

## Amoniak

### Stanovení amoniaku

Amoniak je jednoduchou chemickou sloučeninou, jejíž stanovení však představuje dosti náročný problém zvláště v případě vlhké matrice vzorku.

### Manuální metody stanovení

Ke stanovení obsahu amoniaku v plynných směsích lze použít několika manuálních metod. Jejich volba závisí na předpokládaném obsahu analytu ve vzorkované vzdušině. Významné meze rozhodování vyjádřené hmotnostní koncentrací amoniaku jsou  $0,2 \text{ mg/m}^3$ ,  $1 \text{ mg/m}^3$  a  $400 \text{ mg/m}^3$ . Všechny metody stanovení obsahu amoniaku v plynných směsích sestávají ze dvou kroků. V prvním dochází k absorpci amoniaku ve vodném roztoku kyseliny sírové. Exponovaný absorpční roztok je pak upraven a buď přímo použit pro analýzu, nebo je nutno amoniak z absorpčního roztoku vydestilovat.

Při stanovení amoniaku v předpokládané hmotnostní koncentraci vyšší než  $400 \text{ mg.m}^{-3}$  lze použít poměrně komplikované metody nepřímého odměrného stanovení (ČSN 834728-3). Amoniak se izoluje ze vzorkovaného plynu absorpcí v  $0,25 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ . Vzorkovací trať je tvořena dvojicí sériově zapojených absorbérů naplněných po  $50 \text{ ml}$  absorpčního roztoku. Vzorkovaná vzdušina se prosává rychlostí  $1 \text{ ml/min}$  po dobu  $30$  až  $60$  minut. Z alikvotní části exponovaného absorpčního roztoku se v Parnas-Wagnerově mikrodestilačním aparátu oddestiluje s vodní parou amoniak a pohltí ve vodném  $0,05 \text{ M}$  roztoku kyseliny sírové.

Při stanovení amoniaku v předpokládané hmotnostní koncentraci  $1 \text{ mg/m}^3$  až  $400 \text{ mg/m}^3$  lze použít poněkud jednodušší metody fotometrického stanovení (ČSN 834728-4). Amoniak se izoluje ze vzorkovaného plynu absorpcí v  $0,05 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ . Z alikvotního podílu vzorku se po přidavku hydroxidu sodného v jednoduché aparatuře oddestiluje amoniak. Po ukončení destilace, kdy se vzorek oddestiluje téměř k suchu, k obsahu odměrné baňky, v níž se jímá kondenzát, přidá Nesslerovo činidlo a změřá absorbance vzorku proti slepému pokusu při  $375 \text{ nm}$ .

Nejjednodušší metodou pro stanovení obsahu amoniaku v plynných směsích je potenciometrická metoda určená pro předpokládané hmotnostní koncentrace analytu v rozmezí  $5 \text{ mg/m}^3$  až  $20 \text{ g/m}^3$  (ČSN 834728-5). Postup stanovení sestává opět z absorpce amoniaku v dvojici absorbérů naplněných po  $50 \text{ ml}$   $0,25 \text{ M H}_2\text{SO}_4$  (při nižších očekávaných hodnotách obsahu amoniaku se používá  $0,05 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ ). Alikvotní podíl exponovaného absorpčního roztoku se použije pro potenciometrické stanovení amoniakovou iontově-selektivní elektrodou (tzv. plynovou elektrodou). Amoniak vázaný ve formě síranu amonného se ve vodném roztoku uvolní přidávkem hydroxidu sodného. Molekuly amoniaku pronikají selektivní asymetrickou membránou elektrody do vnitřního roztoku, kde způsobí změnu pH. Tato změna je zaznamenána vnitřní skleněnou elektrodou, která tvoří společně s referenční argentochloridovou elektrodou elektrodový systém ISE.

Stanovení krátkodobé a průměrné denní koncentrace amoniaku v pracovním ovzduší v rozsahu  $0,1 \text{ mg/m}^3$  až  $1 \text{ mg/m}^3$  se často provádí tzv. indofenolovou metodou (ČSN 835711), (NIOSH method 6015 1994). Metoda je založena na fotometrickém měření absorbance modrého barviva vzniklého reakcí  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  s fenolem a chlornanem sodným v alkalickém prostředí. Reakce je katalyzována přidávkem nitroprussidu sodného. K zachycení amoniaku v

ovzduší lze použít kapilárního absorberu s náplní 15 ml absorpčního roztoku tvořeného 0,1 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Metodu lze použít pro stanovení amoniaku i v rozsahu hmotnostních koncentrací 20 µg/m<sup>3</sup> až 700 µg/m<sup>3</sup> (odpovídající hodnotám objemového zlomku 2,5·10<sup>-8</sup> až 1·10<sup>-6</sup>). Mez detekce je 0,02 µg/ml absorpčního roztoku (Axelrod 1971).

Další metodou používanou pro stanovení amoniaku v pracovním ovzduší v rozsahu 4 µg až 100 µg na vzorek je iontová chromatografie s konduktometrickým detektorem (NIOSH method 6016 1994). Odběr vzorků a jejich úprava se provádí standardním způsobem.

### **Instrumentální on-line metody stanovení**

Instrumentální metody stanovení amoniaku v pracovním ovzduší využívají výlučně FTIR spektrometrie (NIOSH method 3800 1994). Při délce optické dráhy 10 m činí mez detekce vyjádřená objemovým zlomkem 0,77·10<sup>-6</sup> a horní hranice měřicího rozpětí vyjádřená objemovým zlomkem 4,7·10<sup>-4</sup>.

### **Normované metody stanovení**

Pro stanovení amoniaku v odpadních plynech ze stacionárních zdrojů dosud platí normované manuální metody stanovení uvedené v části 5.5.1 (ČSN 834728, část 1-5).

---

### **Literatura**

Axelrod H.D., Wartburg A.F., Teck R.J. a Lodge J.P.: A New Bubbler Design for Atmospheric Sampling, Anal. Chem. 43 (1971) 1916-1917.

ČSN 834728-1 *Ochrana ovzduší – Měření emisí amoniaku ze zdrojů znečišťování ovzduší – Všeobecná část*, ÚNM Praha 1984.

ČSN 834728-2 *Ochrana ovzduší – Měření emisí amoniaku ze zdrojů znečišťování ovzduší – Odběr vzorku pro manuální metody stanovení*, ÚNM Praha 1984.

ČSN 834728-3 *Ochrana ovzduší – Měření emisí amoniaku ze zdrojů znečišťování ovzduší – Metoda odměrného stanovení*, ÚNM Praha 1984.

ČSN 834728-4 *Ochrana ovzduší – Měření emisí amoniaku ze zdrojů znečišťování ovzduší – Metoda fotometrického stanovení*, ÚNM Praha 1984.

ČSN 834728-5 *Ochrana ovzduší – Měření emisí amoniaku ze zdrojů znečišťování ovzduší – Metoda potenciometrická*, ÚNM Praha 1984.

ČSN 835711 *Ochrana ovzduší – Měření emisí amoniaku indofenolovou metodou*, ÚNM Praha 1983.

NIOSH method 3800 *Organic and inorganic gases by extractive FTIR spectrometry*, Manual of Analytical Methods (NMAM), 4. vydání 1994.

NIOSH method 6015 *Ammonia*, Manual of Analytical Methods (NMAM), 4. vydání 1994.

NIOSH method 6016 *Ammonia*, Manual of Analytical Methods (NMAM), 4. vydání 1994.