ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Су сапасы
АММОНИЙДІҢ БОЛУЫН АНЫҚТАУ
Дистилляттау және титрлеу әдісі

Качество воды
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АММОНИЯ
Метод дистилляции и титрирования

ҚР СТ ИСО 5664-2006

(ISO 5664 - 1984 «Water quality. Determination of ammonium. Distillation and titration method», IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Су сапасы
АММОНИЙДІҢ БОЛУЫН АНЫҚТАУ
Дистилляттау және титрлеу әдісі

ҚР СТ ИСО 5664-2006

(ISO 5664 - 1984 «Water quality. Determination of ammonium. Distillation and titration method», IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 Қазақстан Республикасының Индустрия және сауда министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитетінің «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» РМК **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің 2006 жылғы 23 маусымдағы № 249 бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ІСКЕ ҚОСЫЛДЫ**

3 Осы стандарт ИСО 8467:1993 «Су сапасы. Аммонийдің болуын анықтау. Дистиляттау және титрлеу әдісі» балама мәтіні болып табылады және мәтінде көлбеу қаріппен көрсетілген Қазақстан Республикасы экономикасының қажеттіктерін көрсететін қосымша талаптардан тұрады

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ **2011 жыл**
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ **5 жыл**

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология жөніндегі комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде Қазақстан Республикасы аумағында толықтай немесе бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Су сапасы
АММОНИЙДІҢ БОЛУЫН АНЫҚТАУ
Дистилляттау және титрлеу әдісі

Water quality. Determination of ammonium.
Distillation and titration method

Енгізілген күні 2007-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт табиғи, ауыз және сарқынды суларда аммонийдің болуын анықтау үшін дистилляттау және титрлеу әдісін белгілейді.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартта мынадай стандарттарға сілтемелер пайдаланылды:

ҚР СТ ГОСТ Р 51592 - 2003 Су. Сынамаларды іріктеуге қойылатын жалпы талаптар.

ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Зертханалық өлшемді шыны ыдыс. Цилиндрлер, өлшеуіргіш, құтылар, түтіктер. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 3118-77 Реактивтер. Тұз қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4204-77 Реактивтер. Күкірт қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4328-77 Реактивтер. Натрий гидрототығы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4517-87 Реактивтер. Талдау кезінде қолданылатын көмекші реактивтер мен ерітінділерді дайындау әдістері.

ГОСТ 4526-75 Реактивтер Магний оксиді. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4919.1-77 Реактивтер мен ерекше таза заттектер. Индикатор ерітінділерін дайындау әдістері.

ГОСТ 6709 – 72 Дистилденген су. Техникалық шарттар.

ГОСТ 9656-75 Реактивтер Бор қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 20298-74 Ион алмасқан шайырлар. Катиониттер. Техникалық шарттар.

ГОСТ 22867-77 Реактивтер. Азотқышқылды аммоний. Техникалық шарттар.

ГОСТ 25336 -82 Зертханалық шыны ыдыс және жабдық. Түрлері, негізгі параметрлері мен өлшемдері.

Ресми басылым

ГОСТ 25794.1-83 Реактивтер. Қышқылды-негізгі титрлеу үшін титрленген ерітінділерді дайындау әдістері.

ГОСТ 25794.2-83 Реактивтер. Қышқылдандыру – қалпына келтіру титрлеу үшін титрленген ерітінділерді дайындау әдістері.

ГОСТ 27025-86 Реактивтер. Сынақ жүргізу бойынша жалпы нұқсаулара

3 Өлшеу әдісі

3.1 Әдіс 10 мг дейінгі сыналатын сынамада аммонийлі азоттың болуын анықтау үшін қолданылады. Зерттелетін сынаманың 10 $см^3$ пайдалану $С_N$ =1000 $мг/дм^3$ дейінгі сынама шоғырына сәйкеседі.

3.2 Сезімталдық шегі

250 $см^3$ пайдаланған кездегі зерттелетін сынаманың негізгі анықталған сезімталдық шегі (еріктіктің 4 деңгейі) $С_N$ =0,2 $мг/дм^3$ құрайды.

3.3 Қайталанғыштық

Құрамында 1 $см^3$ 0,02 $моль/дм^3$тұз қышқылы бар 100 $см^3$ зерттелетін бөлікті пайдалану $С_N$ =2,8 $мг/дм^3$ тең.

3.4 Кедергі жасайтын әсерлер

Ең жоғары кедергі әсерді несепнәр келтіреді, ол нақты жағдайларда нәтижелерді көтеріп аммиакпен бірге кетіріле алады. Бөгеуілдерді сондай-ақ аминдердің қатысуы да тудыруы мүмкін, олар нәтижелердің көтерілуін тудырып титрлеу кезінде қышқылмен бірге реакцияға түсіп кетіріледі. Хлорланған су сынамасындағы хлораминдерді де осындай тәсілмен анықтайды.

4 Әдіс қағидаты

6,0-7,4 ауқымында сынаманың pH белгілеу. Орташа сілтілі орта алу үшін магний тотығын қосу; еркін жағдайда бөлінген аммиакты дистилляттау және оны ішінде бор қышқылы бар қабылғағыш құтыға жинау.

Аммонийді дистиллятта бор қышқылын/индикаторлық ерітіндіні пайдаланып стандартты көлемді қышқыл ерітіндімен титрлеу.

5 Реактивтер мен материалдар

ГОСТ 6709 бойынша дистилденген су;
ГОСТ 3118 бойынша тұз қышқылы;
ГОСТ 4204 бойынша күкірт қышқылы;
ГОСТ 4526 бойынша магний оксиді;
ГОСТ 9656 бойынша бор қышқылы;
ГОСТ 22867 бойынша аммонийлі азот;

ГОСТ 20298 бойынша катоинды-ауыспалы шайырлар;
ГОСТ 4328 бойынша натрий гидрооксиді;
ГОСТ 4919.1 бойынша индикаторлы ерітінділер;
Өндірушінің нормативтік құжаттамасы бойынша.

6 Құралдар мен жабдықтар

ГОСТ 1770, ГОСТ 25336 бойынша және төменде көрсетілген кәдімгі зертханалық жабдықтар пайдаланылады.

Дистилятты қабылдауға арналған сиымдылығы 800-ден 1000 $см^3$–ге дейінгі дейінгі, қоздыруға қарсы тіке сығымдағыштағы қондырғыға шығару саңылауы абсорбент ерітіндісіне батырылатындай бекітілген шишалы айдау аппараты.

Ескертпе – Құрал жұмыста 3 күннен артық қолданбаған әр кезде жүргізілуі керек айдау аппаратын алдын ала тазалауға көңіл бөлу керек. Тазарту үшін құрамында аммоний жоқ 350 $см^3$ суды дистилляттаушы құтыға құяды (7.2.1 т. қара). Бұрқылдап қайнауға қарсы бірнеше түйіршік қосады, құралды құрастырады және 100 $см^3$ су жиналғанға дейін айдайды. Алынған дистиллятты алып тастайды және онымен дистиляттаушы құтыны шаяды.

7 Өлшеулер орындауға дайындық

7.1 Сынамаларды іріктеу және сақтау

Су сынамаларын сұрыптау, тасымалдау және оны сақтауға дайындауды ҚР СТ ГОСТ Р 51592 сәйкес жүргізеді.

Зертханалық сынамаларды полиэтилен немесе шыны шишаларға жинау және мүмкіндігінше жылдам зерттеп немесе зерттеу басталғанға дейін (2-5)°С температурасы жағдайында сақтау керек.

Сынамаларды pH<2 алғанға дейін күкірт қышқылымен қышқылдандыруды пайдалануға болады. Консервациялаудың бұл тәсілі қышқылдандырылған сынаманың атмосфералық аммиак абсорбциясымен мүмкін ластануын болдырмауға мүмкіндік береді.

7.2 Ерітінділерді дайындау

Ерітінділерді дайындаған кезде ГОСТ 4517, ГОСТ 27025, ГОСТ 25794.1, ГОСТ 25794.2 талаптарын сақтау керек.

Анықтау барысында тек белгілі аналитикалық сапалы реактивтерді және 7.2.1 тармағы бойынша дайындалған суды пайдаланады.

7.2.1 Құрамында аммоний жоқ су мына әдістердің біреуімен дайындалады:

7.2.1.1 Ионды-алмастыру әдісі

Дистилденген суды бағана арқылы қатты қышқыл катоинды-алмастыру шайырымен (Н-нысанда) өткізеді және элюатты тығыны қымталып

жабылатын шыны шишаға жинайды, элюаттың әр шаршы дециметріне сақтау үшін осы шайырдың 10 г қосады.

7.2.1.2 Дистилляттау әдісі

(0,10 ±0,01) $см^3$ шоғырланған күкірт қышқылын (Q =1,84 $г/см^3$)-ге (1000 ±10) $см^3$ дистилденген суды және шыны аппараттарды айдайды. Дистиляттың бірінші 50 $см^3$ алып тастайды қалғанын тығыны нығыздалып жабылатын шыны шишаға жинайды. Дистиляттың әр шаршы дециметріне шамамен 10 г қатты қышқыл катионды-алмастырылатын шайыр қосады (Н-нысанда).

7.2.2 Тұз қышқылы (Q = 1,18 $г/см^3$).

7.2.3 Тұз қышқылы, стандартты ерітінді, с (HC1)=10 моль/$дм^3$. Ерітіндіні тұз қышқылын араластырып дайындайды (7.2.2 т). Ерітіндіні әдеттегі аналитикалық әдістермен титрлейді. Кепілдендірілген шоғырлы (фиксаналдар) өнеркәсіптік ерітінділер пайдаланыла алады.

7.2.4 Тұз қышқылы, стандартты ерітінді, с (HC1)=0,02 моль/$дм^3$ (7.2.2 т.). Әдеттегі аналитикалық әдістермен стандарттайды. Кепілдендірілген шоғырлы (фиксаналдар) өнеркәсіптік ерітінділер немесе тұз ерітіндісінің араластырылған стандартты ерітіндісі пайдаланыла алады (7.2.3 т.).

7.2.5 Бор қышқылы мен индикаторлық ерітіндінің қоспасы

7.2.5.1 (0,5± 0,1) г метил қызылдың су ерітіндісін шамамен 800 $см^3$ суда ерітеді және 1 $дм^3$-ге дейін сумен жеткізеді.

7.2.5.2 (0,5± 0,1) г метилен көктің ерітіндісін шамамен 800 $см^3$ суда ерітеді және 1 $дм^3$-ге дейін сумен жеткізеді.

7.2.5.3 (20 ± 1) г бор қышқылын (H_3BO_3) жылы суда ерітеді, бөлме температурасына дейін суытады. (10 ± 0,5) $см^3$ метил қызыл ерітіндісін және (2,0 ± 0,1) $см^3$ метилен көк ерітіндісін қосады және 1 $дм^3$ дейін сумен жеткізеді.

7.2.6 Бромтимол көк, индикаторлық ерітінді, 0,5 $г/дм^3$

(0,5 ± 0,02) г бромтимол көкті суда ерітеді және 1 $дм^3$ дейін сумен жеткізеді.

7.2.7 Тұз қышқылы, 1 % -лік (V/V) ерітінді.

(10 ± 1) $см^3$ тұз қышқылын (7.2.2 т.) 1 $дм^3$ суда ерітеді.

7.2.8 Натрий гидрототығының ерітіндісі, 1 моль/$дм^3$.

(40 ± 2) г натрий гидрототығын шамамен 500 $см^3$ суда ерітеді. Бөлме температурасына дейін суытады және 1 $дм^3$ дейін араластырады.

7.2.9 Құрамында карбонат жоқ сусыздандырылған магний оксиді.

Магний оксидін карбонат бөлінуі үшін 500°С температурасы жағдайында кептіреді.

7.2.10 Бұрқылдап қайнауға қарсы түйіршіктер.

7.2.11 Көбіктенуге қарсы агент, мысалы, балауыздың кішкене кесектері.

8 Өлшеулер орындау

8.1 Зерттелетін порция көлемі

Егер аммиактың шамамен болуы белгілі болса, онда зерттелетін порция көлемі 1-кесте бойынша анықтала алады.

1-кесте

Аммонийдің болуы, C_N, мг/ дм^3	Зерттелетін порция көлемі*, см^3
10-ға дейін	250
10 - 20	100
20 - 50	50
50 - 100	25
* Титрлеу үшін тұз қышқылының стандартты ерітіндісін пайдаланған жағдайда (7.2.3 т.).	

8.2 Өлшеу

8.2.1 (50±5) см^3 бор қышқылының ерітіндісін – индикаторды (7.2.5 т) дистиляттау құралының қабылдағыш құтысына құяды. Сығымдағыштың арынды (қоректендіруші) шетін бор қышқылы ерітіндісі бетінен төмен батырады. Дистиляттау құтысының зерттелетін порциясының таңдалған көлемін (8.1 т.) өлшейді.

Ескертпе – Егер зерттелетін сынамада хлор болатын болса, онда оны кетіру үшін натрий тиосульфатының бірнеше кішкентай түсіршіктерін қосу керек.

Бромтимол көк индикаторы ерітіндісінің (7.2.6 т.) бірнеше тамшысын қосады және қажет жағдайда натрий гидрототығының ерітіндісін (7.2.8 т) немесе тұз қышқылының ерітіндісін (7.2.7т) пайдаланып ерітіндінің pH 6,0-дан (индикатордың сары түсі) 7,4-ке (индикатордың көк түсі) жеткізеді. Содан кейін дистиляттау құтысындағының жалпы көлемін аммонийден бос сумен 350 см^3–ге дейін (7.2.1-т.) жеткізеді.

Дистиляттау құтысына (0,25±0,05) г магнийдің сусыздандырылған оксидін (7.2.9т.) және бұрқылдап қайнауға қарсы бірнеше түйіршіктерді (7.2.10) қосады (Сарқынды сулардың кейбір сынамалары үшін қажет жағдайда көбіктенуге қарсы агентті қосады (7.2.11)). Дистиляттау құтысын бірден құралға қосады.

8.2.2 Дистиляттау құтысын дистиллят 10 см^3/мин жылдамдығымен жиналғандай қыздырады. Шамамен 200 см^3 сынама жиналғанда дистиляттауды аяқтайды.

8.2.3 Дистилятты тұз қышқылының стандартты ерітіндісін (7.2.4т.) пайдаланып соңғы күрең қызыл нүктеге дейін титрлейді. Кеткен көлемді жазады.

Ескертпелер

1 Құрамында аммоний жоғары сынамалардан дистилятты титрлеу үшін тұз қышқылының стандартты ерітіндісі (7.2.3т.) пайдаланыла алады.

2 Аммиак оны айдау құтысына айдағаннан кейін титрлене алады. Егер аммиак ұзақ жиналатын болса, онда аммиак түзілгенге дейін баяу күйдіруге түсетін кедергі заттардың барлығын көрсетеді.

8.3 Бос тәжірибе

Сынаманың сыналатын көлемін 250 $см^3$ аммонийден бос сумен алмастырып 8.2-тармағында көрсетілгендей бос тәжірибе жүргізеді.

9 Өлшеу нәтижелерін өңдеу

9.1 Есептеу әдісі

Аммонийлі азот (C_N) шоғырын мына формуламен анықтайды:

$$C_N = \frac{V_1 - V_2}{V_0} \times c \times 14{,}01 \times 1000,$$

мұнда V_0 - зерттелетін порция көлемі, $см^3$ (8.1-т. қара);

V_1 - титрлеуге жұмсалған тұз қышқылының стандартты ерітіндісінің көлемі, $см^3$;

V_2 - бос тәжірибені титрлеуге жұмсалған тұз қышқылының стандартты ерітіндісінің көлемі, $см^3$ (8.3 т. қара);

с - титрлеу үшін пайдаланылған тұз қышқылы ерітіндісінің дәл шоғыры, моль/$дм^3$;

14,01 – азоттың атомдық салмағы, г/моль.

Нәтиже мг/$дм^3$ –дегі азоттың (C_N) немесе аммиактың (C_{NH_3}) немесе аммоний ионының ($C_{NH_4^+}$) салмақтық шоғыры немесе мкмоль/ $дм^3$–дегі аммонийлік ион $c_{(NH_4^+)}$ шоғыры ретінде көрсетіле алады

Аударуға арналған коэффициенттер 2-кестеде берілген.

2-кесте

	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
$C_{(NH_4^+)}$=1 мкмоль/ $дм^3$	0,014	0,017	0,018	1

Мысал – $C_{NH_4^+}$ = 1 мг/$дм^3$ аммонийлі ион шоғыры 0,777 мг/$дм^3$ азот шоғырына сәйкеседі.

9.2 Нәтижелердің қайталанғыштығы

Қайталанғыштықтың стандартты ауытқулары 3-кестеде көрсетілген.

3-кесте*

Сынамалар	Аммонийдің болуы, c_{NH_3}, мг/дм^3	Зерттелетін порция көлемі, см^3	Стандартты ауытқу, мг/дм^3	Еркіндік деңгейі
Стандартты ерітінді	4,0	250	0,23	10
Стандартты ерітінді	40	250	0,56	11
Тұндырылған сарқынды су	35	100	0,70	16
Тазартылған сарқынды су	1,8	25	0,16	11
* Ұлыбритания ақпараты.				

10 Өлшеу нәтижелерін рәсімдеу

Зерттеулер туралы есеп мыналардан тұруы керек:

- осы стандартқа сілтемеден;
- сынаманы дәл сәйкестендіру үшін қажетті барлық деректер;
- зерттеуге дейін зертханалық сынаманы сақтауға қатысты ақпараттан;
- әдісті пайдаланған жағдайда зертхана қол жеткізген қайталанғыштық бойынша деректерден;
- нәтиже және көрсетудің пайдаланылған әдісі;
- осы стандартта анықталған өлшеулер орындау процедураларынан болған қандай да болсын ауытқулар немесе нәтижеге әсер етуі мүмкін өзге де қандай да болсын өзге жағдайлар.

ӘОЖ **МСЖ 13.060.50**

Түйінді сөздер: су, зерттеулер, болуын анықтау, аммонийлі ион, дистилдеу және титрлеу әдісі



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Качество воды

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АММОНИЯ

Метод дистилляции и титрирования

СТ РК ИСО 5664-2006

(ISO 5664 - 1984 «Water quality Determination of ammonium. Distillation and titration method», IDT)

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 23 июня 2006 г. № 249

3 Настоящий стандарт представляет собой аутентичный текст ИСО 5664-1984 «Качество воды. Определение содержания аммония. Метод дистилляции и титрования» и содержит дополнительные требования, отражающие потребности экономики Республики Казахстан, которые выделены курсивом.

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2011 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Качество воды
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АММОНИЯ
Метод дистилляции и титрирования

Water quality. Determination of ammonium.
Distillation and titration method

Дата введения 2007-07-01

1 Область применения

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

СТ РК ГОСТ Р 51592 - 2003 Вода. Общие требования к отбору проб.

ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия.

ГОСТ 4517-87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе.

ГОСТ 4526-75 Реактивы. Магний оксид. Технические условия.

ГОСТ 4919.1-77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 9656-75 Реактивы. Кислота борная. Технические условия.

ГОСТ 20298-74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия.

ГОСТ 22867-77 Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия.

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

ГОСТ 25794.1-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования.

Издание официальное

ГОСТ 25794.2-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно - восстановительного титрования.

ГОСТ 27025 -86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний.

3 Метод измерения

3.1 Метод применяется для определения содержания аммонийного азота в исследуемой пробе до 10 мг. Использование 10 $см^3$ исследуемой пробы соответствует концентрации пробы до C_N =1000 мг/$дм^3$.

3.2 Предел чувствительности

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

3.3 Воспроизводимость

Использование 100 $см^3$ исследуемой порции с содержанием в 1 $см^3$ 0,02 моль/$дм^3$ соляной кислоты, эквивалентно C_N =2,8 мг/$дм^3$.

3.4 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.

4 Принцип метода

Установление pH пробы в диапазоне 6,0-7,4. Добавление окиси магния для получения средне-щелочной среды; дистилляция выделившегося в свободном состоянии аммиака и сбор его в колбу-приемник, содержащий раствор борной кислоты.

Титрование аммония в дистилляте стандартным объемным кислотным раствором, используя борную кислоту /индикаторный раствор.

5 Реактивы и материалы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
Кислота соляная по ГОСТ 3118;
Кислота серная по ГОСТ 4204;
Магний оксид по ГОСТ 4526.
Кислота борная ГОСТ 9656;
Азот аммонийный по ГОСТ 22867;
Смолы катионо-обменные по ГОСТ 20298;

Натрий гидрооксид по ГОСТ 4328;
Растворы индикаторные по ГОСТ 4919.1;
Парафин по нормативной документации производителя.

6 Приборы и оборудование

Используется обычное лабораторное оборудование *по ГОСТ 1770, ГОСТ 25336* 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.

Примечание - 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 аммония (см. п. 7.2.1) в дистилляционную 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.

7 Подготовка к выполнению измерений

7.1 Отбор и хранение проб

Отбор, транспортирование и подготовка к хранению проб воды проводятся согласно СТ РК ГОСТ Р 51592.

Лабораторные пробы следует собирать в полиэтиленовые или стеклянные бутыли и исследовать как можно быстрее или 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.

7.2 Приготовление растворов

При приготовлении растворов следует соблюдать требования ГОСТ 4517, ГОСТ 27025, ГОСТ 25794.1, ГОСТ 25794.2.

В ходе определения используют реактивы только известного аналитического качества и только воду, приготовленную согласно п. 7.2.1.

7.2.1 Вода, не содержащая аммония, готовится одним из следующих методов.

7.2.1.1 Ионно-обменный метод

Пропускают дистиллированную воду через колонку с сильнокислой катионо-обменной 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.

7.2.1.2 Метод дистилляции

Добавляют (0,10 ± 0,01) $см^3$ концентрированной серной кислоты (ρ =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 катионо-обменной смолы (в Н-форме).

7.2.2 Соляная кислота (ρ = 1,18 $г/см^3$).

7.2.3 Соляная кислота, стандартный раствор, с (HCl)=10 $моль/дм^3$. Раствор готовят разбавлением соляной кислоты (п. 7.2.2). Раствор титруют обычными аналитическими методами. Могут быть использованы промышленные растворы гарантированной концентрации (фиксаналы).

7.2.4 Соляная кислота, стандартный раствор, с (HCl)=0,02 $моль/дм^3$ (п.7.2.2). Стандартизуют обычными аналитическими методами. Могут быть использованы промышленные растворы гарантированной концентрации (фиксаналы) или разбавленный стандартный раствор соляной кислоты (п. 7.2.3).

7.2.5 Смесь борной кислоты и индикаторного раствора

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

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

7.2.5.3 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 $дм^3$.

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

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

7.2.7 Соляная кислота, 1 % -ный (V/V) раствор.

Растворяют (10 ± 1) $см^3$ соляной кислоты (п. 7.2.2) в 1 $дм^3$ воды.

7.2.8 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 $дм^3$.

7.2.9 Обезвоженный оксид магния, не содержащий карбонат.

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

7.2.10 Гранулы антипульсирующего кипения.

7.2.11 Антивспенивающий агент, например, небольшие кусочки парафина.

8 Выполнение измерений

8.1 Объем исследуемой порции

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

Таблица 1

Содержание аммония, C_N, 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. 7.2.3).	

8.2 Измерение

8.2.1 Помещают (50±5) см^3 раствора борной кислоты - индикатора (п.7.2.5) в колбу приемника дистилляционного прибора. Напорный (питающий) конец конденсатора погружают ниже поверхности раствора борной кислоты. Измеряют выбранный объем исследуемой порции (п.8.1) в дистилляционной колбе.

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

Добавляют несколько капель раствора индикатора бромтимолового синего (п.7.2.6) и, при необходимости, доводят уровень pH раствора от 6,0 (желтый цвет индикатора) до 7,4 (синий цвет индикатора), используя раствор гидрооксида натрия (п.7.2.8) или раствор соляной кислоты (п. 7.2.7). Затем доводят общий объем в дистилляционной колбе до 350 см^3 водой, свободной от аммония (п.7.2.1).

Добавляют в дистилляционную колбу (0,25±0,05) г обезвоженного оксида магния (п.7.2.9) и немного гранул антипульсирующего кипения (7.2.10). (Для некоторых проб сточных вод при необходимости добавляют антивспенивающий агент (7.2.11)). Дистилляционную колбу сразу же присоединяют к прибору.

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

8.2.3 Титруют дистиллят до пурпурной конечной точки, используя

стандартный раствор соляной кислоты (п. 7.2..4). Записывают пошедший объем.

Примечания

1 Для титрования дистиллята из проб с высоким содержанием аммония может быть использован стандартный раствор соляной кислоты (п. 7.2.3).

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.

8.3 Холостой опыт

Выполняют холостой опыт, как описано в п. 8.2, заменив исследуемый объем пробы 250 см^3 водой, свободной от аммония.

9 Обработка результатов измерения

9.1 Метод вычисления

Концентрацию аммонийного азота (C_N) определяют по формуле:

$$C_N = \frac{V_1 - V_2}{V_0} \times c \times 14{,}01 \times 1000,$$

где V_0 - объем исследуемой порции, см^3 (см. п. 8.1);

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

V_2 - объем стандартного раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование холостого опыта, см^3 (см п. 8.3);

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 таблице 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^3	0,014	0,017	0,018	1

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

9.2 Воспроизводимость результатов

Стандартные отклонения воспроизводимости показаны в таблице 3.

Таблица 3*

Пробы	Содержание аммония, 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.				

10 Оформление результатов измерений

Отчет об исследовании должен содержать:

- ссылку на настоящий стандарт;
- все данные, необходимые для точной идентификации пробы;
- информацию, касающиеся хранения лабораторной пробы до исследования;
- данные по повторяемости, достигнутой лабораторией при использовании метода;
- результат и использованный метод выражения;
- какие-либо отклонения от процедуры выполнения измерений, определенной в настоящем стандарте, или какие-либо другие обстоятельства, которые могут повлиять на результат.

УДК 613.13/.34 **МКС 13.060.50**

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

Басуға _____ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074

gost.e-ecolog.ru