

**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 HNO₃.

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 аммонию.

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

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