

ДОДАТОК 3.С

(інформаційний)

Опис аналітичного методу — аналіз безперервного потоку (СFA)

3.С.1 Загальна інформація

У безперервно потоці газового сегментованого носія амоній у пробі реагує в лужному розчині з гіпохлоритом, який виділяється з дихлорізоціанурату як проміжного продукту. Хлорамін, який утворюється, перетворюється на синьо-зелений індофенольний барвник під час каталізу при температурах від 37 °С до 50 °С, який кількісно визначається в фотометрі безперервного потоку в діапазоні довжин хвиль від 640 нм до 660 нм. В цьому додатку наведено огляд цього аналітичного методу та обчислення маси NH_3 в пробі. Детальний опис цього аналітичного методу міститься в ISO 11732.

3.С.2 Реагенти

3.С.2.1 Загальна інформація

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

3.С.2.2 Калібрувальні розчини

Калібрувальні розчини визначені в 3.В.2.2.

3.С.2.3 Реагенти для аналізу

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

Потрібні наступні реагенти для аналізу.

3.С.2.3.1 Тринатрієвий цитрат дигідрат: $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

3.С.2.3.2 Додeciловий ефір поліетиленгліколю, з температурою плавлення від 33 °С до 41 °С; розчин (30 %). Термін придатності розчину становить чотири тижні.

3.С.2.3.3 Саліцилат натрію: $\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_3\text{Na}$.

3.С.2.3.4 Натрій дихлорізоціанурат дегідрат: $\text{NaC}_3\text{Cl}_2\text{N}_3\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

3.С.2.3.5 Натрій нітропрусид дегідрат: $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

3.С.2.3.6 Гідроксид натрію: NaOH.

3.С.2.3.7 Цитратний буферний розчин.

Розчинити 40 г тринатрій цитрату дигідрату та 1 мл розчину додецилового ефіру поліетиленгліколю у воді в мірній колбі на 1000 мл і долити води до позначки. Розчин має термін придатності один тиждень при зберіганні в коричневій скляній пляшці в охолодженому стані.

3.С.2.3.8 Розчин розведення.

Під час роботи з діалізатором необхідний буферний розчин, наприклад цитратний буферний розчин. Для поточного розведення також можна використовувати буферний розчин або воду.

3.С.2.3.9 Розчин саліцилату натрію.

Розчинити 34 г натрію саліцилату, 0,4 г натрію нітропрусиду дигідрату та 1 мл додецилового ефіру поліетиленгліколю у воді в мірній колбі на 1000 мл, а потім долити води до позначки. Розчин має термін придатності один тиждень при зберіганні в коричневій скляній пляшці в охолодженому стані.

3.С.2.3.10 Розчин дихлорізоціанурату натрію.

Розчинити 0,8 г натрію дихлорізоціанурату дигідрату та 10 мл гранул гідроксиду натрію у воді в мірній колбі на 1000 мл, а потім долити води до позначки. Перед використанням розчин повинен бути свіжоприготовленим.

3.С.3 Аналітичне обладнання

Необхідне наступне аналітичне обладнання.

3.С.3.1 Автосемплер, який складається з тримача проби, пробовідбірника та блока промивання.

3.С.3.2 Насос з низькими пульсаціями, з хімічно інертними трубками.

3.С.3.3 Колектор, для дозування реагентів і буферних розчинів, з високою відтворюваністю подачі бульбашок газу.

3.С.3.4 Діалізна комірка.

3.С.3.5 Фотометричний детектор, з проточною кюветою, діапазон довжин хвиль від 640 нм до 660 нм.

3.С.3.6 Блок запису та аналізу.

3.С.4 Підготовка проби

Проби з завислими твердими частинками фільтрують за допомогою мембранного фільтра з розміром пор 0,45 мкм. Крім того, діаліз інтегровано в прилад для кожного параметра, що дозволяє усунути будь-які перешкоди.

3.С.5 Калібрування

Перед кожною серією проб прилад калібрують за допомогою 10 стандартів (дивіться 3.С.2.2). Крім того, для кожного параметра після 10-20 вимірювань також запускаються два контрольні стандарти, один з яких знаходиться в нижній, а інший у верхній третині робочого діапазону. Дрейф нульової лінії та хімічний дрейф коригуються за допомогою аналітичного програмного забезпечення.

3.С.6 Підрахунок

Розрахунок виконується на основі калібрувальної функції за формулою (3.С.1):

$$m_s = \frac{y-a}{b} \times v_s \times f \quad (3.С.1)$$

де

- m_s маса NH_3 в пробі, в мг;
- y вимірне значення в одиницях конкретного приладу;
- a перетин калібрувальної функції в одиницях конкретного приладу;
- b нахил калібрувальної функції в одиницях конкретного приладу;
- v_s об'єм розчину абсорбції проби;
- f коефіцієнт конкретного приладу для перетворення результату, визначеного для NH_4^+ , у результат для NH_3 та в одиницях мг/мл.