

KOLORIMETRICKÉ STANOVENIE DUSIČNANOV VO VODÁCH

E. HLUCHÁŇ, J. MAYER

Ústav hygieny v Bratislave

Dusičnany sa v čistých spodných a povrchových vodách nachádzajú bežne len v malých množstvách nepresahujúcich obvykle 5 mg NO_3^- /l. Vyšší obsah býva vo vodách znečistených organickými dusíkatými látkami, z ktorých mineralizačnými procesmi vznikajú dusičnany ako konečný produkt biochemickej oxydácie.

Význam dusičnanov v pitných vodách je v tom, že ich množstvo je cenným ukazovateľom staršieho znečistenia spodných vôd najmä výkalovými látkami. Súčasne z ich obsahu, ako aj z obsahu dusitanov, amoniaku a organicky viazaného dusíka môžeme usudzovať na mineralizačné pochody, ktoré prebiehajú pri filtrácii spodnej vody cez vrstvy pôdy. Veľkú dôležitosť má obsah dusičnanov v tých pitných vodách, ktoré slúžia pre zásobovanie detských zariadení, ako sú jasle a detské škôlky. Ich veľké množstvo môže zapríčiniť u dojčiat nebezpečnú „dusičnanovú cyanózu“ [1], zvlášť vtedy, ak sú prikrmované umelou výživou pripravenou pomocou takejto pitnej vody.

V povrchových vodách znečistených odpadovými vodami splaškovými obsah dusičnanov, ako aj obsah iných dusíkatých zlúčenín (amoniak, dusitany, organicky viazaný dusík) má význam pri hodnotení samočistiacich procesov v toku. Podobný význam majú dusičnany a dusíkaté zlúčeniny pri biologickom dočisťovaní odpadových vôd splaškových, kde na biologických telesách prebiehajú urýchlené biochemické pochody ako pri samočistení.

Dusičnany sa vo vodách stanovujú rozličnými metódami. Napríklad pri vyšších obsahoch sa používa vážkové stanovenie pomocou nitrónu [2], odmerné stanovenie indigokarmínom [3, 4] alebo odmerné stanovenie síranom železato-amónnym a chloridom cínatým [5]. Väčšie množstvá sa presnejšie stanovujú acidimetricky po redukcii dusičnanov Arndtovou zliatinou a vydestilovaním amoniaku [4].

Menšie obsahy sa zisťujú prevažne metódami kolorimetrickými. Z týchto najbežnejší je spôsob stanovenia brucínom a konc. kyselinou sírovou [4, 6] alebo kyselinou fenoldisulfónovou [7]. V menšej miere sú v praxi zavedené metódy určovania pomocou difenylamínu [8], rezorcinolu [9], brucínu s kyselinou štaveľovou [10] alebo salicylanu sodného s kyselinou sírovou [11]. Posledný spôsob je dostatočne citlivý a hodí sa zvlášť pre povrchové vody s malým obsahom dusičnanov.

V našich laboratóriách začali sme NO_3^- vo vodách stanovovať týmto spôsobom. Už v prvých pokusoch sa vyskytli určité nedostatky, ako napr. zafarbenie slepého pokusu zapríčinené konc. kyselinou sírovou alebo ovplyvnenie

výsledkov prítomnosťou vápnika, železa a iných katiónov, ktoré pri konečnej alkalizácii hydroxydom sodným tvoria zrazeniny. Ovplyvnenie výsledkov vápnikom bolo zrejme najmä pri tvrdých vodách. Rušivý vplyv je uvedený v ďalšej časti, kde uvádzame aj možnosť nahradenia kyseliny sírovej inými kyselinami, čím dosahujeme bezfarebný slepý pokus.

Experimentálna časť

Aparatúra

Kolorimetrické merania sme vykonali na Spekkerovom fotoelektrickom absorpciometri A. Hilger v 4 cm kvetke za použitia filtrov „H 503“ a „Spectrum violet 601“. Závislosť absorpcie od vlnovej dĺžky svetla sme zistili na spektrofotometri Coleman typu Junior.

Reagencie

Používané roztoky, a to hydroxyd sodný (30 g NaOH rozpustíme v destilovanej vode a doplníme na objem 100 ml), salicylan sodný (1 g $C_6H_4OH.COOH$ rozpustíme v destilovanej vode a doplníme na objem 100 ml), konc. kyselina sírová, štandardný roztok dusičnanu sodného (0,13708 g $NaNO_3$ rozpustíme v destilovanej vode a doplníme na objem 100 ml) sme pripravili z preparátov „pro analysi“. Kyselina trichlóroctová (240 g $CCl_3.COOH + 25$ ml destilovanej vody) bola bez bližšieho určenia čistoty. Použitý vymieňač iónov je značka „Katex FN“ čs. výroby.

Rušivý účinok vápnika a železa

Z katiónov prítomných vo vodách býva vápnik najbežnejšou zložkou odparku. Pri stanovení dusičnanov salicylanom sodným a kyselinou sírovou [11] sa tvorí zrazenina pri konečnej alkalizácii vzorky hydroxydom sodným. Zrazenina pozostáva najmä z nerozpusteného podielu síranu vápenatého, ako aj z málo rozpustného hydroxydu vápenatého, ktorý vzniká pri alkalizácii z rozpustenej časti síranu vápenatého. Okrem toho býva prítomný nerozpustný hydroxyd horečnatý, prípadne aj hydroxydy železa a mangánu. Vzniknutá zrazenina ovplyvňuje intenzitu žltého zafarbenia pravdepodobne jeho absorpciou. Toto ovplyvnenie výsledkov prítomnosťou vápnika i železa sme zistili pri tomto pracovnom postupe:

Do sklenených odparovacích misiek odmeriame zo štandardného roztoku odstupňované množstvo dusičnanov a pridáme rozličné množstvá chloridu vápenatého alebo chloridu železitého, ako je uvedené v tab. 1 a 2. Nato pridáme všade 1 ml roztoku salicylanu sodného a zriedime destilovanou vodou asi na objem 50 ml. Roztok odparíme na vodnom kúpeli do sucha. Po vychladnutí pridáme k odparku 1 ml konc. kyseliny sírovej tak, aby celý odparok bol okyslený. Necháme 10 minút pôsobiť, potom zriedime 6 ml destilovanej vody a pridáme 7 ml roztoku hydroxydu sodného (30 g NaOH na 100 ml). Obsah misky prelejeme do odmernej banky a doplníme roztokom 2,5 N-NaOH na objem 50,0 ml. Roztok sfiltrujeme od vzniknutej zrazeniny a zistíme intenzitu žltého zafarbenia. Nájdené výsledky sú v tab. 1 a 2.

Z výsledkov možno usudzovať, že pri tomto pracovnom postupe klesá intenzita zafarbenia so stúpajúcim obsahom vápnika alebo železa. Určité ovplyvnenie intenzity zafarbenia spôsobujú aj iné katióny, ktoré tvoria s hydroxydom sodným zrazeninu, ako aj niektoré katióny, ktorých zrazeniny sa v nadbytku ľúhu rozpustia. V tab. 4 je tento spô-

Tabuľka 1

pridané $\mu\text{g NO}_3^-$	nájdenná extinkcia za prítomnosti Ca^{2+} v mg						
	0	1,00	2,50	5,00	10,0	15,0	30,0
0	0,102	0,078	0,075	0,057	0,036	0,045	0,038
10,0	0,168	0,188	0,169	0,159	0,200	0,144	0,120
25,0	0,303	0,315	0,324	0,288	0,295	0,261	0,210
50,0	0,537	0,535	0,525	0,493	0,476	0,420	0,373

Tabuľka 2

pridané $\mu\text{g NO}_3^-$	nájdenná extinkcia za prítomnosti Fe^{3+} v mg						
	0	0,1	0,25	0,50	1,0	2,5	5,0
0	0,041	0,064	0,041	0,025	0,036	0,035	0,052
10,0	0,155	0,158	0,151	0,117	0,137	0,087	0,074
25,0	0,305	0,320	0,316	0,294	0,256	0,200	0,156
50,0	0,519	0,523	0,508	0,480	0,305	0,336	0,205

sob stanovenia dusičnanov za prítomnosti rozličných katiónov porovnaný s postupom, kde sa použil vymieňač iónov a vzorky boli spracované za použitia kyseliny trichlóroctovej.

Preto uvedený pracovný postup vyžaduje odstránenie rušivých prvkov, najmä bežne sa vyskytujúceho vápnika a niekedy aj železa. V ďalšej práci sme sa zamerali na odstránenie rušivých prvkov pomocou vymieňača iónov. Tiež zreteľne žltý slepý pokus sme odstránili tým, že sme použili kyselinu trichlóroctovú namiesto koncentrovanej kyseliny sírovej. Podobné vlastnosti má aj kyselina monochlóroctová. Kyselinu dichlóroctovú možno pridávať i do studeného odparku, kým kyselina monochlóroctová a trichlóroctová musia na odparok pôsobiť za tepla. Nevýhodou kyseliny dichlóroctovej, ktorú sme mali k dispozícii, je, že dáva zreteľne žltý slepý pokus.

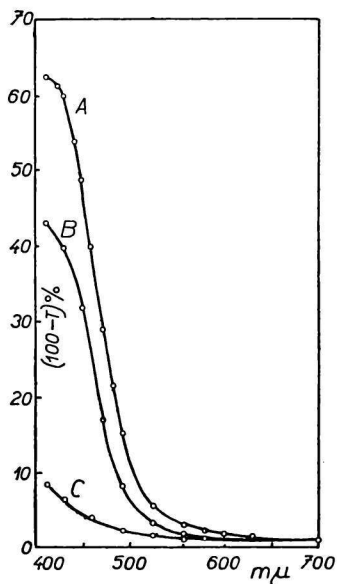
Svetelná absorpcia žltó sfarbených roztokov

Krivku závislosti absorpcie od vlnovej dĺžky (obr. 1) sme zistili pri troch koncentráciách dusičnanov: 0,00, 0,05 a 0,10 mg. Postup prípravy roztokov bol tento: Do roztoku dusičnanu sodného v destilovanej vode pridáme 1 ml roztoku salicylanu sodného a odparíme na vodnom kúpeli do sucha. K odparku pridáme za tepla 2 ml kyseliny trichlóroctovej a po 1—2 minútach zložíme misku z vodného kúpela. Po ochladení pridáme 5 ml hydroxydu sodného a zriedime destilovanou vodou na objem 50,0 ml. Po premiešaní sme roztoky premerali v Colemanovom kolorimetri a zistili sme svetelnú absorpciu v rozmedzí 410—700 $m\mu$. Krivka závislosti absorpcie od vlnovej dĺžky vykazuje maximum pri 410 $m\mu$. Preto všetky ďalšie merania sme robili pri svetelnom filtri „Spectrum violet 601“.

Platnosť Lambert—Beerovho zákona

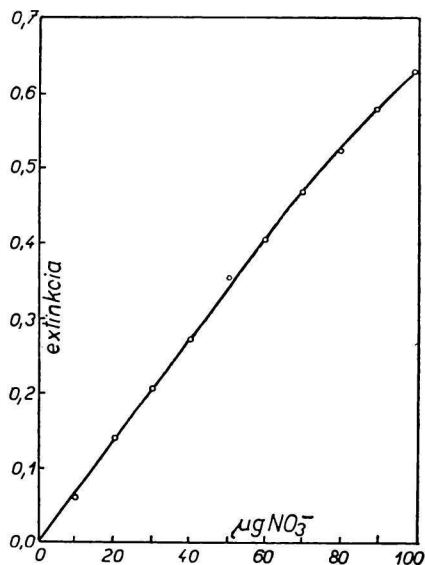
Rovnakým postupom sme pripravili na kolorimetriu roztoky s obsahom dusičnanov v rozmedzí 0,00—0,10 mg v objeme 50,0 ml. Intenzita žltého sfarbenia vyhovuje Lam-

bert—Beerovmu zákonu v rozsahu 0—70 $\mu\text{g NO}_3^-$ /50 ml pri použití 4 cm kyvety. Reprodukované výsledky možno dosiahnuť ešte pri obsahu 100 $\mu\text{g NO}_3^-$ /50 ml. Nájdené hodnoty sú na obr. 2.



Obr. 1. Závislosť absorpcie svetla od vlnovej dĺžky.

A = 0,10 mg NO_3^-
 B = 0,05 mg NO_3^-
 C = 0,00 mg NO_3^-



Obr. 2. Kalibračný graf pre dusičnany v rozmedzí 0—100 μg .

V prípade, že intenzita zafarbenia odpovedá hodnotám vyšším ako 70—100 $\mu\text{g NO}_3^-$, možno roztok dodatočne zriediť destilovanou vodou z pôvodného objemu 50,0 ml na objem 100,0 ml a potom vykonať meranie. Toto zriedenie treba brať do úvahy pri výpočte. Výhodné je roztoky, ktorých intenzita zafarbenia odpovedá vyšším hodnotám, kolorimetovať v kvetkách o menšej dĺžke.

Optimálne podmienky reakcie

Princíp metódy je založený na tom, že pri teplote vodného kúpeľa silnou kyselinou (kyselinou trichlóroctovou) vytlačíme kyselinu dusičnú z prítomných dusičnanov, ktorá potom nitruje kyselinu salicylovú na žltó zafarbené nitroderiváty.

K uvoľneniu kyseliny dusičnej nesmie dôjsť pri odparovaní vzorky na vodnom kúpeľi. Preto filtrát po výmene katiónov zalkalizujeme jednou kvapkou hydroxydu sodného. Táto alkalizácia je potrebná, ak pracujeme s vymieňačom iónov vo vodíkovom cykle. Pri výmene katiónov za sodík netreba vzorku alkalizovať.

Množstvo salicylanu sodného pod 0,5 ml dáva výsledky nižšie, množstvo nad 1,0 ml výsledky neovplyvňuje. Pri všetkých prácach sme používali prídavok 1,0 ml salicylanu

sodného. Potrebné množstvo kyseliny trichlóroctovej sme zistili pri rozličných koncentráciách dusičnanov, pričom množstvo kyseliny bolo odstupňované. Koncentrácia kyseliny trichlóroctovej má byť pokiaľ možno najvyššia. Preto sme používali roztok blízky nasýtenému roztoku (240 g kyseliny trichlóroctovej + 25 ml destilovanej vody). Pri použití zriedenejšej kyseliny trichlóroctovej musíme po pridaní k odparku zahrievať dlhšie na vodnom kúpeli, aby nastalo jej zahustenie. Malé množstvo, t. j. pod 0,5 ml nedáva spoľahlivé výsledky a často ani nestačí na okyslenie celého odparku. Pri viacerých pokusoch i pri vodách s vyšším odparkom bol prídavok 2 ml kyseliny trichlóroctovej najvýhodnejší. Doba zahrievania na vodnom kúpeli po pridaní kyseliny musí byť aspoň 1—2 minúty, aby kyselina trichlóroctová pôsobila za tepla. Za studena pridaná k odparku nevytlačí kyselinu dusičnú a teda po alkalizácii nenastane očakávané zafarbenie. Na neutralizáciu kyseliny trichlóroctovej a na alkalizáciu roztoku sa pridáva 5 ml hydroxydu sodného, čím sa zaistí silná alkalita vzorky.

Časová stálosť zafarbenia

Žlté zafarbenie roztoku sme vyšetrili na stálosť pri troch koncentráciách dusičnanov (0,000, 0,050, 0,100 mg NO_3^- v 50 ml). Pracovný postup bol ten istý, ako je uvedený pri svetelnej absorpcii žlto sfarbených roztokov. Z výsledkov uvedených v tab. 3 je zrejmé, že zafarbenie roztoku sa priebehom 4 hodín prakticky nemení.

Tabuľka 3

mg NO_3^- v 50 ml	extinkcia po dobe státia								
	hneď	5'	10'	15'	30'	60'	120'	180'	240'
0,000	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,004	0,005	0,004
0,050	0,365	0,360	0,365	0,365	0,360	0,355	0,355	0,360	0,355
0,100	0,630	0,630	0,630	0,630	0,625	0,630	0,620	0,625	0,620

Odstránenie rušivých účinkov katiónov

Stanovenie dusičnanov rušia niektoré katióny, preto je potrebné odstrániť ich pred vyvolaním zafarbenia. Za tým účelom sme vykonali pokusy s vyzrážaním vápnika, horčíka, železa a mangánu prídavkom roztoku sódy a ľúhu. Vzniknutú zrazeninu sme odfiltrovali a vo filtráte sme stanovili obsah dusičnanov. Výsledky nájdené pri tomto postupe neboli dostatočne presné, preto sme vyskúšali odstránenie katiónov pomocou vymieňačov iónov. Použili sme vymieňač „Katex FN“ vo vodíkovom cykle. Pripravené vzorky s obsahom 30,0 a 60,0 $\mu\text{g NO}_3^-$ sme za prítomnosti vždy jedného katiónu v množstve, ako je uvedené v tab. 4, filtrovali cez 7 cm vysoký stípec kationitu v rúrke o priemere 2 cm, ktorá bola v dolnej časti lievikovito zúžená. Rýchlosť filtrácie bola 20—30 kvapiek za jednu minútu pri zrnitosti kationitu 0,5—1,0 mm. K filtrátu sme pridali jednu kvapku hydroxydu sodného, 1,0 ml salicylanu sodného a odparili sme na vodnom kúpeli do sucha. K horúcemu odparku sme pridali 2,0 ml kyseliny trichlóroctovej a po vychladnutí sme zalkalizovali 5,0 ml hydroxydu sodného a doplnili destilovanou vodou na objem 50,0 ml. Kolorimetricky sme určili intenzitu zafarbenia.

V tab. 4 uvádzame výsledky nájdené vo vzorkách pri obsahu 30,0 a 60 $\mu\text{g NO}_3^-$ za prítomnosti jednotlivých katiónov, ktoré sme pred vyvolaním zafarbenia odstránili filtrá-

Tabuľka 4

pridané $\mu\text{g NO}_3^-$	za prítomnosti		postup s kationitom a kys. trichlóroctovou		postup bez kationitu s kys. sírovou	
	iónu	zo zlúčeniny	nájdené $\mu\text{g NO}_3^-$	rozdiel $\mu\text{g NO}_3^-$	nájdené $\mu\text{g NO}_3^-$	rozdiel $\mu\text{g NO}_3^-$
30			28,5	-1,5	28,0	- 2,0
30			31,0	+1,0	31,5	+ 1,5
60			61,0	+1,0	60,0	0,0
60			59,5	-0,5	55,5	- 4,5
30	5 mg Ca	CaCl ₂	28,0	-2,0	34,0	+ 4,0
30			31,5	+1,5	40,0	+10,0
60			58,5	-1,5	54,0	- 6,0
60			64,0	+4,0	50,5	- 9,5
30	5 mg Mg	MgSO ₄	36,5	+6,5	37,0	+ 7,0
30			29,0	-1,0	37,0	+ 7,0
60			59,0	-1,0	67,0	+ 7,0
60			57,5	-2,5	63,0	+ 3,0
30	1 mg Mn	MnSO ₄	32,0	+2,0	80,0	+50,0
30			33,5	+3,5	100,0	+70,0
60			60,0	0,0	> 100,0	> +40
60			61,5	+1,5	> 100,0	> +40
30	1 mg Fe	NH ₄ Fe(SO ₄) ₂	31,0	+1,0	44,0	+14,0
30			29,5	-0,5	25,5	- 4,5
60			62,5	+2,5	40,5	-19,5
60			60,5	+0,5	37,0	-23,0
30	1 mg Al	Al ₂ (SO ₄) ₃	31,0	+1,0	42,0	+12,0
30			33,0	+3,0	42,0	+12,0
60			60,0	0,0	61,5	+ 1,5
60			57,5	-2,5	79,0	+19,0
30	1 mg Zn	ZnSO ₄	30,5	+0,5	35,0	+ 5,0
30			34,5	+4,5	42,0	+12,0
60			60,5	+0,5	69,5	+ 9,5
60			56,5	-3,5	67,5	+ 7,5
30	1 mg Cr	KCr(SO ₄) ₂	34,0	+4,0	39,5	+ 9,5
30			34,0	+4,0	44,0	+14,0
60			59,5	-0,5	71,5	+11,5
60			58,0	-2,0	59,5	- 0,5
30	1 mg Cu	CuSO ₄	33,5	+3,5	38,0	+ 8,0
30			32,5	+2,5	56,5	+26,5
60			64,5	+4,5	86,5	+26,5
60			58,5	-1,5	67,0	+ 7,0
30	1 mg Ni	NiSO ₄	30,5	+0,5	39,0	+ 9,0
30			37,0	+7,0	45,0	+15,0
60			61,5	+1,5	75,5	+15,5
60			60,0	0,0	65,5	+ 5,5
30	1 mg Co	CoSO ₄	34,0	+4,0	50,0	+20,0
30			30,0	+0,0	54,0	+24,0
60			62,5	+2,5	72,0	+12,0
60			59,5	-0,5	74,0	+14,0

ciou cez vymieňač iónov. Na porovnanie sú uvedené aj výsledky zo vzoriek, ktoré tak isto obsahovali 30,0 a 60,0 $\mu\text{g NO}_3^-$ za prítomnosti uvedených katiónov, avšak tieto vzorky sme spracovali tak, že po odparení so salicylanom sodným sme odparok okyslili konc. kyselinou sírovou a po alkalizácii hydroxydom sodným sme prípadne vylúčenú zrazeninu príslušného katiónu odfiltrovali a filtrát doplnili na objem 50,0 ml. Intenzitu zafarbenia sme zistili kolorimetricky. Nájdené výsledky líšia sa od pridanej hodnoty 30 $\mu\text{g NO}_3^-$ pri použití vymieňača iónov v rozmedzí od $-2,0$ do $+7,0 \mu\text{g NO}_3^-$, kým pri druhom spôsobe značne kolíše (rozdiely pridaných a nájdených hodnôt sú od $-4,5$ do $+70,0 \mu\text{g NO}_3^-$). Z toho je zrejmé, že použitie vymieňača iónov výsledky stanovenia značne spresňuje.

Vplyv aniónov

Pri filtrácii vzorky vody cez kationit vymenia sa všetky katióny za vodík a tým sa odstránia. Anióny prítomné vo vode prechádzajú do filtrátu. Dusičnany sme stanovili za prítomnosti odstupňovaných množstiev jednotlivých aniónov a zistili sme, že stanovenie nebolo rušené pri týchto aniónoch:

chloridy do obsahu 50 mg	} v spracovanom množstve vzorky vody
fluoridy do obsahu 25 mg	
sírany do obsahu 25 mg	
fosforečnany do obsahu 25 mg	
siričitany do obsahu 10 mg	
boritany do obsahu 1 mg	

Rušivo však pôsobí prítomnosť dusitanov, jodidov a bromidov. Rozsah ovplyvnenia za prítomnosti rozličných množstiev týchto aniónov vyplýva z tab. 5.

Tabuľka 5

pridané $\mu\text{g NO}_3^-$	nájdená extinkcia za prítomnosti dusitanu v m \bar{z}							
	—	0,1	0,5	1,0	2,5	5,0	10,0	25,0
50	0,350	0,572	0,915	1,258	1,415	1,420	1,425	1,425
	nájdená extinkcia za prítomnosti jodidu v mg							
	—	0,01	0,025	0,05	0,075	0,100	0,50	1,00
50	0,362	0,335	0,355	0,349	0,307	0,289	0,103	0,094
	nájdená extinkcia za prítomnosti bromidu v mg							
	—	0,01	0,025	0,05	0,075	0,100	0,50	1,00
50	0,369	0,377	0,350	0,273	0,277	0,202	0,089	0,054

Dusitany zvyšujú intenzitu zafarbenia, zatiaľ čo jodidy a bromidy zafarbenie zoslabujú. Dusitany možno rozrušiť tým, že ku vzorke vody pred filtráciou cez kationit pridáme

malé množstvo azidu sodného a potom filtrujeme cez vymieňač iónov. Obsah jodidov alebo bromidov nemá byť v spracovanom množstve vzorky vody väčší ako $10 \mu\text{g J}^-$ alebo Br^-

Praktická aplikácia

Odmerané množstvo vzorky vody prefiltrujeme cez stĺpec kationitu rýchlosťou 20—30 kvapiek za jednu minútu. Stĺpec trikrát premyjeme 10 ml destilovanej vody a k filtrátu pridáme kvapku hydroxydu sodného a 1,0 ml salicylanu sodného. Odparíme na vodnom kúpeli do sucha. K horúcemu odparku na vodnom kúpeli pridáme 2,0 ml kyseliny trichlóroctovej tak, aby celý odparok bol ovlhčený, a necháme pôsobiť 1—3 minúty. Po ochladení zriedime destilovanou vodou a zalkalizujeme 5,0 ml hydroxydu sodného, prelejeme do odmernej banky o obsahu 50,0 ml a doplníme destilovanou vodou po značku. Roztok kolorimetrujeme vo vhodnom kolorimetri.

Poznámka

V odpipetovanom množstve vzorky vody nemá byť viac ako 0,1 mg NO_3^- . Za prítomnosti dusitanov pridáme pred filtráciou cez kationit asi 10—20 mg azidu sodného a potom filtrujeme. Za prítomnosti viac ako $10 \mu\text{g}$ jodidov alebo bromidov v spracovanom množstve vzorky vody sú výsledky nepresné. Používaný vymieňač iónov udržujeme stále pod vodou. Regenerujeme 5 % kyselinou soľnou.

Súhrn

Bola vypracovaná kolorimetrická metóda stanovenia malých množstiev dusičnanov vo vodách pomocou salicylanu sodného a kyseliny trichlóroctovej. Maximum svetelnej absorpcie žltó sfarbených roztokov je pri $410 \text{ m}\mu$. Priama závislosť intenzity zafarbenia od obsahu dusičnanov je pri použití 4 cm kyvetky do $70 \mu\text{g NO}_3^-$ v 50 ml. Rušivé vplyvy katiónov boli eliminované filtráciou vzorky vody cez vymieňač iónov. Z aniónov rušia dusitany, ktoré zvyšujú intenzitu zafarbenia roztokov; možno ich však rozrušiť prídavkom malého množstva azidu sodného k vzorke vody pred filtráciou cez vymieňač iónov.

Z ostatných preskúšaných aniónov bol zistený rušivý vplyv jodidov a bromidov, ktoré znižujú intenzitu žltého zafarbenia už pri obsahu rad $25 \mu\text{g}$ jodidu alebo bromidu v spracovanom množstve vzorky.

КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АЗОТНОКИСЛЫХ СОЛЕЙ В ВОДАХ

Е. ГЛУХАНЬ, Я. МАЙЕР
Институт гигиены в Братиславе

Выводы

Был проработан колориметрический метод определения малых количеств азотнокислых солей в водах при помощи содной соли салициловой кислоты и трихлоруксусной кислоты. Максимальная светловая абсорбция растворов, окрашен-

ных в желтый цвет, находится при 410 $m\mu$. Прямая зависимость интенсивности окрашивания, в зависимости на содержании азотнокислых солей при применении 4 см киветы, находится при концентрации 70 $\mu g NO_3^-$ в 50 мл. Нарушающее влияние катионов было элиминировано фильтрацией проб воды ионообменниками. Из анионов мешают азотнокислые соли, которые увеличивают интенсивность окраски растворов; их можно разрушить придачей малого количества азида натрия к пробе воды перед фильтрацией через ионообменники.

Из остальных испытанных анионов неблагоприятное влияние оказывали соли иода и брома, которые увеличивали интенсивность желтой окраски при содержании превышающим 25 μg иодистой или бромистой соли в обрабатываемом количестве воды.

Поступило в редакцию 10. II. 1956 г.

KOLORIMETRISCHE BESTIMMUNG VON NITRATEN IM WASSER

E. HLUCHÁŇ, J. MAYER

Hygienisches Institut in Bratislava

Zusammenfassung

Es wurde eine kolorimetrische Methode zur Bestimmung kleiner Nitratmengen in Wasser mittels Natriumsalicylat und Trichloressigsäure ausgearbeitet. Das Maximum der Lichtabsorption der gelbgefärbten resultierenden Lösungen liegt bei 410 $m\mu$. Bei Verwendung einer 4 cm-Küvette besteht eine direkte lineare Abhängigkeit der Intensität der Färbung bei einem Nitratgehalt bis zu 70 $\mu g NO_3^-$ in 50 ml. Störende Einflüsse der Kationen wurden durch Filtration der Probe durch eine Ionenaustauschssäule eliminiert. Von den Anionen stören Nitrite durch Erhöhung der Farbtintensität der Lösungen, man kann sie jedoch durch Zugabe einer kleinen Menge von Natriumazid zur Probe vor der Filtration durch die Ionenaustauscher unschädlich machen.

Von den übrigen geprüften Anionen stören Jodide und Bromide die Reaktion durch Verminderung der Intensität der Gelbfärbung, u. zw. schon in Mengen von 25 μg Jodid oder Bromid in der zur Analyse verwendeten Probe.

In die Redaktion eingelangt den 10. II. 1956

LITERATÚRA

1. Vymětal F., Hrubý M., Čsl. Hyg. Epid. Mikrobiol. Imun. 1, 153—161 (1952).
2. Welcher J. F., *Organic analytical reagents III*, New York 1949.
3. Mayer O., Z. Lebensmitt-Untersuch. 66, 193—200 (1933).
4. *Jednotné analytické metody-JAM*, č. 2, Voda, Min. potrav. priem., Praha 1953.
5. Szabó Z. G., Bartha L. G., Simon—Fiala, Acta chim. Acad. Sci. hung. 3, 231 (1953).
6. *Einheitsverfahren der Physikalischen und Chemischen Wasseruntersuchung*, Berlin 1940.
7. *Standard Methods for the Examination of Water and Sewage*, IX. vyd., New York 1946.
8. Dračev S. M., Razumov A. S., Brujevič S. V., Skopincev A. V., Golubeva M. T., *Metody chimičeskogo i bakteriologičeskogo analiza vody*, Moskva 1953.
9. Vokounová-Gerová E., Chalupa J., Čsl. Hyg. Epid. Mikrobiol. Imun. 4, 269—272 (1955).
10. Noll H., Z. angew. Chem. 53, 1317 až 1319 (1901).
11. *Schweizerisches Lebensmittelbuch*, IV. vyd., Bern 1937.

Došlo do redakcie 10. II. 1956