МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 24245— 2016

РЕАКТИВЫ

Метод определения примеси аммония

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. № 49)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 ноября 2016 г. № 1670-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 24245—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 24245—80

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕАКТИВЫ

Метод определения примеси аммония

Reagents. Method for determination of ammonium impurity

Дата введения — 2018—01—01

1 Область распространения

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-Винклера с ионами аммония.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 4212 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10671.4 Реактивы. Методы определения примеси общего азота

ГОСТ 10779 Спирт поливиниловый. Технические условия

ГОСТ 24104* Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru о указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2018.

Издание официальное

3 Общие требования

3.1 Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов, по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

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

3.3 Масса навески анализируемого реактива, проведение предварительной обработки, а также масса аммония в миллиграммах, которая должна содержаться в растворах сравнения, должны быть указаны в нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив.

3.4 Навеску анализируемого реактива, а также навески реактивов для приготовления растворов, применяемых при определении, взвешивают с погрешностью не более 0,0001 г.

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

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

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

4 Реактивы и оборудование

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа.

Весы лабораторные высокого класса точности (II) по ГОСТ 24104.

Колбы 2—50—2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1(2)—2—1—1(2,5,10) по ГОСТ 29227.

Бумага универсальная индикаторная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 20 %, не содержащий аммония, 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 массовой концентрации аммония NH_4 1 мг/см^3, готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением готовят раствор массовой концентрации 0,01 мг/см^3 NH_4; разбавленный раствор применяют свежеприготовленным.

5 Подготовка к анализу

5.1 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 см^3 раствора гидроокиси натрия, 1 см^3 реактива Несслера или Несслера-Винклера, доводят объемы растворов водой до метки и перемешивают. Допускается добавлять 1 см^3 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.

6 Проведение анализа

6.1 Подготовка анализируемой пробы

Навеску анализируемого реактива помещают в мерную колбу, растворяют в 40 $см^3$ воды, добавляют 1 $см^3$ раствора гидроокиси натрия, 1 $см^3$ реактива Несслера или Несслера-Винклера, доводят объем раствора водой до 50 $см^3$ и перемешивают.

Допускается добавлять 1 $см^3$ поливинилового спирта.

6.2 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.

6.3 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 половину нормы и в третьем — две нормы. Если масса аммония в растворах сравнения (половина нормы или две нормы) не укладывается в пределы, установленные в 3.2, 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 нормативном документе или технической документации на анализируемый реактив (в пересчете на массу), и те же количества реактивов, что при фотометрическом определении.

6.4 Если непосредственное определение аммония невозможно (осадок, окрашенные соединения и т. д.), определение проводят по ГОСТ 10671.4, раздел 7, при этом не добавляют сплав Деварда и пользуются градуировочным графиком, учитывая объемы фотометрируемых растворов.

6.5 Обработка результатов

За результат анализа при фотометрическом определении принимают среднеарифметическое 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.

УДК 54—41:546.39.06:006.354 МКС 71.040.30

Ключевые слова: реактивы, методы анализа, определение примеси аммония

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 27.03.2019. Подписано в печать 12.04.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,84.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru