

Методика определения нитритов с реактивом Грисса

ПДК нитритов в воде водоёмов 3,3 мг/л.

Принцип метода:

Метод основан на способности нитритных ионов давать интенсивно ок-рашенные диазосоединения с первичными ароматическими аминами. При определении используется реакция с сульфаниловой кислотой и альфа-наф-тиламином (реактив Грисса) с образованием розовой окраски, интенсивность которой пропорциональна содержанию нитритов в воде.

Предел обнаружения 0,002 мг/л. Диапазон измеряемых количеств нит-ритов в пробе 0,1 – 15 мкг.

Определению мешают взвешенные вещества, мутность, окраска воды, а также сильные окислители и восстановители. Обычно мутность и цветность удаляют фильтрованием и коагулированием.

Реактивы:

1. Реактив Грисса, сухой препарат или 10% раствор в 12% уксусной ки-слоте. Если нет готового сухого препарата, то его готовят следующим обра-зом. Растворяют 0,1 г альфа-нафтиламина в 100 мл дистиллированной воды при кипячении в течение 15 минут, охлаждают, добавляют 5 мл ледяной ук-сусной кислоты и 100 мл 1% сульфаниловой кислоты. Смесь хранят в склянке из темного стекла. Реактив должен быть бесцветным.
2. Уксусная кислота, 12% раствор. Дистиллированной водой разбавляют 25 мл ледяной уксусной кислоты до 200 мл (125 мл на 1 л).
4. Стандартные растворы нитрита натрия.

1) Основной раствор. В мерной колбе вместимостью 1 л в бидистиллированной воде растворяют 1,497 г высушенного при температуре 105 градусов по Цельсию нитрита натрия и доводят до метки. Раствор консервируют, прибавляя 1 – 2 мл хлороформа.

2) Рабочий раствор. Его готовят разбавлением основного раствора бидистиллированной водой в мерной колбе сначала в 100 раз, а затем полученный раствор еще в 10 раз. Применяют свежеприготовленным.

Ход определения:

В колбу или в стаканчик помещают 100 мл исследуемой воды, добавляют 5 мл 10% реактива Грисса и перемешивают. Окраска появляется через 40 минут и сохраняется в течение 3 часов. Через 40 минут растворы фотометрируют в кюветах с толщиной оптического слоя 5 см с зеленым светофильтром (длина волны 540 нм) по отношению к дистиллированной воде с добавлением реактива Грисса.

Содержание нитритов (мкг) находят по калибровочному графику или визуально сравнивая интенсивность окраски пробы и шкалы стандартных растворов.

Калибровочный график:

В ряд мерных колб вместимостью 50 мл вносят рабочий стандартный раствор в количестве 0 – 0,1 – 0,2 – 0,5 – 1 – 2 – 5 – 10 – 15 мл, что соответствует содержанию 0 – 0,1 – 0,2 – 0,5 – 1 – 2 – 5 – 10 – 15 мкг нитрит ионов. В колбы доливают дистиллированную воду до метки и прибавляют реактивы, как при анализе пробы, перемешивают и через 40 минут фотометрируют. Строят калибровочный график в координатах оптическая плотность - содержание нитритов (мкг) (см приложение №2).

Концентрацию нитритов (мг/л) рассчитывают по формуле:

$X=A/V$, где А – содержание нитритов, найденное по калибровочному графику или шкале стандартных растворов, мкг; V – объем пробы, взятой для анализа;

Например:

опыт №1: $D=0,22$, $C=1,0:100=0,01$

опыт №2: $D=0,24$, $C=1,11:100=0,0111$

опыт №3: $D=0,23$, $C=1,05:100=0,0105$

среднее значение: $D=0,23$, $C=1,05:100=0,0105$