

Chất lượng không khí - Phương pháp Indophenol xác định hàm lượng amoniac

Air quality - Indophenol method for determination of ammoniac content

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này trình bày phương pháp so màu xác định amoniac trong không khí theo phản ứng indophenol.

2. Bản chất của phương pháp

- 2.1. Phương pháp được sử dụng để xác định hàm lượng amoniac trong không khí từng lần và trung bình ngày đêm trong khoảng từ 0,1 đến 1,0 mg/m³.
- 2.2. Phương pháp dựa trên cơ sở tác dụng của amoniac với hipoclorit và phenol có sự tham gia của chất ổn định phản ứng là natri nitropruxit. Tính chất lí hóa của amoniac được nêu trong phụ lục 1.
- 2.3. Cường độ nhuộm màu xanh của dung dịch indophenol phụ thuộc vào hàm lượng amoniac;
- 2.4. Các amin thơm và focmandehit gây cản trở trong việc xác định nồng độ amoniac.

3. Dụng cụ và hoá chất

3.1. Dụng cụ

- a. Máy hút khí có lưu lượng kế có vạch chia đến 0,005 lít/phút; nhiệt kế; áp kế và ẩm kế;
- b. Dụng cụ hấp thụ Rietze (xem phụ lục 2) có vạch đo 6 ml hoặc dụng cụ hấp thụ khác,
- c. Quang phổ kế hoặc máy so màu quang điện với kính lọc có độ truyền quang lớn nhất ở bước sóng 625 nm và cuvet có bề dày 10mm;
- d. Ống nghiệm có nút mài dung dịch 10 ml;
- e. Phễu Bucne.

3.2. Hóa chất và Thuốc thử

- 3.2.1. Phải sử dụng các hóa chất loại "tinh khiết hóa học" (TKHH) hoặc tinh khiết để phân tích (TKPT).
- 3.2.2. Để tiến hành thử sử dụng các thuốc thử sau:
 - a. Natri hydroxit (NaOH)
 - b. Kali iodua (KI) dung dịch 10%;
 - c. Amoni clorua (NH₄Cl);
 - d. Natri nitropruxit Na₂ [Fe (CN)₅] (NO)
 - e. Natri cacbonat Na₂CO₃
 - f. Axit sunfuric H₂SO₄ d = 1.18, dung dịch 10% (theo thể tích);
 - g. Natri clorua (NaCl);
 - h. Axit salixilic [OH (C₆H₄) COOH];

- i. Natri thiosunfat ($\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dung dịch 0,05mol/l);
- j. Axit oxalic ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$)
- k. Phenol ($\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$);
- l. Clorua vôi (CaOCl_2)
- m. Nước cất 2 lần, được cất với axit sunfuric (0,5ml axit sunfuric $d = 1,8$ trong 1 lít nước cất) hay nước đã khử ion hoàn toàn.

Để chuẩn bị dung dịch và tiến hành phân tích sử dụng nước đã khử amomac;

3.3. Chuẩn bị hóa chất thử

- a. Dung dịch hấp thụ: Pha loãng 0,5ml axit sunfuric $d = 1,84$ trong 1 lít nước. Bảo quản dung dịch trong bình hình ống, được đậy kín bằng nút có ống thủy tinh chứa đầy tinh thể axit oxalic;
- b. Thuốc thử phenol: Hòa tan 5g phenol mới chung cất, 25mg natri nitropruxit trong 100ml nước. Bảo quản thuốc thử không quá 6 tháng ở nhiệt độ 4°C .
- c. Hồ tinh bột dung dịch 0,5%. Trộn đều 0,25g tinh bột với 10ml nước, cho thêm 40ml nước nóng $60 - 70^{\circ}\text{C}$ đun đến sôi, để dung dịch sau 1 phút thì làm lạnh.
- d. Thuốc thử hipoclorit: hòa tan 10g natri hydroxit và 11,7g natriclorua trong 100ml nước đã bão hòa clo (với nồng độ từ 0,6 - 0,8 clo) Thuốc thử được bảo quản không quá 6 tháng. Thuốc thử có thể chuẩn bị từ clorua vôi: nghiền nhỏ 5g clorua vôi cùng với 100ml nước. Dung dịch được lọc trong chân không, rửa cặn bằng nước.

Gộp dung dịch lọc với nước rửa cặn, rồi thêm nước đến thể tích 1 lít.

Tiến hành xác định hàm lượng clo hoạt tính trong hipoclorit như sau: chuyển 20ml dung dịch trong suốt vào bình cầu có nút mài, sau đó cho thêm 10ml dung dịch axit sunfuric 10% và 10ml dung dịch kali iodua 10%. Đậy kín bình cầu và để trong bóng tối khoảng 10 phút. Sau đó chuẩn độ iot bằng dung dịch natri thiosunfat 0,05mol/l đến màu vàng nhạt. Thêm một vài giọt hồ tinh bột chuẩn độ tiếp bằng natri thiosunfat cho đến khi dung dịch mất màu, 1ml dung dịch natri thiosunfat 0,05mol/l tương đương với 0,00354g clo.

Thuốc thử phải chứa từ 0,6 - 0,8g clo trong 100ml. Khi hàm lượng clo không đủ để chuẩn dung dịch cần lấy tăng lượng clorua vôi lớn hơn (hoặc làm bão hòa nước bằng clo).

- e. Dung dịch amoniac chuẩn ban đầu có hàm lượng $100\mu\text{g}$ amoniac trong 1ml; hòa tan 0,3141g NH_4Cl trong 1dm³ nước. Bảo quản dung dịch không quá 2 tháng.
- f. Dung dịch artomac chuẩn công tác có hàm lượng $100\mu\text{g}$ amoniac trong 1ml; dung dịch này được chuẩn bị bằng cách dùng dung dịch hấp thụ pha loãng 100 lần dung dịch chuẩn ban đầu. Dung dịch này chỉ pha trước khi sử dụng.

4. Lấy mẫu

- 4.1. Để xác định hàm lượng từng lần amoniac, cho không khí cần nghiên cứu đi qua ống hấp thụ mắc nối tiếp với nhau, mỗi ống có chứa 5ml dung dịch hấp thụ với lượng 0,5 lít/phút liên tục trong thời gian từ 10 đến 30 phút.
- 4.2. Để xác định hàm lượng amoniac trung bình ngày đêm có thể lấy theo 2 cách
 - a. Lấy mẫu như 4.1 với số lần không ít hơn 6, cách đều nhau trong một ngày đêm

b. Cho không khí cần nghiên cứu đi qua dung dịch hấp thụ có chứa 50ml dung dịch hấp thụ với lưu lượng 0,2 lít/phút liên tục trong 24 giờ.

Phải theo dõi trong quá trình lấy mẫu, nếu dung dịch bị cạn thì cần bổ sung nước cất.

5. Tiến hành phân tích

- 5.1. Dùng nước cất 2 lần đưa mức dung dịch trong thiết bị hấp thụ đến 10ml;
- 5.2. Hút đúng 2ml dung dịch mẫu thử, chuyển vào ống nghiệm có nút mài, thêm 3 ml dung dịch hấp thụ, 1ml thuốc thử phenol. Nếu số lượng mẫu nhiều hơn 1 mẫu, thời gian cho các thuốc thử vào từng mẫu khoảng 1 phút. Sau đó vừa lắc cẩn thận ống nghiệm vừa cho thêm 0,5ml thuốc thử hipoclorit. Khi nồng độ amoniac lớn, cho phép lấy lượng dung dịch mẫu thử ít hơn.
- 5.3. Sau 2h tiến hành đo mật độ quang của dung dịch với cuvét có độ dày 10mm ở bước sóng 625nm so với nước. Thời gian cho thuốc thử cuối cùng đến lúc đo mật độ quang của dung dịch đối với tất cả các mẫu phải như nhau.
- 5.4. Chuẩn bị đồng thời "mẫu trắng" cũng từ dung dịch hấp thụ rót vào thiết bị hấp thụ
- 5.5. Đo mật độ quang của 5ml dung dịch hấp thụ đã được điều chế thành "mẫu trắng"
Giá trị mật độ quang của "mẫu trắng" không được vượt quá 0,02. Trong trường hợp ngược lại, cần kiểm tra độ sạch của nước, dụng cụ cuvét và chất lượng các dung dịch.
- 5.6. Lượng amoniac trong mẫu thử được xác định bằng đường chuẩn theo hiệu số giữa giá trị mật độ quang của mẫu đem phân tích và mật độ quang của "mẫu trắng".

6. Lập đường chuẩn

6.1. Để lập đường chuẩn cần chuẩn bị một dãy dung dịch chuẩn trong bình định mức dung tích 50ml theo bảng sau:

Tên dung dịch	Số hiệu của dung dịch chuẩn					
	1	2	4	6	8	10
Chuẩn công tác, ml						
Hấp thụ, ml	Đến 50ml trong mỗi bình					
Hàm lượng NH ₃ tương ứng trong 5ml dung dịch mẫu thử, mg	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0

- 6.2. Để chuẩn bị thang chia độ dung dịch chuẩn lấy 5ml dung dịch từ mỗi bình chuyển vào ống nghiệm và tiến hành như đã chỉ ra ở mục 5;
- 6.3. Đường chuẩn của mỗi liên hệ giữa giá trị mật độ quang với lượng amoniac được lập dựa trên cơ sở các giá trị trung bình tính toán từ kết quả đo của 3 hay 5 lần.

7. Xử lí kết quả

Hàm lượng amoniac (C) trong không khí cần nghiên cứu, được tính bằng mg/m³, theo công thức:

$$C = \frac{aB}{Ba \cdot V_0}$$

Trong đó:

a - lượng amoniac trong dung dịch mẫu lấy để phân tích, mg;

B - tổng thể dung dịch mẫu thử, ml;

Ba - thể tích dung dịch mẫu thử lấy để phân tích, ml;

Vo - thể tích mẫu không khí đã được đưa về điều kiện chuẩn, m³.

Khi xác định nồng độ trung bình ngày đêm, thể tích không khí không cần đưa về điều kiện chuẩn.

Phụ lục A

Tính chất lí hóa của amoniac

Chất khí không màu có mùi khó chịu, ngưỡng giới hạn tiếp nhận mùi là 37 mg/m³. Tỷ trọng so với không khí là 0,59. Ở nhiệt độ -33,4°C amoniac bị hóa lỏng và ở nhiệt độ -77,8°C đông đặc thành một khối tinh thể không màu. Amoniacc dễ hòa tan trong nước, rượu.

Dung dịch nước bão hòa amoniacc có tỷ trọng 0,908 chứa 25,65% amoniacc theo khối lượng. Trong 100ml rượu ở 20°C hòa tan được 13,2% amoniacc (theo thể tích).

Phụ lục B

Dụng cụ hấp thụ Ricce (kiểu trung bình)

