УДК 663.64:543.34:006.354 Группа Р19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДЫ МИНЕРАЛЬНЫЕ ПИТЬЕВЫЕ ЛЕЧЕБНЫЕ, ЛЕЧЕБНО-СТОЛОВЫЕ И ПРИРОДНЫЕ СТОЛОВЫЕ

Метод определения ионов аммония

ГОСТ 23268.10—78

Drinking medicinal, medicinal-table and natural-table mineral waters. Method of determination of ammonium ions

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 1 сентября 1978 г. № 2414 срок действия установлен

с 01.01.80
до 01.01.85

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на лечебные, лечебно-столовые и природные столовые питьевые минеральные воды и устанавливает колориметрический метод определения ионов аммония.

Метод основан на взаимодействии ионов аммония с йоднортутной солью (реактивом Несслера) в щелочной среде с образованием йодистого меркураммония, окрашенного в желтый цвет.

Метод позволяет определить от 0,05 до 4 мг/дм^3 ионов аммония.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 23268.0—78.

1.2. Объем пробы воды для определения ионов аммония должен быть не менее 150 см^3.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Весы лабораторные аналитические.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 25336—82.

Плитка электрическая по ГОСТ 306—76.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100, 500, 1000 см^3.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Переиздание. Сентябрь 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

Пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 5, 10, 20, 50 см³.

Цилиндры колориметрические стеклянные.

Капельницы по ГОСТ 25336—82.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Насадка Кьельдаля.

Фарфор пористый.

Вата стеклянная из непрерывного волокна.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773—72.

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652—73.

Сода кальцинированная техническая по ГОСТ 5100—73.

Ртуть йодная.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79 (сегнетова соль).

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72, безаммиачная.

Все реактивы должны быть квалификации х. ч. или ч.д.а.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Приготовление раствора реактива Несслера

100 г йодной ртути и 70 г йодистого калия взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, приливают раствор щелочи, приготовленный растворением 160 г гидроокиси натрия в 500 см³ воды, и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Используют прозрачный раствор после отстаивания.

3.2. Приготовление раствора трилона Б

В 60 см³ дистиллированной воды растворяют сначала 10 г гидроокиси натрия, затем 50 г трилона Б, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г. Объем полученного раствора доводят дистиллированной водой до 100 см³.

3.3. Приготовление основного стандартного раствора

Основной стандартный раствор готовят из хлористого аммония по ГОСТ 4212—76.

1 см³ раствора содержит 1 мг ионов аммония.

3.4. Приготовление рабочего стандартного раствора

5 см³ основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и объем раствора доводят дистил-

лированной водой до метки. Раствор готовят в день проведения анализа.

1 см³ раствора содержит 0,005 мг ионов аммония.

3.5. Приготовление раствора сегнетовой соли

50 г сегнетовой соли взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

3.6. Приготовление щелочного раствора

100 г кальцинированной соды и 50 г гидроокиси натрия взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и растворяют в 300 см³ дистиллированной воды. Раствор кипятят в течение 10 мин и отфильтровывают через стекловату.

3.7. Приготовление 30%-ного раствора гидроокиси натрия

30 г гидроокиси натрия взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и растворяют в 70 см³ дистиллированной воды.

3.8. Подготовка исследуемой воды для анализа

Для устранения мешающего влияния кальция и магния при содержании их менее 100 мг/дм³ к пробе воды прибавляют 0,5 см³ раствора сегнетовой соли, приготовленного по п. 3.5 или 0,5 см³ раствора трилона Б, приготовленного по п. 3.2.

При содержании в исследуемой воде кальция и магния более 100 мг/дм³ ее предварительно перегоняют или умягчают.

3.9. Перегонка воды

В круглодонную колбу вместимостью 1000 см³ помещают несколько кусочков пористого фарфора, приливают 500 см³ исследуемой воды и 10 см³ 30 %-ного раствора гидроокиси натрия. Колбу закрывают пробкой, через которую пропускают трубку насадки Кьельдаля, и соединяют насадку с холодильником. Перегонку ведут до получения 250 см³ отгона.

3.10. Умягчение воды

К 100 см³ анализируемой воды приливают 2 см³ щелочного раствора. Смесь отстаивают 2 ч. Используют для анализа осветленную часть.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В стеклянный колориметрический цилиндр вместимостью 50 см³ помещают от 10 до 50 см³ анализируемой воды из такого расчета, чтобы в ней содержалось не более 0,2 мг ионов аммония, и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Одновременно готовят эталонные растворы с содержанием ионов аммония. 0,0; 0,5; 1,0; 2,0 3,0; 4,0 мг/дм³. Для этого в такие же цилиндры вносят соответственно по 0,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0;

40,0 см³ рабочего стандартного раствора и объем раствором доводят дистиллированной водой до метки. В каждый цилиндр вносят 2 капли раствора трилона Б или раствора сегнетовой соли, перемешивают, прибавляют по 1 см³ реактива Несслера и опять перемешивают. Через 10 мин сравнивают интенсивность цвета раствора анализируемой воды с интенсивностью цвета растворов стандартных образцов.

При определении ионов аммония в анализируемой воде, подготовленной по пп. 3.9 и 3.10, растворы трилона Б или сегнетовой соли не добавляют. Массовая концентрация ионов аммония в отгоне получается в два раза больше, чем в исследуемой воде.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую концентрацию (X), мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X = \frac{CV_2}{V_1},$$

где C — массовая концентрация ионов аммония, определенная по шкале эталонных растворов, мг/дм³;

V_1 — объем анализируемой воды, взятый для разведения, см³

V_2 — объем, до которого разбавлена проба, см³.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 мг/дм³.

gost.e-ecolog.ru