

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫХ
АЗОТСОДЕРЖАЩИХ ВЕЩЕСТВ

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ**Методы определения минеральных азотсодержащих веществ****ГОСТ
4192—82**Drinking water. Methods for determination of mineral
nitrogen-containing matters

МКС 13.060.20

Дата введения **01.01.83**

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает фотометрические методы определения массовых концентраций минеральных азотсодержащих веществ: аммиака и ионов аммония (суммарно), нитритов, нитратов.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 24481*.

1.2. Объем пробы воды для определения массовой концентрации аммиака и ионов аммония, нитритов должен быть не менее 500 см³.

1.3. Объем пробы воды для определения массовой концентрации нитратов — по ГОСТ 18826.

1.4. Пробы воды, если они не могут быть проанализированы сразу, хранят при температуре 3—4 °С не более 1 сут или консервируют добавлением серной кислоты из расчета 1 см³ концентрированной серной кислоты H₂SO₄ на 1 дм³ воды либо хлороформа из расчета 2—4 см³ хлороформа CHCl₃ на 1 дм³ воды и проводят определение не позднее чем через 2 сут.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения анализа используют следующие аппаратуру, материалы и реактивы:

фотоколориметр любой марки ($\lambda = 400\text{—}425$ нм, $\lambda = 520$ нм);

кюветы с толщиной оптического слоя 1, 2, 5 см;

колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770, вместимостью 50, 100 и 1000 см³;

пипетки мерные без делений вместимостью 5, 10, 25, 50 см³ и пипетки мерные с делениями 0,1—0,01 см³ вместимостью 1, 2, 5 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227;

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51593—2000.

Издание официальное**Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 2003

фильтры беззольные «синяя лента» диаметром 5,5 см;
аммиак, 25 %-ный водный раствор по ГОСТ 3760;
аммоний хлористый по ГОСТ 3773;
йод по ГОСТ 4159;
калий йодистый по ГОСТ 4232;
калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845;
квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329 или квасцы алюмоаммонийные по ГОСТ 4238;
кислоту серную по ГОСТ 4204;
кислоту сульфаниловую по ГОСТ 5821;
кислоту уксусную по ГОСТ 61;
натрий азотистокислый по ГОСТ 4197;
натрия гидроокись по ГОСТ 4328;
натрий серноватистокислый по ГОСТ 27068;
1-нафтиламин по НТД;
реактив Несслера;
реактив Грисса;
ртуть по ГОСТ 4658;
ртуть йодистую;
хлороформ;
порошок цинковый по ГОСТ 12601;
воду дистиллированную по ГОСТ 6709.
Все реактивы должны быть квалифицированы как х. ч. или ч. д. а.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АММИАКА И ИОНОВ АММОНИЯ (СУММАРНО)

3.1. Сущность метода

Метод основан на способности аммиака и ионов аммония образовывать окрашенное в желто-коричневый цвет соединение с реактивом Несслера. Интенсивность окраски раствора, пропорциональную массовой концентрации аммиака и ионов аммония, измеряют на фотоколориметре при длине волны 400—425 нм.

Нижний предел обнаружения 0,05 мг NH_4^+ в 1 дм³. При содержании в воде NH_4^+ более 3 мг/дм³ пробу следует разбавлять. Относительная ошибка определения ± 5 %.

Мешающее влияние остаточного активного хлора устраняют добавлением эквивалентного количества серноватистокислого натрия, жесткости — добавлением раствора виннокислого калия-натрия, большого количества железа, цветности и мутности — осветлением раствора гидроокисью алюминия.

3.2. Подготовка к анализу

3.2.1. Приготовление основного стандартного раствора

2,965 г хлористого аммония NH_4Cl , взвешенного с погрешностью не более 0,0005 г, предварительно высушенного до постоянной массы при температуре 100—105 °С, растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³ в небольшом количестве безаммиачной дистиллированной воды и доводят этой же водой до метки. В 1 см³ этого раствора содержится 1 мг NH_4^+ . Раствор хранят в склянке темного стекла в течение года, если нет помутнения, хлопьев, осадка.

3.2.2. Приготовление рабочего стандартного раствора

50 см³ основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимости

мостью 1000 см³ и доводят до метки безаммиачной дистиллированной водой. В 1 см³ этого раствора содержится 0,05 мг NH₄⁺. Раствор применяют свежеприготовленным.

3.2.3. Приготовление реактива Несслера

Применяют готовый реактив или готовят его по ГОСТ 4517 на безаммиачной дистиллированной воде.

3.2.4. Приготовление раствора виннокислого калия-натрия

500 г виннокислого калия-натрия C₄H₄KNaO₆ · 4H₂O, взвешенного с погрешностью не более 0,5 г, растворяют в дистиллированной воде и доводят этой водой до 1 дм³. Прибавляют 5—10 см³ реактива Несслера. После осветления раствор не должен содержать ион аммония, в противном случае прибавляют еще 2—5 см³ реактива Несслера.

3.2.5. Приготовление гидроокиси алюминия, суспензии

125 г алюмокалиевых квасцов AlK(SO₄)₂ · 12H₂O, взвешенных с погрешностью не более 0,5 г, растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды, нагревают до 60 °С и постепенно прибавляют 55 см³ 25 %-ного раствора аммиака при постоянном перемешивании. После отстаивания осадок переносят в большой стакан и промывают декантацией сначала дистиллированной водой, а затем безаммиачной дистиллированной водой до отсутствия реакции на аммиак.

3.2.6. Приготовление безаммиачной дистиллированной воды

Дистиллированную воду проверяют на содержание аммиака (к 5 см³ воды прибавляют 0,1 см³ реактива Несслера). При обнаружении аммиака (появляется желтоватое окрашивание) дистиллированную воду пропускают через колонку с активированным углем марки БАУ, катионитом в H⁺-форме или кипятят в колбе до уменьшения объема на 1/3. Проверяют на отсутствие аммиака и ионов аммония.

На этой воде готовят реактивы, и ее используют в анализе для разбавления пробы.

3.3. Проведение анализа

При содержании в воде активного остаточного хлора в количестве более 0,5 мг/дм³ добавляют эквивалентное количество 0,01 н. раствора серноватистокислого натрия (определяют в отдельной порции воды по ГОСТ 18190).

Мутную или цветную (при цветности выше 20°) воду подвергают коагуляции гидроокисью алюминия: на 250—300 см³ исследуемой воды прибавляют 2—5 см³ суспензии гидроокиси алюминия, встряхивают, после осветления отбирают прозрачный слой для анализа. При необходимости воду с коагулянтном фильтруют через беззольный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячей безаммиачной водой до отсутствия в фильтрате ионов аммония. При фильтровании пробы первые порции фильтрата отбрасывают.

К 50 см³ исследуемой или осветленной пробы (или к меньшему объему, содержащему не более 0,15 мг NH₄⁺ и разбавленному безаммиачной водой до 50 см³) прибавляют 1 см³ раствора виннокислого калия-натрия, перемешивают, затем прибавляют 1 см³ реактива Несслера и снова перемешивают. Через 10 мин фотометрируют при длине волны 400—425 нм по отношению к раствору сравнения (безаммиачной воде, в которую добавлены те же реактивы, что и в пробу).

Массовую концентрацию аммиака и ионов аммония находят по градуировочному графику или рассчитывают по уравнению регрессии.

3.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 см³ рабочего стандартного раствора и доводят объем до метки безаммиачной водой. Получают растворы с содержанием 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 мг NH₄⁺/дм³. Далее проводят анализ и фотометрируют, как при исследовании пробы воды (см. п. 3.3). По полученным результатам рассчитывают уравнение регрессии или строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации ионов аммония в мг/дм³, а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности. График должен иметь прямолинейный характер.

3.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию аммиака и ионов аммония (X), мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 50}{V},$$

где C — массовая концентрация, найденная по градуировочному графику или рассчитанная по уравнению регрессии, мг/дм³ NH₄⁺;

V — объем пробы, взятый для анализа, см³;

50 — объем стандартного раствора, см³.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10 %.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НИТРИТОВ

4.1. Сущность метода

Метод основан на способности нитритов диазотировать сульфаниловую кислоту и на образовании красно-фиолетового красителя диазосоединения с 1-нафтиламином. Интенсивность окраски, пропорциональную содержанию нитритов, измеряют на фотоколориметре при длине волны 520 нм.

Нижний предел обнаружения 0,003 мг/дм³ нитритов. При содержании в воде нитритов более 0,3 мг/дм³ пробу следует разбавлять. Относительная ошибка определения ±5 %.

Мешающее влияние мутности и цветности воды устраняют осветлением пробы гидроокисью алюминия.

4.2. Подготовка к анализу

4.2.1. Приготовление основного стандартного раствора

1,497 г азотистокислого натрия NaNO₂, взвешенного с погрешностью не более 0,0005 г, растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³ в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят этой водой до метки. В 1 см³ раствора содержится 1 мг нитритов. Раствор консервируют добавлением 1 см³ хлороформа, хранят в склянке темного стекла в течение нескольких месяцев, если нет помутнения, хлопьев, осадка.

4.2.2. Приготовление рабочего стандартного раствора

1 см³ основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят до метки дистиллированной водой. В 1 см³ этого раствора содержится 0,001 мг нитритов. Раствор применяют свежеприготовленным.

4.2.3. Приготовление реактива Грисса, раствора в уксусной кислоте
10 г сухого реактива Грисса, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 100 см³ 12 %-ного раствора уксусной кислоты. При отсутствии сухого реактива Грисса его готовят по ГОСТ 4517.

4.2.4. Приготовление уксусной кислоты, 12 %-ного раствора

25 см³ ледяной уксусной кислоты разбавляют дистиллированной водой до 200 см³.

4.2.5. Приготовление гидроокиси алюминия, суспензии

Готовят по п. 3.2.5.

4.3. Проведение анализа

Мутную и цветную воду перед анализом обесцвечивают, как указано в п. 3.3.

К 50 см³ исследуемой или осветленной пробы (или к меньшему объему, содержащему не более 0,3 мг нитритов, разбавленному дистиллированной водой до 50 см³) прибавляют 2 см³ раствора реактива Грисса, перемешивают. Через 40 мин (или через 10 мин при помещении пробы в водяную баню при температуре 50—60 °С) фотометрируют при длине волны 520 нм по отношению к раствору сравнения (дистиллированной воде, в которую добавлен реактив Грисса).

Массовую концентрацию нитритов находят по градуировочному графику или рассчитывают по уравнению регрессии.

4.4. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 см³ рабочего стандартного раствора и доводят объем до метки дистиллированной водой. Получают растворы с содержанием 0; 0,002; 0,004; 0,01; 0,02; 0,04; 0,10; 0,20; 0,30 мг/дм³ нитритов. Далее проводят анализ и фотометрируют, как при исследовании пробы (см. п. 4.3). По полученным результатам рассчитывают уравнение регрессии или строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации нитритов в мг/дм³, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности. График должен быть прямолинейным.

4.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию нитритов (X_1), мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot 50}{V},$$

где C — массовая концентрация, найденная по градуировочному графику или рассчитанная по уравнению регрессии, мг/дм³ NO₂;

V — объем пробы, взятый для анализа, см³;

50 — объем стандартного раствора, см³.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10 %.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НИТРАТОВ

5.1. Массовую концентрацию нитратов определяют по ГОСТ 18826.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.01.82 № 233

2. ВЗАМЕН ГОСТ 4192—48

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	2.1	ГОСТ 4658—73	2.1
ГОСТ 1770—74	2.1	ГОСТ 5821—78	2.1
ГОСТ 3760—79	2.1	ГОСТ 5845—79	2.1
ГОСТ 3773—72	2.1	ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 4159—79	2.1	ГОСТ 12601—76	2.1
ГОСТ 4197—74	2.1	ГОСТ 18190—72	3.3
ГОСТ 4204—77	2.1	ГОСТ 18826—73	1.3, 5.1
ГОСТ 4232—74	2.1	ГОСТ 24481—80	1.1
ГОСТ 4238—77	2.1	ГОСТ 27068—86	2.1
ГОСТ 4328—77	2.1	ГОСТ 29169—91	2.1
ГОСТ 4329—77	2.1	ГОСТ 29227—91	2.1
ГОСТ 4517—87	3.2.3, 4.2.3		

4. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2003 г.