ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ

Суунун сапаты

АММОНИЙДИН АНЫКТАМАСЫ

Дистилляциялоо жана титирлөө ыкмасы

Качество воды

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АММОНИЯ

Метод дистилляции и титрования

Издание официальное

Кыргызстандарт

Бишкек

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН техническим комитетом ИСО/ТК 147 «Качество воды»

ВНЕСЕН Государственной инспекцией по стандартизации и метрологии при Правительстве Киргизской Республики (Кыргызстандарт)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Кыргызстандарта от 7 октября 1999 г. № 253

3 Настоящий стандарт является полным аутентичным текстом международного стандарта ИСО 5664-84 Качество воды. Определение аммония. Метод дистилляции и титрования

4 ВВЕДЕН впервые

© Кыргызстандарт, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Кыргызстандарта

Содержание

1 Назначение 1

2 Определение 1

3 Принцип метода 1

4 Реактивы 1

5 Оборудование 2

6 Отбор и хранение проб 3

7 Определение 3

8 Выражение результатов 4

9 Отчет об исследовании 5

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ

Суунун сапаты
АММОНИЙДИН АНЫКТАМАСЫ
Дистилляциялоо жана титирлөө ыкмасы

Качество воды
ОПРЕДЕЛЕНИЕ АММОНИЯ
Метод дистилляции и титрования

Water quality. Determination of ammonium. Distillation and titration method

Дата введения 2000-01-01

1 Назначение

Настоящий международный стандарт устанавливает метод ДИСТИЛЛЯЦИИ и титрования для определения аммония в природной, питьевой и сточной водах.

2 Определение

2.1 Метод применяется для определения содержания аммонийного азота при содержании до 10 мг в исследуемой пробе, что соответствует содержанию аммиака до c_N =1000 мг/дм^3.

2.2 Предел определения

Практически определенный (4 степени свободы) предел определения при использовании 250 см^3 исследуемой пробы составляет c_N =0,2 мг/дм^3.

2.3 Чувствительность

Использование 100 см^3 исследуемой порции, подкисленной 1 см^3 0,02 моль/дм^3 соляной кислоты, эквивалентно c_N =2,8 мг/дм^3.

2.4 Мешающие влияния

Наиболее значительное мешающее влияние оказывает мочевина, которая при определенных условиях может отгоняться вместе с аммиаком, тем самым завышая результаты. Помехи также может вызвать присутствие аминов, которые отгоняются и вступают в реакцию с кислотой во время титрования, вызывая завышение результатов. Хлорамины, находящиеся в пробе хлорированной воды, определяют таким же способом

3 Принцип метода

Установление pH пробы в диапазоне 6,0-7,4. Добавление окиси магния для того, чтобы получить средне-щелочные условия; дистилляция выделившегося в свободном состоянии аммиака и сбор его в колбу-приемник, содержащую раствор борной кислоты.

Титрование аммиака в дистилляте титрованным раствором борной кислоты.

4 Реактивы

В ходе определения используют реактивы только известного аналитического качества

и только воду, приготовленную по п. 4.1.

4.1Вода, не содержащая аммиака, готовится одним из следующих методов.

4.1.1Ионно-обменный метод

Пропускают дистиллированную воду через колонку с сильнокислой катионообмённой смолой (в Н-форме) и собирают элюат в стеклянную бутылку с хорошо подогнанной пробкой, добавляют в каждый кубический дециметр элюата около 10 г этой же смолы для сохранения.

4.1.2 Добавляют (0,10 ± 0,01) $см^3$ концентрированной серной кислоты (Q =1,84 $г/см^3$) к (1000 ± 10) $см^3$ дистиллированной воды и перегоняют в стеклянных аппаратах. Отбрасывают первые 50 $см^3$ дистиллята и собирают остаток в стеклянную бутылку с плотно подогнанной пробкой. Добавляют в каждый кубический дециметр дистиллята около 10 г сильно кислой катионообмённой смолы (в Н-форме).

4.2 Соляная кислота (Q=1,18 $г/см^3$).

4.3 Соляная кислота, стандартный раствор, с (HCl)=10 $моль/дм^3$. Раствор готовят разбавлением соляной кислоты (п. 4.2). Раствор титруют обычными аналитическими методами. Могут быть использованы промышленные растворы гарантированной концентрации (фиксаналы).

4.4 Соляная кислота, стандартный раствор, с (HC1)=0,02 $моль/дм^3$ (п. 4.2). Стандартизуют обычными аналитическими методами. Могут быть использованы промышленные растворы гарантированной концентрации (фиксаналы) или разбавленный стандартный раствор соляной кислоты (п. 4.3).

4.5 Смесь борной кислоты и индикаторного раствора

4.5.1 Растворяют (0,5 ± 0,1) г водного раствора метилового красного в приблизительно 800 $см^3$ воды и доводят водой до 1 $дм^3$.

4.5.2 Растворяют (1,5 ± 0,1*)* г метиленового синего в приблизительно 800 $см^3$ воды и доводят водой до 1 $дм^3$.

4.5.3 Растворяют (20 ± 1) г борной кислоты (H_3BO_3) в теплой воде, охлаждают до комнатной температуры. Добавляют (10 ± 0,5) $см^3$ раствора метилового красного и (2,0 ± 0,1) $см^3$ раствора метиленового синего и доводят водой до 1 $дм^3$.

4.6 Бромтимоловый синий, индикаторный раствор, 0,5 $г/дм^3$

Растворяют (0,5 ± 0,02) г бромтимолового синего в воде и доводят водой до 1 $дм^3$.

4.7 Соляная кислота, 1 % -й раствор (V/V)

Растворяют (10 ± 1) $см^3$ соляной кислоты (п. 4.2) в 1 $дм^3$ воды.

4.8 Раствор гидрооксида натрия, 1 $моль/дм^3$.

Растворяют (40 ± 2) г гидрооксида натрия приблизительно в 500 $см^3$ воды. Охлаждают до комнатной температуры и разбавляют до 1 $дм^3$.

4.9 Обезвоженный оксид магния, не содержащий карбонат

Высушивают оксид магния при температуре 500 °С, чтобы выделился карбонат.

4.10 Гранулы антипульсирующего кипения.

Антивспенивающий агент, например, небольшие кусочки парафина.

5 Оборудование

Используется обычное лабораторное оборудование и указанное ниже.

Перегонный аппарат с присоединенной склянкой для приема дистиллята, вместимостью от 800 до 1000 $см^3$, прикрепленной к противовозгонной насадке и вертикальному конденсатору, закрепленному так, чтобы выпускное отверстие было бы погружено в раствор абсорбента.

Следует обратить внимание на предварительную очистку перегонного аппарата, которую следует проводить всякий раз, когда прибор не был в работе более 3 дней. Для очистки помещают приблизительно 350 $см^3$ воды, не содержащей аммиака (см. п. 4.1) в дистилля-

ционную колбу. Добавляют несколько гранул антипульсирующего кипения, монтируют прибор и перегоняют, пока не соберется 100 $см^3$ воды. Полученный дистиллят отбрасывают и споласкивают им дистилляционную колбу.

6 Отбор и хранение проб

Лабораторные пробы следует собирать в полиэтиленовые или стеклянные бутыли и исследовать как можно быстрее или же хранить при температуре 2-5 °С до начала исследования.

Можно использовать подкисление проб серной кислотой до получения pH<2. Этот способ консервирования позволяет избежать возможного загрязнения подкисленной пробы абсорбцией атмосферного аммиака.

7 Определение

7.1 Объем исследуемой порции

Если известно приблизительное содержание аммиака, то объем исследуемой порции может быть определен по табл. 1.

7.2 Ход определения

7.2.1 Помещают (50±5) $см^3$ раствора борной кислоты - индикатора (п. 4.5) в колбу приемника дистилляционного прибора. Убеждаются, что напорный (питающий) конец конденсатора ниже поверхности раствора борной кислоты. Измеряют выбранный объем исследуемой порции в дистилляционной колбе.

Примечание - Если в исследуемой пробе имеется хлор, то для его удаления необходимо добавить несколько маленьких кристаллов тиосульфата натрия.

Таблица 1

Содержание аммония, с, $мг/дм^3$	Объем исследуемой порции*, $см^3$
До 10	250
От 10 до 20	100
От 20 до 50	50
От 50 до 100	25

* В случае использования для титрования стандартного раствора соляной кислоты (п. 4.3).

Добавляют несколько капель раствора индикатора бромтимолового синего и, если необходимо, доводят pH раствора от 6,0 (желтый цвет индикатора) до 7,4 (синий цвет индикатора), используя раствор гидрооксида натрия или раствор соляной кислоты (п. 4.7). Затем доводят общий объем в дистилляционной колбе до 350 $см^3$ водой, свободной от аммиака.

Добавляют в дистилляционную колбу (0,25±0,05) г обезвоженного оксида магния и немного гранул антипульсирующего кипения. Для некоторых проб сточных вод может понадобиться добавление антипенящегося агента. Дистилляционную колбу сразу же присоединяют к прибору.

7.2.2 Нагревают дистилляционную колбу таким образом, чтобы дистиллят собирался со скоростью 10 $см^3$/мин. Дистилляцию останавливают, когда собрано около 200 $см^3$ пробы.

7.2.3 Титруют дистиллят до пурпурной конечной точки, используя стандартный раствор соляной кислоты (п. 4.4). Записывают пошедший объем.

Примечания

1 Для титрования дистиллята из проб с высоким содержанием аммиака может быть использован стандартный раствор соляной кислоты (п. 4.3).

2 Аммиак может быть оттитрован после его отгонки в перегонную колбу. Если обнаруживается длительное собирание аммиака, это указывает на присутствие мешающих веществ, которые подвергаются медленному гидролизу до образования аммиака.

7.3 Холостое определение

Выполняют холостое определение, как описано в п. 7.2, заменив исследуемый объем пробы 250 $см^3$ водой, свободной от аммиака, в объеме 250 $см^3$.

8 Выражение результатов

8.1 Метод вычисления

Концентрацию аммонийного азота определяют по формуле:

$$c_N = \frac{V_1 - V_2}{V_0} \cdot c \cdot 14{,}01 \cdot 1000,$$

где V_0 – объем исследуемой порции, $см^3$ (см. п. 7.1);

V_1 – объем стандартного раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, $см^3$;

V_2 – объем стандартного раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование холостого определения, $см^3$ (см п. 7.3);

с - точная концентрация раствора соляной кислоты, использованного для титрования, моль/$дм^3$;

14,01 - атомная масса азота, г/моль.

Результат может быть выражен как массовая концентрация азота (c_N) или аммиака (c_{NH_3}) или иона аммония ($c_{NH_4^+}$) в мг/$дм^3$ или в виде концентрации аммонийного иона $c_{(NH_4^+)}$ в мкмоль/ $дм^3$.

Коэффициенты для перевода даны в табл. 2.

Таблица 2

	c_N, мг/л	c_{NH_3}, мг/л	$c_{NH_4^+}$, мг/л	$c_{(NH_4^+)}$, мкмоль/$дм^3$
c_N = 1 мг/$дм^3$	1	1,216	1,288	71,4
c_{NH_3} = 1 мг/$дм^3$	0,823	1	1,059	58,7
$c_{NH_4^+}$ = 1 мг/$дм^3$	0,777	0,944	1	55,4
$c_{(NH_4^+)}$ =1мкмоль/дм	0,014	0,017	0,018	1

Пример - Концентрация аммонийного иона с $c_{NH_4^+}$ = 1 мг/$дм^3$ соответствует концентрации азота 0,777 мг/$дм^3$.

8.2 Воспроизводимость

Стандартные отклонения воспроизводимости были определены, как показано в табл.3.

Таблица 3*

Пробы	Содержание аммиака, c_{NH_3}, мг/$дм^3$	Объем исследуемой порции, $см^3$	Стандартное отклонение, мг/$дм^3$	Степень свободы
Стандартный раствор	4,0	250	0,23	10
Стандартный раствор	40	250	0,56	11
Отстоенные сточные воды	35	100	0,70	16
Очищенные сточные воды	1,8	25	0,16	11

* Информация Великобритании.

9 Отчет об исследовании

Отчет об исследовании должен содержать:

а) ссылку на настоящий международный стандарт;

б) все данные, необходимые для точной идентификации пробы;

в) детали, касающиеся хранения лабораторной пробы до исследования;

г) данные по повторяемости, достигнутой лабораторией при использовании метода;

д) результат и использованный метод выражения;

е) какие-либо отклонения от процесса, определенного в данном международном стандарте, или какие-либо другие обстоятельства, которые могут повлиять на результат.

УДК 543.342:543.24 МКС 13.060.50 Т58

Ключевые слова: вода, исследования, определение содержания, аммонийный ион, метод дистилляции, титрование

Подписано в печать 30.10.99. Усл.печ.л. 1,16.
Формат 60х84/8 Заказ 67. Тираж.
Кыргызстандарт, 720040, г. Бишкек, ул. Панфилова, 197

gost.e-ecolog.ru