

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Факультет природничих наук
Кафедра хімії

Затверджено на засіданні **кафедри хімії**
Протокол № 1 від 25.08 2020 р.

Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи з курсу
“Аналіз ґрунту і води”

Лабораторна робота №4

**СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ
НІТРИТІВ У ПРОМИСЛОВИХ ВОДАХ
(з реактивом Грісса)**

Підготувала

доц. Хацевич О.М.

Івано-Франківськ,

2020

Лабораторна робота № 4

Тема: Спектрофотометричне визначення нітритів у промислових водах за допомогою реактиву Грісса.

Мета: оволодіти методикою спектрофотометричного визначення нітритів у промислових водах. Проаналізувати запропоновані проби вод на присутність нітритів.

Реактиви: Реактив Грісса сухий препарат (або розчин); стандартні розчини натрію нітриту, 12 % ацетатна кислота.

Обладнання та реактиви.

Сульфанілова кислота; CH_3COOH конц.; α -нафтиламіну; натрій нітрит (висушений при 105°C); хлороформ;

мірні колби на 50 см^3 (10 шт.), піпетка на 1 см^3 (3 шт.), піпетка на 5 см^3 , піпетка на 20 см^3 (2 шт.), піпетка на 10 см^3 , стакан термостійкий на 250-400 см^3 ; спектрофотометр, кювети з $l = 1$ чи 5 см .

1. Хід роботи

1.1. Приготування розчинів та реактивів

Приготування реактиву Грісса:

0,5 г сульфанілової кислоти розчиняють в 150 мл 30 % розчину CH_3COOH ; до 0,2 г α -нафтиламіну додають 20 мл води і 150 мл 5 %-го розчину CH_3COOH ; змішують готові розчини α -нафтиламіну і сульфанілової кислоти у співвідношенні 1:1.

Основний розчин натрій нітриту. У мірній колбі об'ємом 1 л бідистильованою водою розчиняють 1,4970 г висушеного при 105°C натрію нітриту, доводять до мітки. У 1 мл міститься 1 мг NO_2^- . Розчин консервують, додаючи 1–2 мл хлороформу.

Робочий розчин натрій нітриту. Готують розведенням основного розчину бідистильованою водою в мірній колбі спочатку в 100 разів, а потім отриманий розчин ще в 10 разів. У отриманому розчині міститься 1 мкг/мл NO_2^- . Розчини застосовують свіжоприготовленими.

Розчин ацетатної кислоти 12 % - 25 мл крижаної CH_3COOH доводять дистильованою водою до позначки в мірній колбі на 200 мл.

1.2. Принцип методу

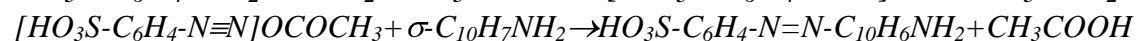
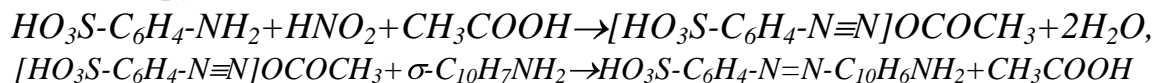
Метод ґрунтується на здатності нітрит – йонів давати інтенсивно забарвлені діазосполуки з первинними ароматичними амінами. При визначенні використовується реакція із сульфаніловою кислотою та α -нафтиламіном (реактив Грісса) з утворенням рожевого забарвлення, інтенсивність якого пропорційна вмісту нітритів у воді. Визначенню заважають завислі речовини, мутність розчину, забарвлення води, а також сильні окисники та відновники. Звичайно завислі речовини, мутність і забарвленість усувають фільтруванням і коагулюванням. До 300 мл проби води додають 0,5 г активованого вугілля чи гідроксиду алюмінію (0,5 г чи 2–4 мл суспензії), перемішують, відстоюють 15–20 хв. і фільтрують через

промий дистильованою водою беззольний фільтр «синя стрічка». Вплив окисників та відновників у забруднених водах усувають відповідним розведенням проби дистильованою водою. Висока чутливість методу вимагає, щоб дистильована вода і всі реактиви не були забруднені нітритами.

1.3. Методика визначення

У мірну колбу об'ємом 25 мл поміщають досліджувану воду, додають 0,1 г сухого реактиву Грисса (або 2 мл приготовленого розчину) і перемішують. Забарвлення з'являється через 40 хв. (або через 10 хв. при нагріванні на водяній бані при 50–60°C). Відповідно через 40 хв. (або 10 хв.) за допомогою фотоколориметру визначають оптичну густину розчину у кюветах з товщиною оптичного шару 2–5 см із зеленим світлофільтром ($\lambda = 530$ нм). У якості розчину порівняння використовують дистильовану воду з додаванням реактиву Грисса. Вміст нітритів у аналізованій пробі (мкг) знаходять за допомогою градуювального графіку.

Метод ґрунтується на взаємодії нітрит-йону з сульфаніловою кислотою, що входить до складу реактиву Грисса, з утворенням азосполук рожевого кольору



Метод дозволяє визначити від 0,005 до 0,03 мг NO_2^- .

Визначенню нітрит-йона заважають мутність і колір аналізованого розчину. Для його освітлення додають суспензію $\text{Al}(\text{OH})_3$.

2. Побудова градуювального графіку

У 6 мірних колб об'ємом 50 мл вносять робочий стандартний розчин нітритів (0,001 NO_2^- мг/мл) у кількості 0 – 1 – 2,0 – 3,0 – 5,0 – 10,0 мл. У колби доливають дистильовану воду до мітки і додають 0,1 г реактиву Грисса (або 2 мл приготовленого розчину Грисса), як при аналізі проби, перемішують та через 40 хв. (або через 10 хв. при нагріванні розчинів на водяній бані) вимірюють оптичну густину проб при вищевказаних умовах. Будують градуювальний графік у координатах: оптична густина – вміст нітритів (мкг).

3. Розрахунки

Вміст нітритів (C_x , мкг) у пробі розраховують за формулою:

$$C_x = (C_{\text{граф.}} \cdot 50) V_{\text{пр}}$$

де $C_{\text{граф.}}$ – концентрація нітритів у пробі, знайдена за допомогою градуювального графіку, мг/л;

50 – об'єм мірної колби;

$V_{\text{проби}}$ – об'єм проби, узятої для аналізу, мл.

Питання для самоконтролю

1. На чому ґрунтується спектрофотометричне визначення нітритів?
2. Які речовини заважають визначенню нітритів у воді за допомогою реактиву Грисса?
3. Як готують стандартний розчин натрій нітриту?
4. Опишіть методику приготування серії стандартних розчинів у фотометрії.