Группа Л59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Метод определения примеси аммония

ГОСТ 24245—80

Reagents. Method for the determination of ammonium impurity

МКС 71.040.30
ОКСТУ 2609

Дата введения 01.12.80

Настоящий стандарт распространяется на химические реактивы и устанавливает метод определения примеси аммония.

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет соединения при взаимодействии реактива Несслера или Несслера-Виникера с ионами аммония.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ УКАЗАНИЯ

1.1. Общие указания к методам анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании применяют лабораторные весы 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг и ценой деления 10 мг или 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг.

Допускается применение импортной лабораторной посуды и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2. Масса аммония в навеске анализируемого реактива должна быть в пределах 0,01—0,05 мг.

1.3. Массу навески анализируемого реактива, проведение предварительной обработки, а также массу аммония в миллиграммах, которая должна содержаться в растворах сравнения, указывают в нормативно-технической документации на анализируемый реактив.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.4. Навеску анализируемого реактива, а также навески реактивов для приготовления растворов, применяемых при определении, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

1.5. Если анализируемый раствор кислый, его следует нейтрализовать раствором гидроокиси натрия по универсальной индикаторной бумаге.

1.6. При определении примеси аммония все растворы прибавляют пипеткой к анализируемому и растворам сравнения одновременно в одинаковой последовательности, тщательно перемешивая растворы после прибавления каждого реактива.

1.7. Определение примеси аммония проводят в помещении, изолированном от помещений, в которых работают с аммиаком или солями аммония.

1.6, 1.7. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 4(5)—2—1(2); 6(7)—2—5—(10) по ГОСТ 29227.

Бумага универсальная индикаторная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

gost.e-ecolog.ru

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20 %, не содержащий NH_4, готовят по ГОСТ 4517.

Реактив Несслера-Винклера или реактив Несслера, готовят по ГОСТ 4517.

Спирт поливиниловый по ГОСТ 10779, раствор с массовой долей 1 %.

Раствор, содержащий NH_4, готовят по ГОСТ 4212.

Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см³ NH_4; разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в мерные колбы помещают растворы, содержащие 0,01; 0,02; 0,03; 0,05 мг NH_4.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий NH_4.

К каждому из растворов добавляют 1 см³ раствора гидроокиси натрия, 1 см³ реактива Несслера или Несслера-Винклера, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают. Допускается добавление 1 см³ поливинилового спирта. Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов сравнения на спектрофотометре при длине волны 420 нм или фотоэлектроколориметре при длине волны 400—450 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм по отношению к контрольному раствору.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массы аммония в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Подготовка анализируемой пробы

Навеску анализируемого реактива помещают в мерную колбу, растворяют в 40 см³ воды, добавляют 1 см³ раствора гидроокиси натрия, 1 см³ реактива Несслера или Несслера-Винклера, доводят объем раствора водой до 50 см³ и перемешивают.

Допускается добавление 1 см³ поливинилового спирта.

4.2. Фотометрическое определение

Фотометрические определения проводят на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре любого типа при соответствующей длине волны.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора по отношению к контрольному раствору, приготовленному так же, как при построении градуировочного графика.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массу аммония в миллиграммах в анализируемом реактиве.

4.3. Визуальное определение

Визуальное определение проводят в конических колбах. При визуальном определении готовят три раствора сравнения. В первом растворе масса примеси аммония соответствует норме, во втором составляет 0,5 нормы и в третьем — 2 нормы. Если масса аммония в растворах сравнения (0,5 нормы или 2 нормы) не укладывается в пределы, установленные в п. 1.2, то эти растворы не готовят. Для минимальной нормы не готовят второй раствор, для максимальной — третий.

Наблюдаемая через 10 мин окраска анализируемого раствора не должна быть интенсивнее окраски раствора сравнения, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме массу аммония в миллиграммах, соответствующую установленной норме в нормативно-технической документации на анализируемый реактив (в пересчете на массу), и те же количества реактивов, что при фотометрическом определении.

4.5. Если непосредственное определение аммония невозможно (осадок, окрашенные соединения и т. д.), определение можно проводить по ГОСТ 10671.4, разд. 4, при этом не добавляют сплав Деварда и пользуются градуировочным графиком, учитывая объемы фотометрируемых растворов.

4.6. За результат анализа при фотометрическом определении принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,003 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа ±20 % при определении 0,01 мг NH_4 и ±10 % при определении свыше 0,01 мг NH_4 до 0,05 мг NH_4 (включительно) при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Разд. 4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.06.80 № 2876

3. Стандарт содержит все требования СТ СЭВ 1436—78; введен международный стандарт ИСО 6353-1—82 в части визуального метода анализа

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1770—74	Разд. 2	ГОСТ 10671.4—74	4.2; 4,5
ГОСТ 4212—76	Разд.2	ГОСТ 10779—78	Разд. 2
ГОСТ 4328—77	Разд. 2	ГОСТ 25336—82	Разд. 2
ГОСТ 4517—87	Разд. 2	ГОСТ 27025—86	1.1
ГОСТ 6709—72	Разд. 2	ГОСТ 29227—91	Разд. 2

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6. ИЗДАНИЕ с Изменением № 1, утвержденным в июне 1989 г. (ИУС 9—89)

gost.e-ecolog.ru