

Amoniak – stanovení obsahu amonných iontů v popílku a energósádrovci



Na VÚ maltovin byla připravena a nakonec akreditována zkušební metoda na stanovení obsahu amoniaku v popílku, energosádrovci a stavebních materiálech. Je založena na vyloužení extrahovatelného amoniaku z popílku a následném stanovení obsahu amoniaku ve výluhu a přepočtu výsledku na obsah amoniaku v původním vzorku. Vyluhování se provádí do vody



Metoda vychází z ČSN ISO 7150-1 a je založena na chemické reakci amoniaku s chlornanovými ionty v přítomnosti nitroprussidu sodného za vzniku modrého barviva. Intenzita vybarvení je přímo úměrná koncentraci amoniaku ve vyluhu z popílku a stanovuje se fotometricky při vlnové délce světla 655 nm.

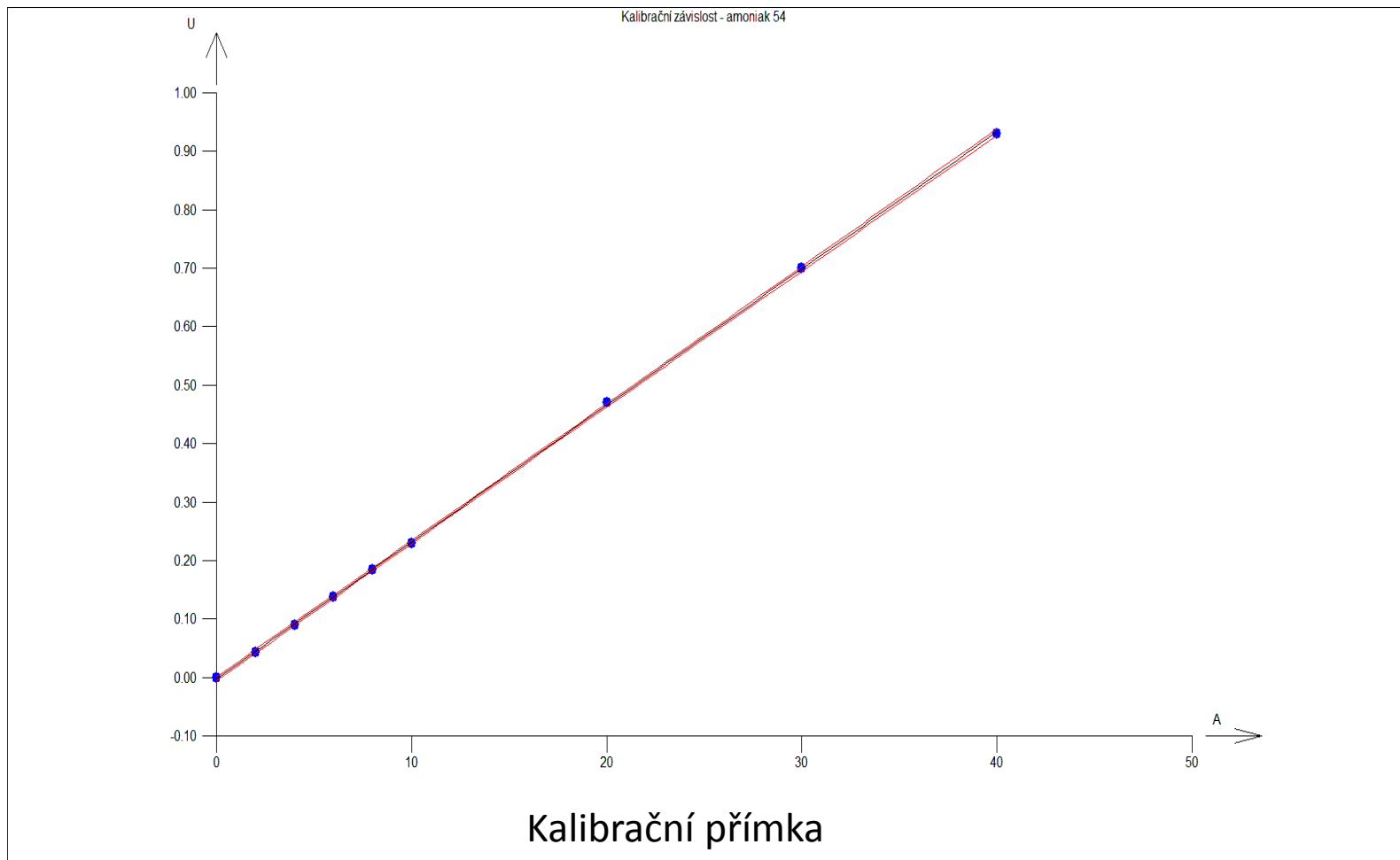


Zbarvení roztoku při provedeném stanovení přechází ze žluté přes zelenou do modré, zelená barva z počátku je dána kombinací slabě modré se žlutou základní barvou výluhu a závislost intenzity na koncentraci amonných iontů ve výluhu je lineární. Reakce probíhá pomalu, plného vybarvení je dosaženo až po cca jedné hodině.



Sada kalibračních roztoků, úplně nalevo je roztok pro stanovení kontrolního bodu





Na grafu je na ose x vynesena obsah amoniakálního dusíku v měřeném objemu roztoku v μg , na ose y pak hodnota extinkce. Sama kalibrační přímka má černou barvu, červeně pak jsou vyznačeny intervaly spolehlivosti. Závislost je velmi přesná, zakreslené intervaly spolehlivosti na obrázku téměř splývají s vlastní přímkou při hladině významnosti $\alpha = 0,05$ a korelační koeficient je vyšší jak 0,9999.



Naše laboratoř má tuto zkušební metodu akreditovanou pro stanovení amoniaku v popílcích, energosádrovcích, stavebních materiálech, zeminách a také pro přímé stanovení obsahu amoniaku v pitné a povrchové vodě a v odpadní vodě.



Největším současným problémem je amoniak ve vedlejších energetických produktech – v popílcích a energosádrovcích. V rámci přípravy akreditace byla provedena řada stanovení obsahu amoniaku v popílcích (54 měření) a energosádrovcích (7 měření). Obecně největším problémem zůstávají popílký, obsah amonných iontů v popílcích se pohyboval od 25 do necelých 200 mg/kg, většinou pak v rozmezí 50 – 100 mg/kg. Nejvyšší hodnota činila necelých 439 mg/kg. To však byl popílek z krátkodobé zkoušky, kdy byla záměrně předávkována močovina do spalovací komory. Pro srovnání podle literárních údajů ve Spojených státech je běžně dosahováno obsahu amonných iontů v popílcích 1000 – 2000 mg/kg. Podle toho je situace v popílcích z tuzemských energetických zařízení ještě vcelku přijatelná.



V energosádrovcích se obsah amonných iontů pohyboval v rozmezí 9 – 16 mg/kg, nejvyšší hodnota (jediná) byla necelých 25 mg/kg. Vzhledem k hmotnostnímu podílu energosádrovce v cementu je to nepříliš významné množství.



Literatura:

1. ČSN ISO 7150-1 Stanovení amonných iontů Část 1: Manuální spektrometrická metoda
2. ČSN EN 14671 Charakterizace kalů – Úprava vzorků pro stanovení extrahovatelných amonných iontů s použitím 2 mol/l roztoku chloridu draselného
3. Šulc Rostislav, Snop Roman, Neruda Jiří, Škvára František, Peterová Adéla: Zpráva k problematice popílků po technologii SNCR jako příměsí do betonu, listopad 2017
4. NAŘÍZENÍ VLÁDY č. 361/2007 Sb., kterým se stanoví podmínky ochrany zdraví při práci
5. SMĚRNICE KOMISE č. 2000/39/ES, o stanovení prvního seznamu směrných limitních hodnot expozice na pracovišti k provedení směrnice Rady 98/24/ES o bezpečnosti a ochraně zdraví zaměstnanců před riziky spojenými s chemickými činiteli používanými při práci
6. NAŘÍZENÍ EVROPSKÉHO PARLAMENTU A RADY (ES) č. 1907/2006, o registraci, hodnocení, povolování a omezování chemických látek, o zřízení Evropské agentury pro chemické látky, o změně směrnice 1999/45/ES a o zrušení nařízení Rady (EHS) č. 793/93, nařízení Komise (ES) č. 1488/94, směrnice Rady 76/769/EHS a směrnic Komise 91/155/EHS, 93/67/EHS, 93/105/ES a 2000/21/ES
7. NAŘÍZENÍ EVROPSKÉHO PARLAMENTU A RADY (ES) č. 1272/2008, o klasifikaci, označování a balení látek a směsí, o změně a zrušení směrnic 67/548/EHS a 1999/45/ES a o změně nařízení (ES) č. 1907/2006





DĚKUJI ZA POZORNOST

