

ДОДАТОК 3.D

(інформаційний).

Опис аналітичного методу — іонна хроматографія

3.D.1 Загальна інформація

Метод іонної хроматографії базується на відділенні NH_4^+ від інших іонів за допомогою розділювальної колони з подальшим виявленням за електропровідністю. Огляд аналітичного методу та обчислення маси NH_3 в пробі наведено нижче. Детальний опис цього аналітичного методу міститься в ISO 14911.

3.D.2 Реагенти

3.D.2.1 Загальна інформація

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

3.D.2.2 Калібрувальні розчини

Калібрувальні розчини визначені в 3.B.2.2.

3.D.2.3 Реагенти для аналізу

Потрібні наступні реагенти для аналізу.

3.D.2.3.1 DL-2,3-діамінопропіонової кислоти моногідрохлорид: $C_3H_8N_2O_2 \cdot HCl$, для елюенту при застосуванні супресорного методу.

3.D.2.3.2 Метансульфонова кислота: CH_3SO_3H , для елюенту при застосуванні супресорного методу.

3.D.2.3.3 Розчин гідроксиду натрію: розчин натрій гідроксиду натрію у воді, $c(NaOH) = 0,2$ моль/л.

3.D.2.3.4 Піридин-2,6-дикарбонова кислота: $C_7H_5NO_4$.

3.D.2.3.5 Азотна кислота: HNO_3 , $c(HNO_3) = 1$ моль/л.

3.D.2.3.6 Соляна кислота: HCl , $c(HCl) = 7,7$ моль/л.

3.D.2.3.7 Винна кислота: 2,3-дигідроксибутандинова кислота, $C_4H_6O_6$.

3.D.2.3.8 Елюент.

Була підтверджена придатність різних сумішей реагентів в якості елюента (розріджувача) в залежності від типу розділювальної колони та детектора. Усі елюенти повинні бути дегазовані або виготовлені з використанням дегазованої води.

3.D.3 Аналітичне обладнання

Необхідне наступне аналітичне обладнання.

3.D.3.1 Система іонної хроматографії, яка складається з насоса елюента, попередньої колони, розділювальної колони з можливістю дегазації елюента та регулювання температури колон.

3.D.3.2 Автосемплер, для введення розчину проби в розділювальну колону.

3.D.3.3 Розділювальна колона, придатна для відділення амонію.

3.D.3.4 Детектор, з коміркою провідності або УФ-детектором.

3.D.4 Підготовка

Перед початком вимірювань систему іонної хроматографії вводять в експлуатацію згідно з інструкцією виробника. Прилад готовий, коли нульова лінія стабільна.

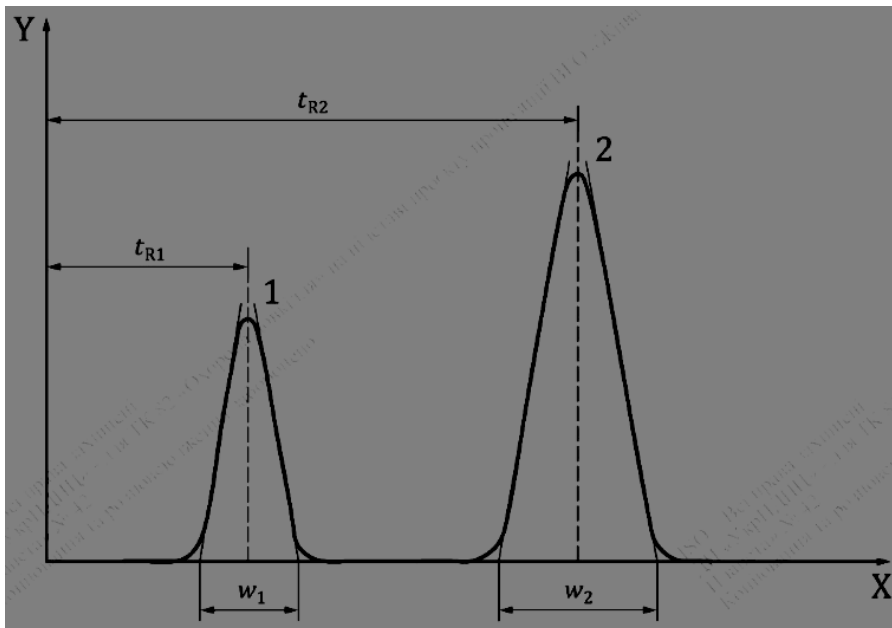
Роздільна здатність $R_{2,1}$ для пари піків (2,1) (дивіться рисунок 3.D.1), обчислена за формулою (3.D.1), не повинна бути менше $R = 1,3$ в хроматограмах проб і стандартних розчинів:

$$R_{2,1} = \frac{t_{R2} - t_{R1}}{0,5(w_2 + w_1)} \quad (3.D.1)$$

або для однакової ширини піків на половині їх висоти:

$$R_{2,1} = \frac{t_{R2} - t_{R1}}{w} \quad (3.D.2)$$

де
 $R_{2,1}$ роздільна здатність для пари піків (2,1);
 t_{R2} час утримання для піка 2, в секундах;
 t_{R1} час утримання для піка 1, в секундах;
 w_2 ширина піка 2, в секундах;
 w_1 ширина піка 1, в секундах;



Умовні позначки

- X час
- Y сигнал
- 1 компонента 1
- 2 компонента 2

Рисунок 3.D.1. — Параметри для обчислення роздільної здатності піків R

3.D.5 Вимірювання

У вимірюваннях електропровідності існує залежність між площею піка A , яка залежить від провідності, та масової концентрації $\beta(\text{NH}_4^+)$ в розчині. Як правило, це лінійна залежність на основі формули (3.D.3):

$$A = a + b \times \beta(\text{NH}_4^+) \quad (3.D.3)$$

де

- A площа піка;
 a перетин калібрувальної функції;
 b нахил калібрувальної функції;
 β масова концентрація NH_4^+ в калібрувальному розчині;

Якщо використовується супресорний метод, може виникнути необхідність виконати квадратичну регресію за формулою (3.D.4).

$$A = a + b \times \beta (\text{NH}_4^+) + c \times \beta^2 (\text{NH}_4^+) \quad (3.D.4)$$

де c — нахил другого порядку калібрувальної функції.

Вміст амонію в пробі не повинен виходити за межі калібрувального діапазону. За необхідності пробу розбавляють водою.

Після елюації пробу необхідно проаналізувати якомога швидше.

3.D.6 Калібрування та перевірки калібрування

Для процедури калібрування потрібно приготувати щонайменше три калібрувальні розчини. Для цього відповідним чином розбавляють певні кількості стандартних розчинів NH_4^+ (дивіться 3.D.2.2). Маса NH_4^+ калібрувальних проб відкладають по осі абсцис (вісь x) у системі координат. Відповідні площі піків відкладені по осі ординат (вісь y). Калібрувальна функція (лінія регресії) визначається за формулою (3.D.3) для ряду отриманих таким чином значень:

3.D.7 Підрахунок

Масову концентрацію NH_4^+ у введеній пробі розраховують за калібрувальною функцією, яка дається формулою (3.D.4):

$$\beta_s (\text{NH}_4^+) = \frac{A - a}{b} \quad (3.D.5)$$

Враховуючи коефіцієнт розведення Z , об'єм абсорбційного розчину проби v_s та коефіцієнт перетворення f_N для перетворення NH_4^+ в NH_3 , маса m_s абсорбованого аміаку визначається за формулою (3.D.5):

$$m_s = \beta_s (\text{NH}_4^+) \times Z \times v_s \times f_N \quad (3.D.6)$$

де

- m_s маса NH_3 в пробі, в мг;

β_s масова концентрація NH_4^+ в розчині абсорбції проби, в мг/л;

Z коефіцієнт розведення;

v_s об'єм розчину абсорбції проби;

f_N коефіцієнт перетворення NH_4^+ в NH_3 ($f_N = 0,944$).

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