

«Методика измерений
массовой концентрации
ионов аммония в
природных и сточных
водах фотометрическим
методом с реактивом
Несслера»

Актуальность:

- Круговорот азота в природе, находящегося в формах аммиака, нитрита, нитрата, органически связанного и свободного азота - азота неорганических и органических соединений, имеет огромное значение для функционирования биосферы.
- Аммиачный азот в различных концентрациях содержится в воде многих источников. Аммиак и ионы аммония могут быть обнаружены в грунтовых водах как продукты процессов жизнедеятельности микроорганизмов, в поверхностных природных водах в небольших количествах в период вегетации в результате разложения белковых веществ, а также в результате загрязнения природных вод хозяйственно-бытовыми сточными и промышленными водами. Соединения азота, содержащиеся в сточных водах (преимущественно в виде аммонийного азота, азота нитратов, азота нитритов и азота, связанного в органических соединениях), при поступлении в поверхностные водоемы наносят значительный ущерб экологической системе. Пластиковые трубы теряют свои свойства с течением времени и подвержены микробиологическим зарастаниям.
- Мешающие влияния, обусловленные присутствием аминов, хлорамина, ацетона, альдегидов, спиртов, фенолов, компонентов жесткости воды, взвешенных веществ, железа, сульфидов, хлора, гуминовых веществ, устраняются специальной подготовкой пробы к анализу.

Подготовка к выполнению измерений:

- При подготовке к выполнению измерений должны быть проведены следующие работы: отбор и хранение проб, подготовка прибора к работе, приготовление вспомогательных и градуировочных растворов, установление и контроль стабильности градуировочной характеристики.
- Отбор проб природных и сточных вод производят в соответствии с требованиями ГОСТ 31861-2012 «Вода. Общие требования к отбору проб», ПНД Ф 12.15.1-08 (Издание 2015 г.) «Методические указания по отбору проб для анализа сточных вод» или другими нормативными документами, утвержденными и применяемыми в установленном порядке.
- Бутыли для отбора и хранения проб воды обезжиривают раствором моющего средства, промывают водопроводной водой, а затем 3 - 4 раза дистиллированной водой.



Устранение мешающих влияний

Непосредственному применению метода без предварительной отгонки аммиака мешает большое количество веществ, дающих жёлтую или зелёную окраску или вызывающих в результате реакции помутнение раствора. Определению мешают амины, хлорамины, ацетон, альдегиды, спирты и некоторые другие органические соединения, реагирующие с реактивом Несслера, в присутствии нелетучих органических соединений, например, гуминовых веществ, проводят определение аммиака с отгонкой.

Определению мешают также компоненты, обуславливающие жесткость воды, железо, сульфиды, хлор, а также мутность.

Мешающее влияние жесткости воды (свыше 900 мг/дм^3) устраняют прибавлением $1,0 \text{ см}^3$ 50% раствора Сегнетовой соли на каждые 45 мг/дм^3 суммы ионов кальция и магния. При этом дополнительно вводимый объём следует учитывать при окончательном расчете.

Приготовление дистиллированной воды, не содержащей аммиака

При выполнении анализа, разведении пробы и приготовлении реактивов используют дистиллированную воду, не содержащую ионы аммония.

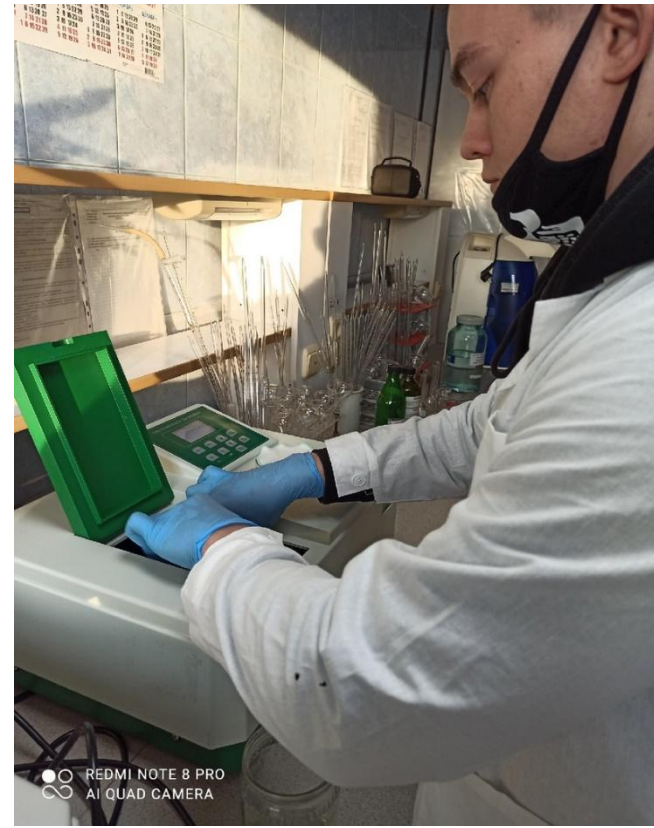
Для проверки качества дистиллированной воды к 50 см³ дистиллированной воды прибавляют 1,0 см³ реактива Несслера. Жёлтое окрашивание раствора указывает на присутствие аммиака: воду в таком случае необходимо дополнительно очистить перед использованием одним из следующих способов:

- дважды перегнанную дистиллированную воду пропускают через колонку с катионообменной смолой (в H⁺- форме) или активированным углем (первые 50 см³ воды отбрасывают);
- вторично перегоняют дистиллированную воду, предварительно подкислив серной кислотой (приблизительно 1 см³ на литр воды) и добавив марганцовокислый калий до четкой малиновой окраски;
- упаривают дистиллированную воду до 1/4 объема, после добавления двууглекислого натрия NaHCO₃ ((0,1 - 0,5) г на 1 дм³).

Полученную воду повторно проверяют на наличие аммиака реактивом Несслера и при отсутствии аммоний-ионов используют для приготовления реактивов и разбавления проб в течение 3 суток. Безаммиачную воду хранят в стеклянной бутылки с тубусом.

Выполнение измерений

К 10 см³ пробы прибавляют несколько кристалликов Сегнетовой соли и 0,5 см³ реактива Несслера. Жёлтое окрашивание раствора, помутнение или выпадение жёлто-коричневого осадка указывает на присутствие ионов аммония. При повышенном содержании органических веществ, особенно гуминовых кислот, вызывающих усиление коричневой окраски после подщелачивания, проводят параллельный опыт, добавив к пробе Сегнетову соль, а вместо реактива Несслера - 0,5 см³ 15 % раствора гидроксида натрия.



Определение ионов аммония с перегонкой

При анализе окрашенных проб, а также в присутствии мешающих органических соединений (соединения с амидными группами, амины, спирты, ацетон, альдегиды, органические хлорамины и другие соединения, реагирующие с реактивом Несслера), сильно загрязненных и высокоминерализованных проб производят предварительную отгонку аммиака из исследуемой воды. Определение осуществляют в полученном дистилляте.

Метод отгона основан на выделении аммиака при избытке щелочи. Если проба воды содержит большое количество взвешенных веществ или нефтепродуктов, ее предварительно фильтруют через фильтр «синяя лента», предварительно промытый безаммиачной дистиллированной водой.

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры K_k с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$K_k = |C_{ср} - C|$, где $C_{ср}$ - результат анализа массовой концентрации ионов аммония в образце для контроля - среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (5) раздела 10.3, мг/дм³;

C - аттестованное значение образца для контроля, мг/дм³.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$K = \Delta_l$, где Δ_l - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению образца для контроля, мг/дм³.

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики и лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_l = 0,84\Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K.$$

При невыполнении условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Итоги проведенных исследований





**СПАСИБО ЗА
ВНИМАНИЕ!**