

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СВОБОДНОГО АММИАКА, КАРБОНАТА АММОНИЯ И ОБЩЕГО СОДЕРЖАНИЯ АММИАКА В ПРИСУТСТВИИ НИТРИТ- И НИТРАТ-ИОНОВ

Э. А. ГУБЕР, Г. А. ЧЕРВЕНЧУК, Ю. Л. ЛЕЛЬЧУК

(Рекомендована научно-методическим семинаром ХТФ)

Определение свободного аммиака в растворах, представляющих собой смесь соединений иона аммония, а также определение суммарного содержания иона аммония в присутствии нитрит- и нитрат-ионов связано с определенными трудностями. Они обуславливаются, во-первых, нестойкостью обычно используемых для кислотно-основного титрования индикаторов; во-вторых, любой анализ, связанный с нагреванием таких соединений, осложняется процессами гидролиза.

Между тем, подобного рода задачи приходится решать аналитикам при аналитическом контроле некоторых производственных растворов.

Имеющиеся в литературе методики определения общего содержания аммиака и суммы NH_4OH и $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ становятся непригодными при анализе производственных растворов нитрита аммония [1—5].

Нами разработана методика определения свободного аммиака, карбоната аммония и суммарного содержания иона аммония в производственных растворах, содержащих NH_4OH , $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, NH_4NO_2 , NH_4NO_3 .

Изучением ряда индикаторов и их смесей установлено, что смешанный индикатор, состоящий из бромкрезолового зеленого и метилового красного, может быть с успехом использован для анализа этих смесей [6].

Методика анализа

Отбирают два определенных объема анализируемого раствора.

В первый добавляют 3 капли 0,1%-ного раствора бромкрезолового зеленого и 1 каплю 0,2% раствора метилового красного, перемешивают и титруют 0,5*N* раствором соляной кислоты до розового окрашивания. По объему соляной кислоты (V') вычисляют процентное содержание аммиака (A_1) в NH_4OH и $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ по формуле:

$$A = \frac{V_{\text{HCl}} \cdot T_{\text{HCl}/\text{NH}_3} \cdot 100\%}{V_p \cdot d} \quad , \text{ где}$$

V_p — объем исходного анализируемого раствора;

d — удельный вес.

К оттитрованному раствору добавляют 10 мл 40% раствора формальдегида, 3 капли 1% раствора фенолфталеина и титруют 1*N* раствором NaOH до светлофиолетовой окраски. По объему NaOH вычисляют общее процентное содержание иона аммония в анализируемом растворе в пересчете на аммиак по формуле:

$$A_{\text{общ.}} = \frac{V_{\text{NaOH}} \cdot T_{\text{NaOH}/\text{NH}_3} \cdot 100}{V_p \cdot d} \%.$$

Разность между $A_{\text{общ.}}$ и A_1 отвечает процентному содержанию аммиака в нитрите и нитрате аммония.

Второй объем раствора переносят в мерную колбу, добавляют $\frac{1}{4}$ объема колбы горячей воды, 10% раствора BaCl_2 до полного осаждения карбоната, доводят объем до метки, перемешивают и оставляют стоять на 20—30 мин. Затем отбирают аликвот осветленного раствора или фильтра, переносят в титровальную колбу, добавляют 3 капли бромкрезолового зеленого, 1 каплю метилового красного и титруют 0,5 раствором соляной кислоты до розового окрашивания.

По объему израсходованного раствора соляной кислоты (V'') вычисляют процентное содержание свободного аммиака (A_3) в анализируемом растворе в пересчете на аммиак по формуле:

$$A_3 = \frac{V_{\text{HCl}} \cdot T_{\text{HCl}/\text{NH}_3} \cdot 100}{V_p \cdot d} \%, \text{ где}$$

разность $A_1 - A_3$ отвечает процентному содержанию аммиака в карбонате аммония.

Процентное содержание карбоната аммония вычисляют умножением $A_1 - A_3$ на коэффициент пересчета NH_3 в $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, равный 2,8235.

Методика проверена на искусственно приготовленных смесях и производственных растворах. Результаты анализа обработаны методом математической статистики и представлены в табл. 1.

Таблица 1

Результаты определения свободного аммиака, карбоната аммония и общего содержания аммиака в присутствии нитрит- и нитрат-ионов

Измеряемая величина, %	n	$\bar{X}$	$S_{\bar{x}}$	α	τ	ε	$\varepsilon \%$
NH_4OH	10	0,55	$\pm 0,47 \cdot 10^{-2}$	0,95	2,262	$\pm 1,06 \cdot 10^{-2}$	1,93
$(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$	10	7,77	$\pm 7,2 \cdot 10^{-2}$	0,95	2,262	$\pm 0,16$	2,06
Общий NH_3	9	6,13	$\pm 0,53 \cdot 10^{-2}$	0,95	2,306	$\pm 1,22 \cdot 10^{-2}$	0,19

Выводы

1. Разработана методика определения свободного аммиака, карбоната аммония и суммарного содержания иона аммония в производственных растворах, содержащих гидрат аммония, карбонат аммония, нитрит- и нитрат аммония.

2. Предложен смешанный индикатор 2 бромкрезоловый зеленый и метиловый красный, который достаточно устойчив в растворах с нитрит- и нитрат-ионами, четко фиксирует эквивалентную точку, а поэтому с успехом может быть использован для анализа производственных растворов изученного состава.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. Н. Алексеев. Количественный анализ. Стр. 382—383, ГХИ, М., 1963.
2. А. К. Бабко, И. В. Пятницкий. Количественный анализ. Стр. 484—487, 502—506, 511—513, ГХИ, М., 1956.
3. Ю. Н. Книпович, Ю. В. Морачевский. Анализ минерального сырья. Стр. 974—977, ГНТИХЛ, М., 1956.
4. С. А. Крашениников, А. Г. Кузнецова, В. П. Солтакова и др. Технический анализ и контроль в производстве неорганических веществ. Изд. «Выш. школа», М., 1968.
5. К. И. Годовская, Л. В. Рябина, Е. Ю. Новик, М. М. Гернер. Технический анализ. Стр. 376—377, изд. «Выш. школа», М., 1967.
6. Ю. Ю. Лурье. Справочник по аналитической химии. Изд. «Химия», М., 1967.