

## ДОДАТОК 3.В

(інформаційний)

### Опис аналітичного методу — спектрофотометрія

#### 3.В.1 Загальні положення

Фотометричний метод базується на положенні, що іони амонію при  $\text{pH} \approx 12,6$  вступають в реакцію з іонами гіпохлориту та саліцилату в присутності нітропрусиду натрію в якості каталізатора з утворенням синьо-зеленого індофенольного барвника. Огляд аналітичного методу та обчислення маси  $\text{NH}_3$  в пробі наведено нижче. Детальний опис цього аналітичного методу міститься в ISO 7150-1.

#### 3.В.2 Реагенти

##### 3.В.2.1 Загальна інформація

Усі реагенти, що використовуються, повинні мати аналітичний ступінь чистоти.

##### 3.В.2.2 Калібрувальні розчини

Потрібні наступні калібрувальні розчини.

3.В.2.2.1 Концентрований розчин амонію з масовою концентрацією  $\beta(\text{NH}_4^+) = 1\ 000$  мг/л.

Цей розчин можна отримати готовим до використання або виготовити наступним чином: 2965 г  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (висушеної при  $105\ ^\circ\text{C}$ ) розчиняють у воді в мірній колбі на 1000 мл.

3.В.2.2.2 Стандартний розчин амонію I з масовою концентрацією  $\beta(\text{NH}_4^+) = 100$  мг/л.

5 мл концентрованого розчину амонію вносять піпеткою у мірну колбу на 50 мл. Потім колбу доливають водою до позначки і ретельно перемішують її вміст.

3.В.2.2.3 Стандартний розчин амонію II з масовою концентрацією  $\beta(\text{NH}_4^+) = 10$  мг/л.

500 мкл концентрованого розчину амонію вносять піпеткою у мірну колбу на 50 мл. Потім колбу доливають водою до позначки і ретельно перемішують її вміст.

### **3.В.2.3 Реагенти для аналізу**

Потрібні наступні реагенти для аналізу.

**3.В.2.3.1 Пентаціанонітрозилферат натрію (III):**  $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ , для саліцилат-цитратного розчину.

**3.В.2.3.2 Дихлорізоціанурат натрію:**  $\text{C}_3\text{Cl}_2\text{N}_3\text{O}_3\text{Na} \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ , для розчину реагенту.

**3.В.2.3.3 Гідроксид натрію:**  $\text{NaOH}$ , для розчину реагенту.

**3.В.2.3.4 Саліцилат натрію:**  $\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_3\text{Na}$ , для саліцилат-цитратного розчину.

**3.В.2.3.5 Тринатрієвий цитрат:**  $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{Na}_3 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ , для саліцилат-цитратного розчину.

### **3.В.2.3.6 Саліцилат-цитратний розчин.**

Розчинити 130 г саліцилату натрію та 130 г тринатрієвого цитрату в 800 мл води. Потім додати 0,970 г нітропрусиду натрію. Після ретельного збовтування в мірній колбі розчин долити водою до 1 л. Термін придатності не менше двох тижнів за умови зберігання в темряві.

### **3.В.2.3.7 Розчин реагенту.**

Розчинити 3,2 г  $\text{NaOH}$  у 50 мл води. Як тільки розчин охолоне до кімнатної температури, додати 0,2 г дихлорізоціанурату натрію. Після повного розчинення хімічних речовин розчин перелити у мірну колбу на 100 мл і долити води до позначки. Розчин потрібно приготувати в той же день, коли він буде використаний.

## **3.В.3 Аналітичне обладнання**

Необхідне наступне аналітичне обладнання.

**3.В.3.1 Спектрофотометр в УФ і видимій областях спектра, придатний для виявлення на довжині хвилі  $\lambda = 655 \text{ нм}$ .**

## **3.В.4 Аналіз**

Абсорбери, заповнені абсорбційним розчином, використовуються таким же способом для визначення значення пустої проби (дивіться 3.4 посібника).

В залежності від очікуваної концентрації, відбирають відповідну аліквоту абсорбційного розчину, а потім спочатку змішують з 20 мл води в мірній колбі на 50 мл. Рівень рН повинен знаходитись між 5 і 8, в протилежному випадку його доводять до цього діапазону. Після цього при струшуванні колби додають 4 мл саліцилат-цитратного розчину.

При ретельному збовтуванні розчину додають 4 мл розчину реагенту. Після цього рН розчину має бути 12,6.

Потім пробу доливають водою до позначки, ще раз ретельно перемішують і витримують від 1 до 3 годин при 25 °С. Поглинальну здатність вимірюють при  $\lambda = (655 \pm 2)$  нм у кюветі з товщиною шару 1 см або 5 см відносно води в кюветі порівняння не раніше ніж через 1 годину, але не пізніше ніж через 3 години.

Щоб заощадити на реагентах і відходах, аналіз також можна проводити в мірній колбі на 25 мл. З цією метою об'єми розчинів проби та реагенту, наведені у 3.В.4, зменшують вдвічі.

### 3.В.5 Калібрування

Для процедури калібрування потрібно приготувати щонайменше три калібрувальні розчини. Відповідні об'єми стандартних розчинів  $\text{NH}_4^+$  (дивіться 3.В.2.2) переносять у мірні колби на 50 мл. Концентрації калібрувальних розчинів повинні охоплювати діапазон до 1,0 мг/л (у випадку кювет на 1 см) або 0,2 мг/л (у випадку кювет на 5 см). До кожного з цих об'ємів слід додати потрібну кількість води, щоб отримати загальний об'єм 40 мл. Кожну пробу потім обробляють, як зазначено у 3.В.4.

У системі координат масова концентрація  $\beta(\text{NH}_4^+)$  в калібрувальних пробах відкладається по осі абсцис (вісь x), а відповідні значення поглинання  $E_x$  — по осі ординат (вісь y), як показано на рисунку 3.В.1. Лінія калібрування визначається за допомогою формули [3.В.1] для ряду отриманих таким чином значень:

$$E_\lambda = a + b \times \beta \quad (3.В.1)$$

де

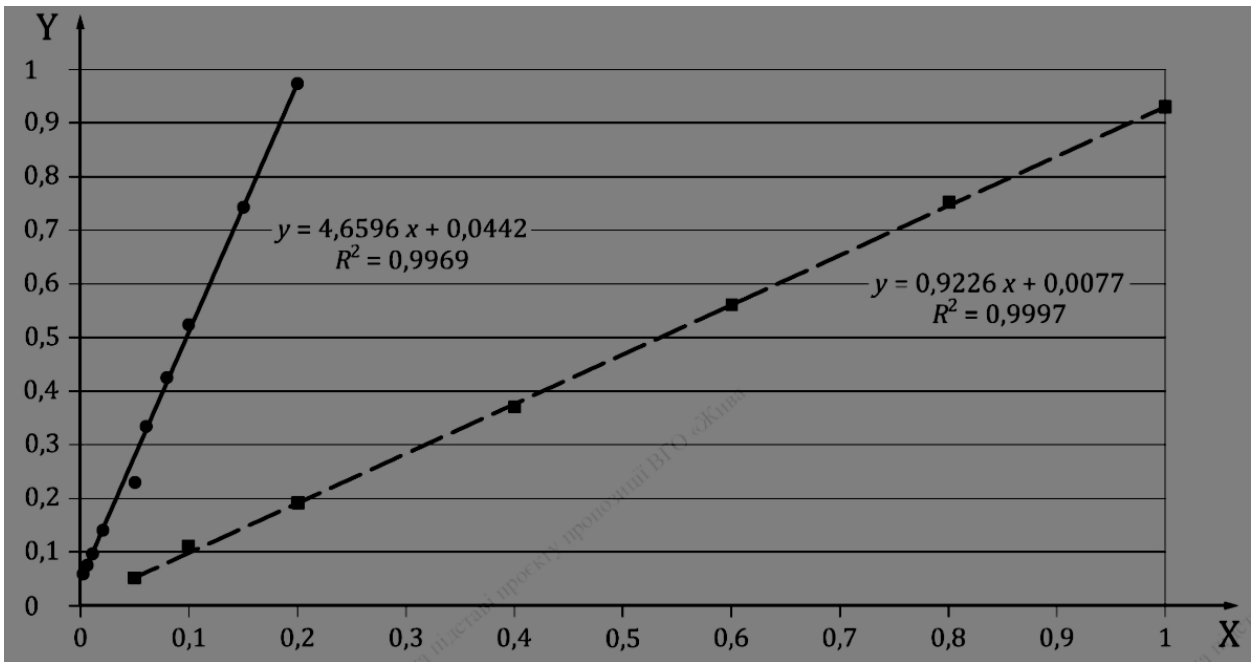
$E$  поглинальна здатність на довжині хвилі  $\lambda$ ;

$\beta(\text{NH}_4^+)$  масова концентрація  $\text{NH}_4^+$  в калібрувальному розчині, в мг/л;

$a$  перетин калібрувальної функції;

$b$  нахил калібрувальної функції.

Концентрації стандартних розчинів повинні охоплювати очікуваний діапазон концентрацій. У випадках дуже низьких концентрацій  $\text{NH}_3$  може потрібно буде використовувати кювети на 5 см.



#### Умовні позначки

X масова концентрація в мг/л

Y поглинальна здатність

● кювета на 5 см

■ кювета на 1 см

Рисунок 3. В.1. — Приклади калібрувальних ліній базового калібрування

### 3.В.6 Підрахунок

Масова концентрація  $\beta(\text{NH}_4^+)$  в розчині проби обчислюється за формулою (3.В.2) на основі лінії калібрування, яка описується формулою (3.В.1):

$$\beta_s(\text{NH}_4^+) = \frac{E_\lambda - a}{b} \quad (3.В.2)$$

Враховуючи коефіцієнт розведення,  $Z$ , об'єм проби,  $v_s$ , і коефіцієнт перетворення,  $f_N$ , для перетворення  $\text{NH}_4^+$  в  $\text{NH}_3$ , тоді маса аміаку,  $m_s$ , в пробі визначається за формулою (3.В.3):

$$m_s = \beta_s (\text{NH}_4^+) * Z * V_s * f_N \quad (3.В.3)$$

де

$m_s$  маса  $\text{NH}_3$  в пробі, в мг;

$\beta_s$  масова концентрація  $\text{NH}_4^+$  в розчині абсорбції проби, в мг/л;

$Z$  коефіцієнт розведення;

$v_s$  об'єм розчину абсорбції проби;

$f_N$  коефіцієнт перетворення  $\text{NH}_4^+$  в  $\text{NH}_3$  ( $f_N = 0,944$ ).

Отримане значення використовується для розрахунку результату вимірювання, як зазначено в пункті 3.6 посібника.

Для процедури калібрування потрібно приготувати щонайменше три калібрувальні розчини. Відповідні об'єми стандартних розчинів  $\text{NH}_4^+$  (дивіться 3.В.2.2) переносять у мірні колби на 50 мл. Концентрації калібрувальних розчинів повинні охоплювати діапазон до 1,0 мг/л (у випадку кювет на 1 см) або 0,2 мг/л (у випадку кювет на 5 см). До кожного з цих об'ємів слід додати потрібну кількість води, щоб отримати загальний об'єм 40 мл. Кожну пробу потім обробляють, як зазначено у 3.В.4.