

**МЕТОДИКА  
КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА НАТРИЯ И АММОНИЯ  
В КОНДЕНСАТЕ ЭНЕРГОПРОИЗВОДЯЩИХ УСТАНОВОК.**

1995г.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ НАТРИЯ И АММОНИЯ В КОНДЕНСАТЕ ЭНЕРГОПРОИЗВОДЯЩИХ УСТАНОВОК

Методика предназначена для определения содержания катионов натрия и аммония в конденсате энергопроизводящих установок. Диапазоны определяемых концентраций составляют 1-20 мкг/л для натрия и 500-1000 мкг/л. Время необходимое для выполнения одного определения 12 мин.

### 1. ПОКАЗАТЕЛИ ТОЧНОСТИ.

Относительная погрешность определения натрия и аммония составляет 10%.

### 2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА.

Разделение катионов натрия и аммония в конденсате происходит на специфической катионообменной колонке. Элюирующий фон уменьшается на подавительной колонке с анионитом большой емкости. Детектирование осуществляется кондуктометром. Сигналы регистрируются на САА-06.

### 3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЯ, РЕАКТИВЫ, МАТЕРИАЛЫ.

- 3.1. Хроматограф жидкостный ионный "Цвет-3006М", или ХПИ-1.
- 3.2. Весы лабораторные аналитические не ниже второго класса точности типа ВЛР-200.
- 3.3. Колбы мерные исполнения 2, 2-го класса точности вместимостью 25 мл, 500 мл, 1000 мл по ГОСТ 1770-74.
- 3.4. Колбы кварцевые вместимостью 1000 мл по ГОСТ 19908-90 для воды.
- 3.5. Пипетки исполнения 3 (или 4), 2-го класса точности вместимостью, мл 1.0, 2.0, 5.0, 10.0 по ГОСТ 29228-91.
- 3.6. Цилиндры мерные исполнения 1 или 2 вместимостью 1000 мл.
- 3.7. Колонка хроматографическая разделительная 100\*3 мм фирмы Биотроник ВТ IV КА-Г.
- 3.8. Колонка хроматографическая подавительная, заполненная анионитом большой емкости типа АРА фракции 50-100мкм, 50\*6 мм.
- 3.9. Кислота азотная, хч по ГОСТ 4461-77.
- 3.10. Гидроксид натрия, хч по ГОСТ 4328-77.
- 3.11. Вода деионизованная с удельной электропроводностью 0.1мкСм.
- 3.12. Натрий хлористый, хч 4233-77.
- 3.13. Аммоний хлористый, хч.

Примечание: допускается применять средства измерений и вспомогательные устройства, отличающиеся от указанных в перечне, но не уступающих им по метрологическим характеристикам.

### 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.

При выполнении методики необходимо соблюдать правила техники безопасности, изложенные в инструкции по эксплуатации на хроматограф "Цвет-3006М".

### 5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА.

К выполнению МКХА могут быть допущены лица, имеющие высшее или средне-техническое специальное образование и опыт работы в химической лаборатории с жидкостными хроматографами. Оператор должен быть знаком с устройством хроматографа, операциями, проводимыми при выполнении измерений и обработке результатов.

### 6. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ.

- 6.1. При выполнении анализа проб должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха	20 $\pm$ 0,5 $\pm$ 0,05 °C
относительная влажность воздуха	от 30 до 80%
атмосферное давление	84,0-106,7 кПа
напряжение переменного тока	220 $\pm$ 22 В
частота переменного тока	50 $\pm$ 1 Гц.

Содержание агрессивных веществ в воздухе помещения не должно превышать санитарных норм. Механические воздействия, внешние электрические и магнитные поля, влияющие на работоспособность, должны быть исключены.

#### 6.2. Хроматографические условия анализа.

Колонка разделительная Биотроник ВТ IV КА-G 100\*3.

Элюент - 0,001 Н HNO<sub>3</sub>.

Время выполнения анализа - 12 мин.

Объем дозируемой пробы - 100 мкл.

Расход элюента - 1 мл/мин.

Шкала чувствительности - "2" или "4".

### 7. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ АНАЛИЗА

#### 7.1. Приготовление растворов.

##### 7.1.1. Приготовление элюента.

Исходным раствором для приготовления элюента является раствор 0,1 Н азотной кислоты. Для приготовления элюента 10 мл исходного раствора вводят в мерную колбу на 1000 мл и доводят до метки деионизованной водой.

##### 7.1.2. Приготовление регенерирующего раствора.

Регенерирующим раствором является 0,5 М раствор гидроксида натрия. Навеску 20 г едкого натра взвесить на аналитических весах, навеску поместить в фарфоровый стакан, вместимостью 1000 мл и разбавить 500-700 мл бидистиллированной водой. Так как растворы щелочей выщелачивают стекло, то хранить приготовленный раствор нужно в полиэтиленовой емкости.

#### 7.2. Приготовление градуировочных смесей.

Для приготовления основного стандартного раствора с массовой концентрацией натрия 1,0 г/л берут навеску соли NaCl (ХЧ) 2,5420 г, растворяют в деионизованной воде и доводят объем до 1000 мл.

Для приготовления основного стандартного раствора с массовой концентрацией 1,000 г/л берут навеску соли хлористого аммония (ХЧ) 2,9654 г, растворяют в деионизованной воде и доводят объем до 1000 мл.

Для приготовления вспомогательного стандартного раствора с массовой концентрацией натрия 1,000 мг/л отбирают 1 мл основного стандартного раствора в мерную колбу на 1000 мл и доводят до метки деионизованной водой.

Для приготовления градуировочной смеси N1, содержащей 5 мкг/л иона натрия и 500 мкг/л иона аммония берут 5 мл вспомогательного стандартного раствора натрия и 0,5 мл основного стандартного раствора аммония в колбу на 1000 мл и доводят до метки деионизованной водой.

Для приготовления градуировочной смеси N2 содержащей 10 мкг/л иона натрия и 1000 мкг/л иона аммония берут 10 мл вспомогательного раствора натрия и 1 мл основного стандартного раствора аммония в колбу на 1000 мл и доводят до метки деионизованной водой.

Градуировочные растворы готовят ежедневно и хранят в полиэтиленовой посуде.

Все мерные колбы, пипетки, емкости для отбора проб должны быть новыми, т.е. не бывшими в контакте с концентрированными растворами реактивов. всю используемую в работе посуду моют раствором соляной кислоты, многократно ополаскивают дистиллированной водой, затем ополаскивают не менее 3-х раз деионизованной водой. Лабораторную посуду, используемую непосредственно для приготовления стандартных

растворов и емкости для отбора проб с крышками, прокладками, пробками следует вымачивать в деионизованной воде не менее 3-х суток.

## 8. ПОДГОТОВКА ХРОМАТОГРАФА К РАБОТЕ.

Устанавливают петлю-дозатор объемом 100 мкл. Заполняют гидравлическую систему хроматографа элюентом. Выводят хроматограф на режим. Для этого через гидравлическую систему прокачивают элюент со скоростью 1 мл/мин, регистрируя с помощью самописца уровень шумов и дрейф нулевой линии. При этом клавиша "множитель шкалы" устанавливается в положение "2". Когда нулевая линия на диаграмме самописца будет ровной и вертикальной линией, хроматограф готов к работе.

## 9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ.

### 9.1. Градуировка хроматографа.

На САА-06-03 задают режим для градуировки хроматографа:  
режим - 2; количество пиков - 2; полуширина - 20; порог - 500;  
метод - 3; количество смеси - 100.

На карте пика задают:	для натрия	для аммония
время	250сек	450 сек
концентрация	5 мкг/л	500 мкг/л.

Блок автоматического дозирования (БАД) включают и устанавливают в положение "отбор пробы", затем подставляют градуировочный раствор N1 и прокачивают через петлю дозатора 1-1.5 мл. После промывки петли переводят кран дозатор в положение "анализ" и включают кнопку "анализ" на пульте управления САА-06-03.

После окончания анализа (через 10-12 мин) на нижнем поле экрана САА появятся значения времен удерживания, высот, площадей пиков натрия (пик 1) и аммония (пик 2). Установить на табло пик N1 и нажать кнопку ГР. Установить на табло пик N2 и нажать кнопку ГР. После этого система будет находиться в режиме градуировки по натрию и аммонiu.

На карте пика установить концентрации для натрия 10 мкг/л и для аммония 1000 мкг/л. прокачать через петлю дозатора пробу N2. После промывки перевести кран-дозатор в положение анализ и нажать кнопку "анализ" пульта управления САА.

По окончании анализа на экране появятся значения времен удерживания, высот и площадей. Нажимаем клавишу САА "ГР", затем "К.ГР".

Рассчитанные значения коэффициентов А и В переписываются в параметры "коэф-нт" и "конц-ция" данного пика. Результаты расчетов можно вывести на печатающее устройство.

9.2. Ход анализа. Для выполнения анализа пробы конденсата необходимо ввести на САА-06-03 режим 1, метод 1. Анализируемую пробу конденсата вводят в хроматограф, промывая петлю крана-дозатора. После окончания анализа на табло высвечиваются значения концентрации натрия (пик 1) и аммония (пик 2) в мкг/л.

## 10. КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ МЕТОДИКИ.

Настоящая методика предусматривает проведение периодического контроля случайной погрешности анализа, стабильности колонки, контроля правильности градуировки.

### 10.1. Периодический контроль случайной погрешности.

Для периодического контроля случайной погрешности анализов ежедневно обрабатывают результаты двух параллельных анализов градуировочной смеси с содержанием натрия 10 мкг/л и аммония 1000 мкг/л. Относительное максимальное расхождение двух найденных значений пиков не должно превышать 0.1.

Если полученное относительное расхождение значений больше 0.1, следует проверить правильность заданных параметров эксперимента и исправность хроматографа.

### 10.2. Контроль правильности.

Периодичность контроля правильности не реже 1 раза в неделю.

Контроль правильности проводят методом "введено-найдено" путем сравнения результатов измерений введенной известной концентрации с расчетными значениями. Для этого выполняют анализ градуировочного раствора N1 и по градуировочному коэффициенту рассчитывают значение искомой концентрации.

При отсутствии систематической погрешности найденное значение должно быть равно введенному, т.е. выполняется неравенство:

$$\frac{C_n - C_{вв}}{C_{вв}} < 0.19$$

Выполнение неравенства означает правильность анализа.

10.3. Контроль стабильности колонки проводится 1 раз в 2 недели.

Контроль стабильности разделительной колонки проводят по времени удерживания натрия при анализе градуировочной смеси. При отсутствии загрязнения колонки должно выполняться неравенство

$$\frac{T_1 - T_2}{T_1} < 0.2 .$$