

## Охрана природы

## АТМОСФЕРА

## Индофенольный метод определения аммиака

ГОСТ  
17.2.4.03—81Nature protection. Atmosphere. Indophenol method  
for determination of ammonia

МКС 13.040.20

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 9 ноября 1981 г. № 4838 дата введения установлена

01.07.82

Настоящий стандарт устанавливает индофенольный метод определения разовых и среднесуточных концентраций аммиака в атмосферном воздухе в диапазоне от 0,1 до 1,0 мг/м<sup>3</sup>.

Метод основан на способности аммиака образовывать с гипохлоритом и фенолом в присутствии нитропруссид натрия индофенол, окрашивающий раствор в синий цвет, по интенсивности окраски которого определяют количество аммиака. Определению аммиака мешают ароматические амины и формальдегид.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 2599—80.

**1. ОТБОР ПРОБ**

1.1. Для определения разовых концентраций аммиака исследуемый воздух пропускают со скоростью 0,5 дм<sup>3</sup>/мин в течение 20—30 мин через поглотительный прибор, заполненный 10 см<sup>3</sup> поглотительного раствора.

1.2. Для определения среднесуточной концентрации аммиака отбор пробы проводят не менее шести раз в течение суток через равные промежутки времени при условии, указанном в п. 1.1, или непрерывно в течение 24 ч со скоростью 0,2 дм<sup>3</sup>/мин через поглотительный прибор, заполненный 50 см<sup>3</sup> поглотительного раствора.

1.3. При проведении работ по определению аммиака в атмосферном воздухе следует учитывать его физико-химические свойства (см. приложение).

**2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ**

Для проведения определения применяют следующие аппаратуру и реактивы:

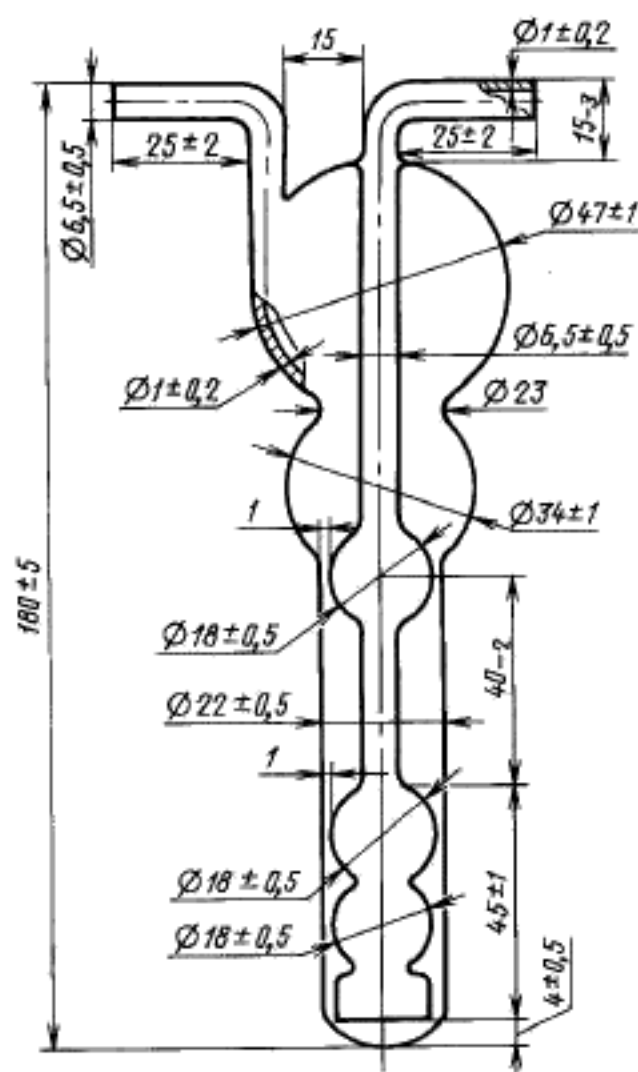
электроаспиратор с расходомером;

поглотительный прибор Рыхтера средней модели, изготовленный из стекла (см. чертеж) с меткой, соответствующей 10 см<sup>3</sup>, или другой поглотительный прибор, обеспечивающий эффективность поглощения аммиака не менее 95 %;

спектрофотометр или электрофотоколориметр со светофильтром с максимумом пропускания при 625 нм и кюветами толщиной слоя 10 мм;

пробирки с притертыми пробками вместимостью 10 см<sup>3</sup>;

## Поглотительный прибор Рыхтера (средняя модель)



воронка Бюхнера:

натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77;

калий йодистый, 10%-ный раствор;

аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72;

нитропруссид натрия,  $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ ;

натрий углекислый по ГОСТ 4332—76;

серная кислота плотностью  $1,84 \text{ г/см}^3$ , 10 %-ный раствор (по объему);

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77;

салициловая кислота ( $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOH}$ );

натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ ), раствор  $0,1 \text{ моль/дм}^3$ ;

крахмал растворимый;

шавелевая кислота ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ );

фенол ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$ ) по нормативно-технической документации;

хлорная известь ( $\text{CaOCl}_2$ );

бидистиллированная вода, перегнанная в присутствии серной кислоты ( $0,5 \text{ см}^3$  серной кислоты плотностью  $1,84 \text{ г/см}^3$  на  $1 \text{ дм}^3$  дистиллированной воды) или деионизированная. Для приготовления растворов и проведения анализа используется вода, очищенная от аммиака.

Реактивы, применяемые для анализа, должны быть химически чистыми или чистыми для анализа.

### 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

#### 3.1. Приготовление поглотительного раствора

0,5 см<sup>3</sup> серной кислоты плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> разбавляют в 1 дм<sup>3</sup> свежеприготовленной бидистиллированной воды. Раствор хранят в склянке с тубусом, закрытой пробкой со стеклянной трубкой, заполненной кристаллами шавелевой кислоты.

#### 3.2. Приготовление фенольного реактива

5 г свежеперегнанного фенола, 25 мг нитропруссид натрия, 0,1 г салициловой кислоты растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды. Реактив пригоден к употреблению в течение шести месяцев при хранении при температуре 4 °С в герметичной упаковке.

#### 3.3. Приготовление 0,5 %-ного раствора крахмала

0,25 г крахмала перемешивают с 10 см<sup>3</sup> воды до равномерной взвеси. К 40 см<sup>3</sup> воды, нагретой до 60—70 °С, прибавляют при равномерном перемешивании взвесь крахмала, доводят раствор до кипения и через 1 мин охлаждают.

#### 3.4. Приготовление гипохлоритного реактива

3.4.1. 10 г гидроксида натрия и 11,7 г хлорида натрия растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды, насыщенной хлором с массовой долей от 0,6 % до 0,8 %. Реактив пригоден к употреблению в течение шести месяцев.

Хлорную воду также готовят из хлорной извести: растирают 25 г хлорной извести со 100 см<sup>3</sup> воды. Раствор фильтруют под вакуумом, осадок на фильтре промывают водой. Раствор и промывную воду объединяют и доводят водой объем до 1 дм<sup>3</sup>. Определяют содержание активного хлора в хлорной воде: 20 см<sup>3</sup> хлорной воды переносят в колбу с притертой пробкой, прибавляют 10 см<sup>3</sup> 10 %-ного раствора серной кислоты и 10 см<sup>3</sup> 10 %-ного раствора йодистого калия. Колбу закрывают и оставляют на 10 мин в темноте. Выделившийся йод титруют 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствором тиосульфата натрия до слабо-желтой окраски. Прибавив несколько капель раствора крахмала, продолжают титрование до обесцвечивания раствора. 1 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора тиосульфата соответствует содержанию 0,00354 г хлора. Хлорная вода должна содержать от 0,6 до 0,8 г активного хлора на 10 см<sup>3</sup>. При меньшем содержании хлора для приготовления раствора следует взять соответственно большее количество хлорной извести (или продолжить насыщение воды хлором).

3.4.2. Гипохлоритный реактив можно готовить из хлорной извести: 100 г порошкообразной хлорной извести размешивают в течение 15 мин со 170 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 70 г углекислого натрия, растворенного в 170 см<sup>3</sup> воды. Жидкость фильтруют под вакуумом через фильтр «синяя лента». Определяют содержание хлора в приготовленном растворе йодометрически. К 100 см<sup>3</sup> 0,7 %-ного раствора хлора добавляют 4 г гидроксида натрия. В случае выпадения осадка раствор фильтруют повторно.

#### 3.5. Приготовление основного стандартного раствора, соответствующего содержанию 100 мкг аммиака в 1 см<sup>3</sup>

0,3141 г хлорида аммония растворяют в 1 дм<sup>3</sup> воды. Раствор пригоден к употреблению в течение двух месяцев.

#### 3.6. Приготовление рабочего стандартного раствора, соответствующего содержанию 1 мкг аммиака в 1 см<sup>3</sup>

Исходный стандартный раствор разбавляют поглотительным раствором в 100 раз. Раствор готовят перед использованием.

### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Уровень раствора в поглотительном приборе доводят до 10 см<sup>3</sup> бидистиллированной водой.

4.2. Часть пробы объемом 1—2 см<sup>3</sup> переводят в пробирку с притертой пробкой, доводят объем до 5 см<sup>3</sup> поглотительным раствором и добавляют 1 см<sup>3</sup> фенольного реактива. Если проб несколько, то реактив в каждую пробу прибавляют с интервалом 1 мин. Тщательно перемешивают содержимое пробирок. Добавляют по 0,5 см<sup>3</sup> гипохлоритного реактива с тем же интервалом времени и перемешивают. При больших концентрациях аммиака допускается его определять в меньшей части раствора пробы.

4.3. Через 2 ч измеряют оптическую плотность растворов в кюветах толщиной слоя 10 мм при длине волны 625 нм относительно воды. Время, исчисляемое от момента добавления последнего реактива до измерения оптической плотности раствора, для всех проб должно быть одинаковым.

4.4. Одновременно готовят холостую пробу из того же поглотительного раствора, который залит в поглотительные приборы.

4.5. Оптическую плотность раствора холостой пробы измеряют, обработав 5 см<sup>3</sup> поглотительного раствора аналогично пробам. Величина оптической плотности холостой пробы не должна превышать 0,4. В противном случае необходимо проверить чистоту воды, посуды, измерительных кювет и качество приготовленных растворов.

4.6. Количество аммиака в пробах определяют с помощью градуировочного графика по разности величин оптических плотностей анализируемой и холостой проб.

#### 4.7. Построение градуировочного графика

4.7.1. Для построения градуировочного графика необходимо приготовить шесть стандартных растворов (см. таблицу) в мерных колбах вместимостью 50 см<sup>3</sup>.

Раствор	Номер стандартного раствора					
	1	2	3	4	5	6
Рабочий стандартный, см <sup>3</sup>	1	2	4	6	8	10
Поглотительный, см <sup>3</sup>	До 50 см <sup>3</sup> в каждую колбу					
Соответствует содержанию аммиака в 5 см <sup>3</sup> анализируемого раствора, мкг	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0

4.7.2. Для приготовления шкалы стандартных растворов 5 см<sup>3</sup> раствора из каждой колбы переносят в пробирку и далее ведут анализ, как указано в пп. 4.1—4.6.

4.7.3. Градуировочный график зависимости величины оптической плотности от количества аммиака строят по средним значениям, вычисленным из результатов измерений 3—5 шкал.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Концентрацию аммиака ( $C$ ) в исследуемом воздухе, мкг/м<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m \cdot V}{V_a \cdot V_o},$$

где  $m$  — масса аммиака в исследуемом растворе, мкг;

$V$  — общий объем исследуемого раствора, см<sup>3</sup>;

$V_o$  — объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, м<sup>3</sup>;

$V_a$  — объем исследуемого раствора, взятого для анализа, см<sup>3</sup>.

ПРИЛОЖЕНИЕ  
Справочное

### ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА АММИАКА

Бесцветный газ с резким запахом, порог восприятия запаха 37 мг/м<sup>3</sup>. Плотность по отношению к воздуху 0,59. При температуре минус 33,4 °С аммиак сжижается и при минус 77,8 °С затвердевает в бесцветную кристаллическую массу. Аммиак хорошо растворим в воде, спирте. Концентрированный водный раствор аммиака плотностью 0,908 г/см<sup>3</sup> содержит 25,65 % аммиака по массе. В 100 см<sup>3</sup> спирта при 20 °С растворяется 13,2 % аммиака по объему.