СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ

СОВЕЩАНИЕ РУКОВОДИТЕЛЕЙ

ВОДОХОЗЯЙСТВЕННЫХ ОРГАНОВ СТРАН-ЧЛЕНОВ СЭВ

**ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ С ДИТИЗОНОМ**

ЧАСТЬ I

Методы химического анализа вод

Том 1

ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ

Издание четвертое

МОСКВА -1987

**ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ С ДИТИЗОНОМ**

Ионы цинка можно экстрагировать не водного раствора раствором дитизона в четыреххлористом углероде. Образую­щийся комплекс дитизона с цинком имеет красный цвет, и интенсивность окраски пропорциональна концентрации цин­ка. Цинк вступает в реакции с дитизоном количественно в интервале значения рН 4-7. В этой среде с дитизоном реа­гируют также медь, кадмий, свинец, никель, кобальт, висмут, таллий, индий, ртуть, серебро, золото и палладий. Чтобы устранить мешающие влияния этих элементов, экстрак­цию проводят при рН 5 с добавлением тиосульфата и циани­да. В таких условиях с дитизоном помимо цинка peaгирyют только двухвалентное олово.

В обработанной пробе можно определить 0,005-0,030 мг цинка.

Мешающие влияния

Мешающие влияние большинства металлов устраняют об­работкой пробы до экстрагирования, как это предусмотрено в ходе определения. В присутствии мешающих катионов в концентрациях, превышающих 0,5 мг в обработанной про­бе, надо прибавить большее количество маскирующего ре­актива. Олово /П/ окисляется кипячением пробы с 0,5 мл 30%-ной перекиси водорода. Очень важно затем полностью удалить кипячением избыток перекиси водорода. Послеокисления пробу фильтруют и обрабатывают описанный ниже способом.

В пробе не должны присутствовать вещества, окисля­ющие дитизон с образованием окрашенных соединений. Так реагируют, например, хлор, бром, иод, перекиси, железо /Ш/ и т.д. Свободные галогениды удаляют из раствора ки­пячением, железо осаждают в щелочной среде едким натром и отфильтровывают. После фильтрования пробу нейтрализуюти обрабатывают указанным ниже способом.

Окрашенные вещества, экстрагируемые четыреххлористым углеродом, предварительно удаляются повторной эк­стракцией чистым растворителем. Последний экстракт дол­жен быть бесцветным. Только после этого экстрагируют ра­створом дитизона.

Большие количества органических веществ могут помещать экстрагированию и вызвать помутнение четыреххлористого углерода. Такие пробы минерализуют выпариванием с 1 мл концентрированной серной кислоты, 2 мл концент­рированной азотной кислоты и 0,6 мл 30%-ной перекиси водорода. Остаток после разложения растворяют в дистил­лированной воде.

Высокая чувствительность дитизонового метода требу­ет, чтобы при работе с этим реактивом соблюдались опре­деленные правила, особенно необходимы высокая степень чистоты применяемых реагентов, точное отмеривание реак­тивов и соблюдение одинакового хода определения а холо­стом о пяте. Необходимо до минимума сократить расход ре­активов, добавляемых при анализе /например, вместо нейтрализации сильнокислых вод лучше пробу полностью выпарить, а остаток растворить в дистиллированной воде; иногда прибавляют минимальное количество кислоты/.

Посуду для анализа следует тщательно промывать разбавленной азотной кислотой *и* раствором дитизона. Чистотупосуды, особенно делительных воронок, контролируют

разбавлением малого количества разбавленного раствора дитизона. Зеленая окраска последнего не должна изменяться.

Аппаратура

Фотометр, зеленый светофильтр ƛ=630нм/**.**

Кюветы втолщиной слоя 0,6-1. см.

Реактивы

дистиллированная вода. Для приготовления реактивов и разбавления проб воду нужно перегнать в стеклянном приборе.\*

Ацетат натрия, l0-% раствор. Растворяют 10 г СН3СОONa 3H2Oч.д.а. в дистиллированной во­де и разбавляют до 100 мл.

Маскирующий раствор:

а/ растворяют 0,15 г /NH4/2C2O4H2Oч.д.а\*, 1.5 г KCNч.д.а. и 24 г. СН3СОONa 3H2Oч.д.а. в 200 мл дистиллированной воде, затем добавляет 10 мл. 2 мол/л раствора NH­4OH/2,8 мл концентрированного раствора NH­4OHч.д.а. в 10 м**л** раствора/ и 70 мл 1 мол/л раствораHC1***./7*** мл концентрированнойHC1 ч.д.а. в 70 мл раствора/;

б/ растворяют 120г Na2S2О3 5Н2О в 200 мл дистиллированной воды,

Оба раствора соединяют и разбавляют водой до 1 л. Четыреххлористый углерод ч.д.а. или очищенный перегонкой.

Д и т и з о н , раствор для экстрагирования. Основной раствор. 50 мг дитизона растворяют в 100 мл четырёхлористого углерода в делительной воронке, добавляют 200 мл дистиллированной воды и 5-10 мл кон­центрированного раствора аммиака ч.д.а. Смесь тщательноперемешиваютв течение 8 мин. После разделения слоев четыреххлористый углерод сливают. В делительную воронку прибавляют 20 мл четыреххлористого углерода, смесь не­много взбалтывают, дают постоять и снова сливают слой органического растворителя. Трубку воронки высушивают фильтровальной бумагой, в воронку добавляют 200 мл че­тыреххлористого углерода и разбавленную соляную кислоту до явно кислой реакции. Смесь встряхивают до тек пор, пока выделенный дитизов не перейдет в четыреххлористый углерод.Слой растворителя сливают в другую воронку и трижды промывают порциями по 50 мл дистиллированной во­ды. Затем раствор дитизона переливают в коричневую склян­ку и осторожно наливают сверху 0,6%-ный раствор серной кислоты, содержащий 0,5% сернокислого гидразина NH2NH2H2SO4

Раствор хранят на холоду в темном помещении. Он устойчив в течение нескольких месяцев.

Рабочий раствор. К одной объемной части запасного раствора добавляют девять объемных частей четыреххлористого углерода. Раствор хранят в темной бутыли нахоло­ду; он устойчив примерно одну неделю.

Промывной раствор /фосфат натрия + сульфид натрия/. 6 Г Na2HPO412H2O ч.д.а. растворяют в 100 мл дистиллированной воды. рН раствора доводят до 11 добавлением 5 мол/л раствора NaOH/ Затем добавляют 10 мл 0,126 мол/л раствора сульфида натрия, полученного пропусканием сероводорода в 0,25 мол/л раствор едкого натра /10 г NaOH в 1 л дистиллированной воды/, рН этого раствора доводят до 8. Раствор сульфида применяют толь­ко свежеприготовленный.

Сульфат цинка, стандартный раствор.

Основной раствор. Растворяют 1,000 г цинка ч.д.а. в 10 мл концентрированной азотной кислоты ч.д.а., до­бавляют 5 мл серной кислоты и выпаривает на водянойбане допоявление белых паров H2S04. Затеи разбавляют дистиллированной водой до 1 л 1 мл раствора содержит 1,0 мг цинка.

Рабочий раствор 1. Смешивают 25 мл основного раст­вора с 5 мл концентрированной серной кислоты ч.д.а, и доводят объем дистиллированной водой до 1 л.. Применяют только свежеприготовленный раствор. 1 мл раствора со­держит 0,025 мг цинка.

Рабочий раствор П. К 20,0 мл рабочего раствора прибавляют 5 мл серной кислоты и доливают до 1 л дистиллирований водой. Применяют только свежеприготовленный раствор. 1мл раствора содержит 0,0005 иг цинка.

Калибровочная кривая. В делительные воронки отмеряют 0,00; 10,0; 20**,0;** 30,0; 40,0; 50,0; 60,0 мл рабочего стандартного раствора П, что со­ответствует после дополнения до 100 мл концентрациям, 0,00; 0,050; 0,10; 0,30 мг цинка **в** 1 л. Стандарт­ные растворы обрабатывают описанным ниже способом, на­меряют значение оптической плотности, вводят поправку на холостое определение и строят график в координатах оптическая плотность - концентрация цинка.

Ход определения

В делительную воронку помещают 100-200 ил пробы, в случае необходимости предварительно разбавляя ее или упаривая, чтобы содержание цинка в этой объеме оказалось в пределах 0,005-0,03 мг. Затем прибавляют 1 мл концент­рированной соляной кислоты ч.д.а., не содержащей цинка. Добавляют раствор ацетата натрия до рН 5 /проверяют ин­дикаторной бумажкой/ и 20 мл маскирующего раствора. По­сле перемешивания экстрагируют цинк 50,0 мл рабочего раствора дитизона. Встряхивают до тех пор, пока окраска раствора не перестанет изменяться. Если экстракт окрашенв интенсивно-фиолетовый или деже в красный цвет, экстракцию повторяют с меньшим объемом пробы. После полно­го разделения слоев сливают экстракт в другую делитель­ную воронку добавляют 10 мл промывного раствора, 15 мл дистиллированной воды и встряхивают до полного удаления дитизона из слоя четыреххлористого углерода /исчезнове­ние зеленой окраски/. После полного разделения слоев сливают слой органического растворителя в кювету /труб­ку делительной воронки предварительно высушивают фильт­ровальной бумагой/. Если раствор четыреххлористого уг­лерода окажется мутным, его фильтруют через маленький сухой бумажный фильтр. Первые 5 мл фильтрата отбрасы­вают, а остальные собирают в кювету и измеряют оптиче­скую плотность. Одновременно проводят холостой опыт со 100 мл дистиллированной воды, вводят поправку и по ка­либровочной кривой находят содержание цинка.

Расчет

Содержание цинка /х/ в мг/л определяют по формуле

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

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

100 - объем стандартного раствора в мл;

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

Округление результатов

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Диапозон в мг/л | 0,010-0,050 | 0,050-0,100 | 0,10-0,20 | 0,20-0,50 |
| Округление в мг/л | 0,002 | 0,005 | 0,01 | 0,01 |