калибровочной кривой.** В мерные колбы емкостью 50 мл приливают 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 мл рабочего раствора и доводят объем до метки дистиллированной водой. Концентрации этих растворов соответственно равны: 0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,08; 0,10; 0,15; 0,20; 0,30 мг N/л. Производят определе­ние, как описано выше (см. «Ход определения», с. 290). Оптиче­скую плотность растворов измеряют против дистиллированной воды. Строят калибровочную кривую, откладывая на оси абсцисс концентрацию нитритов в мг N/л, на оси ординат — оптическую плотность.

**Расчет.** Содержание нитритов*Сх* вмгN/л рассчитывают по

формуле

*Сх = Сп,*

где С — концентрация нитритов, найденная по калибровочной кри­вой мг N/л; я — степень разбавления исходной пробы воды (в случае, если исследуемую пробу не разбавляют, п = 1; если взято 10 мл и разбавлено до 50 мл, п = бит. п.).

**Реактивы**

1. Реактив Грисса. Сухой готовый реактив Грисса, х. ч., пред­варительно растертый в ступке до однородной массы. Если готовый реактив отсутствует, его готовят следующим образом:

а) раствор *а*-нафтиламина. 0,2 г *а*-нафтиламина растворяют в нескольких каплях ледяной уксусной кислоты и доводят объем до 150 мл 12%-ной уксусной кислотой. Хранят в темной склянке с притертой пробкой несколько месяцев;

б) раствор сульфаниловой кислоты. 0,5 г сульфаниловой кис­лоты растворяют в небольшом количестве 12%-ной уксусной кис­лоты и доводят объем до 150 мл. Хранят в темной склянке с при­тертой пробкой несколько месяцев;

в) уксусная кислота, 12%-ная. 25 мл ледяной уксусной кис­лоты разбавляют дистиллированной водой до 200 мл. Хранят в склянке с притертой пробкой несколько месяцев.

Для работы растворы а-нафтиламина и сульфаниловой кислоты смешивают в равных объемах непосредственно перед употреблением.

1. Стандартные растворы азотистокислого натрия NaNOa,**х.** ч**.:**

а) запасной стандартный раствор, 250 мг N/л. 0,6157 г высу­шенного при 110° С и охлажденного в эксикаторе над хлористым кальцием нитрата натрия растворяют в мерной колбе на 500 мл дистиллированной водой. Хранят при температуре 3—5° С в те­чение нескольких недель;

б) рабочий стандартный раствор, 5 мг N/л. 5 мл запасного стан­дартного раствора разбавляют в мерной колбе на 250 мл дистилли­рованной водой. Готовят перед употреблением.

**Аппаратура.** Спектрофотометр или фотоэлекгроколориметр, (зеленый светофильтр, ƛ— 536 нм).

**Посуда**

1. Колбы мерные: 500 мл — 1 шт.

250 мл — 1 шт.

200 мл — 1 шт.

50 мл — 10 шт.

1. Колбы конические 100 мл — 10 шт.
2. Пипетки: 1 мл — 1 шт.

2 мл — 1 шт.

5 мл — 2 шт.

1. Склянки для реактивов — 4 шт.
2. Цилиндры: 25 мл — 1 шт.

200 мл — 2 шт.

1. Скальпель — 1 шт.
2. Эксикатор — 1 шт.