

Изменение № 1 ГОСТ 24245—80 Реактивы. Метод определения содержания примеси аммония

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15.06.89 № 1595

Дата введения 01.01.90

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержания».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 2609.

Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово: «содержания».

Пункт 1.1 изложить в новой редакции: «1.1. Общие указания к методам анализа — по ГОСТ 27025—86.

При взвешивании применяют лабораторные весы 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г или 1 кг и ценой деления 10 мг или 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг.

Допускается применение импортной лабораторной посуды и аппаратуры по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных».

Пункт 1.3. Заменить слово: «Величину» на «Массу».

Раздел 1 дополнить пунктами—1.6, 1.7: «1.6. При определении примеси аммония все растворы прибавляют пипеткой к анализируемому и растворам сравнения одновременно в одинаковой последовательности, тщательно перемешивая растворы после прибавления каждого реактива.

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

Раздел 2. Наименование изложить в новой редакции; дополнить абзацами (перед первым): «2. Аппаратура, реактивы и растворы

Колба 2—50—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба Кн-2—100—22 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки 4(5)—2—1(2); 6(7)—2—5—(10) по ГОСТ 20292—74;

третий абзац. Заменить слова: «20 %-ный раствор» на «раствор с массовой долей 20 %»;

пятый абзац. Заменить слова: «1 %-ный раствор» на «по ГОСТ 10779—78, раствор с массовой долей 1 %»;

седьмой абзац. Заменить слова: «с концентрацией» на «массовой концентрации».

Пункт 3.1. Первый абзац. Исключить слова: «емкостью 50 см³»;

третий абзац. Заменить значение: 1,0 на 1 (2 раза);

заменить слова: «до 50 см³» на «до метки»;

последний абзац дополнить словами: «откладывая по оси абсцисс массы аммония в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей».

Раздел 4 изложить в новой редакции:

(Продолжение см. с. 196)

«4. Проведение анализа

4.1. Подготовка анализируемой пробы

Навеску анализируемого реактива помещают в мерную колбу, растворяют в 40 см³ воды, добавляют 1 см³ раствора гидроокиси натрия, 1 см³ реактива Несслера или Несслера-Винклера, доводят объем раствора водой до 50 см³ и перемешивают.

Допускается добавление 1 см³ поливинилового спирта.

4.2. 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.

4.3. 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 0,5 нормы и в третьем — 2 нормы. Если масса аммония в растворах сравнения (0,5 нормы или 2 нормы) не укладывается в пределы, установленные в п. 1.2, 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 нормативно-технической документации на анализируемый реактив (в пересчете на массу), и те же количества реактивов, что при фотометрическом определении.

4.5. Если непосредственное определение аммония невозможно (осадок, окрашенные соединения и т. д.), определение можно проводить по ГОСТ 10671.4—74, разд. 4, при этом не добавляют сплав Дебарда и пользуются градуировочным графиком, учитывая объемы фотометрируемых растворов.

4.6 За результат анализа при фотометрическом определении принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допустимое расхождение, равное 0,003 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа $\pm 20\%$ при определении 0,01 мг NH₄ и $\pm 10\%$ при определении свыше 0,01 мг NH₄ до 0,05 мг NH₄ (включительно) при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

(ИУС № 9 1989 г.)