



## ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Су сапасы  
АММОНИЙДІН БОЛУЫН АНЫҚТАУ  
Дистилляттау және титрлеу әдісі

Качество воды  
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АММОНИЯ  
Метод дистилляции и титрования

КР СТ ИСО 5664-2006  
(ISO 5664 - 1984 «Water quality. Determination of ammonium.  
Distillation and titration method», IDT)

Ресми басылым

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

Астана



## ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

Су сапасы  
АММОНИЙДІК 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 Индустрія 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 ЕҢГІЗДІ**

**2 Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің 2006 жылғы 23 маусымдағы № 249 бүйрекшімен БЕКІТІЛПІСКЕ ҚОСЫЛДЫ**

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

**4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ  
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ**

**2011 жыл  
5 жыл**

**5 АЛҒАШ РЕТ ЕҢГІЗІЛДІ**

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

**ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ**

**Су сапасы  
АММОНИЙДІК 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 белгіледі.

**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, өлшеуірлер, құтылар, түтіктер. Жалпы техникалық шарттар*.

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

ГОСТ 4204-77 *Реактивтер. Құқырт 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 – қалтына келтіру титрлеу үшін титрленген ерітінділерді дайындау әдістері.*

ГОСТ 27025-86 *Реактивтер. Сынақ жүргізу бойынша жалты нұқсаулара*

### 3 Өлшеу әдісі

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

#### 3.2 Сезімталдық шегі

$250 \text{ см}^3$  пайдаланған кездегі зерттелетін сынаманың негізгі анықталған сезімталдық шегі (еріктіктиң 4 деңгей)  $C_N = 0,2 \text{ мг/дм}^3$  құрайды.

#### 3.3 Қайталаныштық

Құрамында  $1 \text{ см}^3$   $0,02 \text{ моль/дм}^3$  тұз қышқылы бар  $100 \text{ см}^3$  зерттелетін белікті пайдалану  $C_N = 2,8 \text{ мг/дм}^3$  тең.

#### 3.4 Кедергі жасайтын әсерлер

Ең жоғары кедергі әсерді несепнәр келтіреді, ол нақты жағдайларда нәтижелерді көтеріп аммиакпен бірге кетіріле алады. Бегеуілдерді сондай-ақ аминдердің қатысы 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 ерітіндін 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 тәменде көрсетілген кәдімгі зертханалық жабдықтар пайдаланылады.*

Дистиллятты қабылдауға арналған сиымдылығы 800-ден 1000 см<sup>3</sup>-ге дейінгі дейінгі, қоздыруға қарсы тіке сыйымдағыштағы қоңдырығыға шығару санылауы абсорбент ерітіндісіне батырылатындаі бескілген шишалы айдау аппараты.

Ескертпе – Құрал жұмыста 3 күннен артық қолданбаган әр кезде жүргізілүү керек айдау аппаратын алдын ала тазалауға көніл белу керек. Тазарту үшін құрамында аммоний жоқ 350 см<sup>3</sup> суды дистиллятаушы құтыға құяды (7.2.1 т. кара). Бұркылдан қайнауға қарсы бірнеше түйіршік қосады, құралды құрастырады және 100 см<sup>3</sup> су жиналғанға дейін айдайды. Алынған дистиллятты алып тастанайтында және онымен дистиллятаушы құтыны шаядь.

## **7 Өлшеулер орындауға дайындық**

### **7.1 Сынамаларды іріктеу және сақтау**

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

Зертханалық сынамаларды полизтилен немесе шыны шишаларға жинау және мүмкіндігінше жылдам зерттеу 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 болдырмаяға 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-нысаңда) өткізеді және элтоатты тығыны қымтальып

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

7.2.2 Тұз қышқылы (Q = 1,18 г/см<sup>3</sup>).

7.2.3 Тұз қышқылы, стандартты ерітінді, с (НС1)=10 моль/дм<sup>3</sup>. Ерітіндіні тұз қышқылын арапастырып дайындаиды (7.2.2 т). Ерітіндіні әдetteгі аналитикалық әдістермен титрлейді. Кепілдендерлілген шоғырлы (фиксандар) өнеркәсіптік ерітінділер пайдаланыла алады.

7.2.4 Тұз қышқылы, стандартты ерітінді, с (НС1)=0,02 моль/дм<sup>3</sup> (7.2.2 т.). Әдetteгі аналитикалық әдістермен стандарттайтын. Кепілдендерлілген шоғырлы (фиксандар) өнеркәсіптік ерітінділер немесе тұз ерітіндісінің арапастырылған 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<sup>3</sup> суда ерітеді және 1 дм<sup>3</sup>-ге дейін сүмен жеткізеді.

7.2.5.2 (0,5 ± 0,1) г метилен көктің ерітіндісін шамамен 800 см<sup>3</sup> суда ерітеді және 1 дм<sup>3</sup>-ге дейін сүмен жеткізеді.

7.2.5.3 (20 ± 1) г бор қышқылын (Н<sub>3</sub>ВО<sub>3</sub>) жылы суда ерітеді, бөлме температурасына дейін суытады. (10 ± 0,5) см<sup>3</sup> метил қызыл ерітіндісін және (2,0 ± 0,1) см<sup>3</sup> метилен көк ерітіндісін қосады және 1 дм<sup>3</sup> дейін сүмен жеткізеді.

7.2.6 Бромтимол көк, индикаторлық ерітінді, 0,5 г/дм<sup>3</sup>

(0,5 ± 0,02) г бромтимол көкті суда ерітеді және 1 дм<sup>3</sup> дейін сүмен жеткізеді.

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

(10 ± 1) см<sup>3</sup> тұз қышқылын (7.2.2 т.) 1 дм<sup>3</sup> суда ерітеді.

7.2.8 Натрий гидрототығының ерітіндісі, 1 моль/дм<sup>3</sup>.

(40 ± 2) г натрий гидрототығын шамамен 500 см<sup>3</sup> суда ерітеді. Бөлме температурасына дейін суытады және 1 дм<sup>3</sup> дейін арапастырады.

7.2.9 Құрамында карбонат жоқ сузыздандырылған магний оксиді.

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

7.2.10 Бұрқылдан қайнауға қарсы түйіршіктер.

7.2.11 Көбікtenуге 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 <sup>3</sup>	Зерттелетін порция көлемі*, см <sup>3</sup>
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 ( $50 \pm 5$ ) см<sup>3</sup> бор қышқылының ерітіндісін – индикаторды (7.2.5 т) дистиляттау құралының қабылдағыш құтысына құяды. Сығымдағыштың арынды (коректендіруші) 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 косу керек.

Бромтимол кек 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 кек түсі) жеткізеді. Содан кейін дистиляттау құтысындағының жалпы көлемін аммонийден бос сумен 350 см<sup>3</sup>-ге дейін (7.2.1-т.) жеткізеді.

Дистиляттау құтысына ( $0,25 \pm 0,05$ ) г магнийдің сузыздандырылған оксидін (7.2.9т.) және бүркүлдап қайнауға қарсы бірнеше түйіршіктерді (7.2.10) қосады (Сарқынды сулардың кейбір сынамалары үшін қажет жағдайда көбікtenуге қарсы агентті қосады (7.2.11)). Дистиляттау құтысын бірден құралға қосады.

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

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

#### Ескертпелер

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

## ҚР СТ ИСО 5664-2006

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

### 8.3 Бос тәжірибе

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

## 9 Өлшеу нәтижелерін өндөу

### 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,  $\text{см}^3$  (8.1-т. қара);

$V_1$  - титрлеуғе жұмсалған тұз қышқылының стандартты ерітіндісінің көлемі,  $\text{см}^3$ ;

$V_2$  - бос тәжірибелі титрлеуғе жұмсалған тұз қышқылының стандартты ерітіндісінің көлемі,  $\text{см}^3$  (8.3 т. қара);

$c$  - титрлеу үшін пайдаланылған тұз қышқылы ерітіндісінің дәл шоғыры, моль/ $\text{дм}^3$ ;

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

Нәтиже мг/ $\text{дм}^3$  –дегі азоттың ( $C_N$ ) немесе аммиактың ( $C_{NH_3}$ ) немесе аммоний ионының ( $C_{NH_4}^+$ ) салмақтық шоғыры немесе мкмоль/ $\text{дм}^3$  –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/ $\text{дм}^3$
$C_N = 1 \text{ мг}/\text{дм}^3$	1	1,216	1,288	71,4
$C_{NH_3} = 1 \text{ мг}/\text{дм}^3$	0,823	1	1,059	58,7
$C_{NH_4}^+ = 1 \text{ мг}/\text{дм}^3$	0,777	0,944	1	55,4
$C_{(NH_4)}^+ = 1 \text{ мкмоль}/\text{дм}^3$	0,014	0,017	0,018	1

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

### 9.2 Нәтижелердің қайталанғыштығы

Қайталанғыштықтың стандартты ауытқулары 3-кестеде көрсетілген.

3-кесте\*

Сынамалар	Аммонийдің болуы, $C_{NH_3}$ , мг/дм <sup>3</sup>	Зерттелетін порция көлемі, см <sup>3</sup>	Стандартты ауытқу, мг/дм <sup>3</sup>	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.





---

## **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**

# **СТ РК ИСО 5664-2006**

## **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  
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

**2011 год  
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 титрования**

*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 реагентов 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**

# СТ РК ИСО 5664-2006

*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<sup>3</sup> исследуемой пробы соответствует концентрации пробы до  $C_N = 1000 \text{ мг/дм}^3$ .

### 3.2 Предел чувствительности

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

### 3.3 Воспроизводимость

Использование 100 см<sup>3</sup> исследуемой порции с содержанием в 1 см<sup>3</sup> 0,02 моль/дм<sup>3</sup> соляной кислоты, эквивалентно  $C_N = 2,8 \text{ мг/дм}^3$ .

### 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<sup>3</sup>, прикрепленной к противовоздушной 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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.

## СТ РК ИСО 5664-2006

### 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  $(0,10 \pm 0,01) \text{ см}^3$  концентрированной серной кислоты

( $Q = 1,84 \text{ г/см}^3$ ) к  $(1000 \pm 10) \text{ см}^3$  дистиллированной воды и перегоняют в стеклянных аппаратах. Отбрасывают первые  $50 \text{ см}^3$  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 ( $Q = 1,18 \text{ г/см}^3$ ).

7.2.3 Соляная кислота, стандартный раствор, с  $(\text{HC1}) = 10 \text{ моль/дм}^3$ . 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  $(\text{HC1}) = 0,02 \text{ моль/дм}^3$  (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  $(0,5 \pm 0,1) \text{ г}$  водного раствора метилового красного в приблизительно  $800 \text{ см}^3$  воды и доводят водой до  $1 \text{ дм}^3$ .

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

7.2.5.3 Растворяют  $(20 \pm 1) \text{ г}$  борной кислоты ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) в теплой воде, охлаждают до комнатной температуры. Добавляют  $(10 \pm 0,5) \text{ см}^3$  раствора метилового красного и  $(2,0 \pm 0,1) \text{ см}^3$  раствора метиленового синего и доводят водой до  $1 \text{ дм}^3$ .

### 7.2.6 Бромтимоловый синий, индикаторный раствор, $0,5 \text{ г/дм}^3$

Растворяют  $(0,5 \pm 0,02) \text{ г}$  бромтимолового синего в воде и доводят водой до  $1 \text{ дм}^3$ .

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

Растворяют  $(10 \pm 1) \text{ см}^3$  соляной кислоты (п. 7.2.2) в  $1 \text{ дм}^3$  воды.

### 7.2.8 Раствор гидрооксида натрия, $1 \text{ моль/дм}^3$ .

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

### 7.2.9 Обезвоженный оксид магния, не содержащий карбонат.

Высушивают оксид магния при температуре  $500^\circ\text{C}$ , 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 <sup>3</sup>	Объем исследуемой порции*, см <sup>3</sup>
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  $(50 \pm 5)$  см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> водой, свободной от аммония (п. 7.2.1).

Добавляют в дистилляционную колбу  $(0,25 \pm 0,05)$  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<sup>3</sup>/мин. Дистилляцию останавливают, когда собрано около 200 см<sup>3</sup> пробы.

8.2.3 Титруют дистиллят до пурпурной конечной точки, используя

# СТ РК ИСО 5664-2006

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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> (см. п. 8.1);

$V_1$  - объем стандартного раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_2$  - объем стандартного раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование холостого опыта, см<sup>3</sup> (см п. 8.3);

$c$  - точная концентрация раствора соляной кислоты, использованного для титрования, моль/дм<sup>3</sup>;

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<sup>3</sup> или в виде концентрации аммонийного иона  $c_{(NH_4^+)}$  в мкмоль/дм<sup>3</sup>.

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

Пример - Концентрация аммонийного иона  $C_{\text{NH}_4^+} = 1 \text{ мг/дм}^3$  соответствует концентрации азота  $0,777 \text{ мг/дм}^3$ .

## 9.2 Воспроизводимость результатов

Стандартные отклонения воспроизводимости показаны в таблице 3.

Таблица 3\*

Пробы	Содержание аммония, $C_{\text{NH}_3}$ , мг/дм <sup>3</sup>	Объем исследуемой порции, см <sup>3</sup>	Стандартное отклонение, мг/дм <sup>3</sup>	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 60x84 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