

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 ionsПостановлением 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 йоднотрутной солью (реактивом Несслера) в щелочной среде с образованием йодистого меркураммония, окрашенного в желтый цвет.

Метод позволяет определить от 0,05 до 4 мг/дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>.

**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<sup>3</sup>.

Пипетки мерные по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 5, 10, 20, 50 см<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup>, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, приливают раствор щелочи, приготовленный растворением 160 г гидроокиси натрия в 500 см<sup>3</sup> воды, и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки. Используют прозрачный раствор после отстаивания.

#### 3.2. Приготовление раствора трилона Б

В 60 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>.

#### 3.3. Приготовление основного стандартного раствора

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

1 см<sup>3</sup> раствора содержит 1 мг ионов аммония.

#### 3.4. Приготовление рабочего стандартного раствора

5 см<sup>3</sup> основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и объем раствора доводят дистил-

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

1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

3.8. Подготовка исследуемой воды для анализа

Для устранения мешающего влияния кальция и магния при содержании их менее 100 мг/дм<sup>3</sup> к пробе воды прибавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора сегнетовой соли, приготовленного по п. 3.5 или 0,5 см<sup>3</sup> раствора трилона Б, приготовленного по п. 3.2.

При содержании в исследуемой воде кальция и магния более 100 мг/дм<sup>3</sup> ее предварительно перегоняют или умягчают.

3.9. Перегонка воды

В круглодонную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают несколько кусочков пористого фарфора, приливают 500 см<sup>3</sup> исследуемой воды и 10 см<sup>3</sup> 30%-ного раствора гидроокиси натрия. Колбу закрывают пробкой, через которую пропускают трубку насадки Кьельдаля, и соединяют насадку с холодильником. Перегонку ведут до получения 250 см<sup>3</sup> отгона.

3.10. Умягчение воды

К 100 см<sup>3</sup> анализируемой воды приливают 2 см<sup>3</sup> щелочного раствора. Смесь отстаивают 2 ч. Используют для анализа осветленную часть.

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В стеклянный колориметрический цилиндр вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают от 10 до 50 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>. Для этого в такие же цилиндры вносят соответственно по 0,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0;

40,0 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

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

где  $C$  — массовая концентрация ионов аммония, определенная по шкале эталонных растворов, мг/дм<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем анализируемой воды, взятый для разведения, см<sup>3</sup>

$V_2$  — объем, до которого разбавлена проба, см<sup>3</sup>.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 мг/дм<sup>3</sup>.