ГОСТ 18826—73

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ НИТРАТОВ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения содержания нитратов

ГОСТ 18826—73

Drinking water.
Methods for determination of nitrates content

МКС 13.060.20

Дата введения 01.01.74

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает методы определения содержания нитратов.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874*, ГОСТ 24481**.

1.2. Объем пробы воды для определения содержания нитратов должен не быть менее 200 см³.

1.3. Пробу отбирают в день проведения определения или ее консервируют, добавляя на 1 дм³ исследуемой воды 2—4 см³ хлороформа или 1 см³ концентрированной серной кислоты.

2. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ФЕНОЛДИСУЛЬФОКИСЛОТОЙ

2.1. Сущность метода

Метод основан на реакции между нитратами и фенолдисульфоновой кислотой с образованием нитропроизводных фенола, которые со щелочами образуют соединения, окрашенные в желтый цвет.

Чувствительность метода 0,1 мг/дм³ нитратного азота.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Фотоэлектроколориметр, баня водяная, электроплитка.

Посуда мерная стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770, ГОСТ 29227 вместимостью: колбы мерные 50, 100, 500 и 1000 см³, пипетки 1—2 см³ с делениями 0,01 см³ и 5—10 см³ с делениями 0,1 см³, цилиндр измерительный 10 см³.

Стаканы стеклянные по ГОСТ 25336.

Цилиндры колориметрические стеклянные вместимостью 50 или 100 см³ по ГОСТ 25336.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98.

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

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1973
© ИПК Издательство стандартов, 2003

Чашки фарфоровые выпарительные вместимостью 150—200 $см^3$ по ГОСТ 9147.

Аммиак водный по ГОСТ 3760.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Квасцы алюмоаммонийные (алюминий-аммоний сернокислый) по ГОСТ 4238.

Квасцы алюмокалиевые (алюминий-калий сернокислый) по ГОСТ 4329.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Фенол кристаллический.

Хлороформ (трихлорметан).

Серебро сернокислое.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Палочки стеклянные.

Все реактивы должны быть квалификации «чистый для анализа» (ч. д. а.) и не должны содержать примесей нитратов.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Приготовление основного стандартного раствора азотнокислого калия

0,7218 г азотнокислого калия, высушенного при (105±2) °С, растворяют в мерной колбе в дистиллированной воде, доводят объем до 1 $дм^3$ и добавляют 1 $см^3$ хлороформа. 1 $см^3$ этого раствора содержит 0,1 мг нитратного азота.

2.3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора азотнокислого калия

50 $см^3$ основного раствора выпаривают досуха на водяной бане, затем к охлажденному сухому остатку добавляют 2 $см^3$ фенолдисульфоновой кислоты и тщательно растирают стеклянной палочкой до полного смешения с сухим остатком. Затем добавляют несколько кубических сантиметров дистиллированной воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и доводят объем до метки дистиллированной водой. 1 $см^3$ этого раствора содержит 0,01 мг нитратного азота.

2.3.3. Приготовление суспензии гидроокиси алюминия

125 г алюмоаммонийных квасцов $NH_4Al(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ или алюмокалиевых квасцов $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ растворяют в 1 $дм^3$ дистиллированной воды. Затем раствор подогревают до 60 °С и постепенно, при постоянном помешивании, добавляют 55 $см^3$ концентрированного раствора аммиака. После отстаивания в течение 1 ч осадок переносят в большой стакан и промывают декантацией дистиллированной водой до отсутствия в промывной воде аммиака, хлоридов и нитратов.

2.3.4. Приготовление фенолдисульфокислоты

25 г кристаллического бесцветного фенола (если препарат окрашен, необходима его очистка перегонкой) растворяют в 150 $см^3$ концентрированной серной кислоты и нагревают в течение 6 ч на водяной бане в колбе с обратным холодильником. Раствор хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой.

2.3.5. Приготовление раствора сернокислого серебра

4,40 г сернокислого серебра Ag_2SO_4 растворяют в дистиллированной воде и доводят в мерной колбе дистиллированной водой до 1 $дм^3$. 1 $см^3$ раствора приблизительно эквивалентен 1 мг Cl^-. Раствор хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой.

2.3.6. Приготовление шкалы стандартных растворов

Для визуального определения в колориметрические цилиндры вместимостью

по 50 см³ вносят 0,0; 0,5; 0,7; 1,0; 1,5; 2,0; 3,5; 6,0; 10; 15; 20 и 30 см³ рабочего раствора азотнокислого калия (1 см³— 0,01 мг N). Если используют цилиндры вместимостью по 100 см³, количество стандартного раствора удваивают, что соответствует содержанию нитратного азота в стандартных растворах шкалы от 0,1 до 6,0 мг/дм³ нитратного азота. В каждый цилиндр добавляют по 2 см³ фенолдисульфоновой кислоты и 5—6 см³ щелочи (NH_4OH) до максимального развития окраски. Объем раствора в цилиндрах доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Приготовленная стандартная шкала может сохраняться в течение нескольких недель без изменения окраски раствора.

При определении нитратов с помощью электрофотоколориметра для построения калибровочного графика используют эти же стандартные растворы. Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (λ = 480 нм) в кюветах с толщиной рабочего слоя 1—5 см. Из найденных значений оптических плотностей вычитают оптическую плотность нулевой пробы. Полученные результаты наносят на график.

2.4. Проведение анализа

Определению мешают хлориды в концентрации более 10 мг/дм³. Их влияние устраняют в ходе анализа добавлением сернокислого серебра. При содержании нитритов более 0,7 мг/дм³ получаются завышенные результаты (обычно в питьевых водах нитриты в этих концентрациях не встречаются). Определению мешает цветность воды (более 20—25°). В этом случае к 150 см³ исследуемой воды добавляют 3 см³ суспензии гидроокиси алюминия, пробу тщательно перемешивают и после отстаивания в течение нескольких минут осадок отфильтровывают, первую порцию фильтрата отбрасывают. Для анализа отбирают 10 или 100 см³ прозрачной воды или фильтрата (содержание нитратного азота в этом объеме не должно превышать 0,6 мг), добавляют раствор сернокислого серебра в количестве, эквивалентном содержанию хлор-иона в исследуемой пробе. Выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха (осадок хлорида серебра отфильтровывают в том случае, когда содержание Cl^- превышает 15 мг в определяемом объеме). После охлаждения сухого остатка добавляют в чашку 2 см³ раствора фенолдисульфоновой кислоты и тотчас растирают стеклянной палочкой до полного смешения с сухим остатком. Добавляют 20 см³ дистиллированной воды и около 5—6 см³ концентрированного раствора аммиака до максимального развития окраски. Окрашенный раствор переносят в колориметрический цилиндр вместимостью 100 или 50 см³ и доводят дистиллированной водой до метки. Сравнение окраски исследуемой пробы проводят визуальным методом, пользуясь шкалой стандартных растворов, или фотометрическим методом, измеряя оптическую плотность окрашенного раствора исследуемой пробы в тех же условиях, как при построении калибровочной кривой.

2.5. Обработка результатов

Содержание нитратов (X), мг/дм³, вычисляют по формуле в пересчете на нитратный азот

$$X = \frac{C \cdot V_1}{V},$$

где C — содержание нитратов, найденное по калибровочному графику или шкале стандартных растворов, мг/дм³;

V_1 — объем окрашенной пробы (100 или 50 см³);

V — объем пробы, взятый для анализа, см³.

Допустимое расхождение между повторными определениями 0,1 мг/дм³ при содержании в воде нитратного азота до 5 мг/дм³, при более высоких концентрациях 0,5 мг/дм³.

3. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С САЛИЦИЛОВОКИСЛЫМ НАТРИЕМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции нитратов с салициловокислым натрием в присутствии серной кислоты с образованием соли нитросалициловой кислоты, окрашенной в желтый цвет.

Чувствительность метода 0,1 мг/дм³ нитратного азота.

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Фотоэлектроколориметр.

Баня водяная.

Посуда мерная стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770, ГОСТ 29227 вместимостью: колбы мерные 50 и 100 см³, пипетки 1 и 10 см³ с делениями соответственно 0,01 и 0,1 см³; пробирки с отметкой на 10 см³ с притертой пробкой.

Чашки фарфоровые выпарительные по ГОСТ 9147.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328.

Кобальт хлористый по ГОСТ 4525.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий салициловокислый.

Палочки стеклянные.

Все реактивы должны быть квалификации «чистый для анализа» (ч. д. а.) и не должны содержать примесей нитратов.

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Приготовление основного стандартного раствора азотнокислого калия

0,7218 г азотнокислого калия KNO_3, высушенного при (105±2) °С, растворяют в дистиллированной воде, добавляют 1 см³ хлороформа и доводят объем до 1 дм³.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг нитратного азота.

3.3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора азотнокислого калия

10 см³ основного раствора разбавляют в мерной колбе дистиллированной водой до 100 см³.

1 см³ этого раствора содержит 0,01 мг нитратного азота.

Применяют свежеприготовленный раствор.

3.3.3. Приготовление раствора виннокислого калия-натрия

30 г калия-натрия виннокислого растворяют в 70 см³ дистиллированной воды.

3.3.4. Приготовление 0,5 %-ного раствора салициловокислого натрия

0,5 г салициловокислого натрия растворяют в 100 см³ дистиллированной воды.

Применяют свежеприготовленный раствор.

3.3.5. Приготовление 10 н. раствора едкого натра

400 г едкого натра растворяют в дистиллированной воде и после охлаждения доводят объем до 1 дм³.

3.3.6. Приготовление раствора сернокислого серебра

Раствор готовят по п. 2.3.5.

3.4. Проведение анализа

3.4.1. Определению мешают: цветность воды, влияние которой устраняют так же, как и в методе с фенолдисульфокислотой; хлориды в концентрации, превышающей 200 мг/дм^3, которые удаляют добавлением раствора сернокислого серебра к 100 см^3 исследуемой воды в количестве, эквивалентном содержанию хлор-иона. Осадок хлорида серебра отфильтровывают или отделяют центрифугированием; нитриты в концентрации 1—2 мг/дм^3 и железо в концентрации более 0,5 мг/дм^3. Влияние железа может быть устранено добавлением 8—10 капель раствора калия-натрия виннокислого перед выпариванием воды в фарфоровой чашке.

10 см^3 исследуемой воды помещают в фарфоровую чашку. Прибавляют 1 см^3 раствора салициловокислого натрия и выпаривают на водяной бане досуха. После охлаждения сухой остаток увлажняют 1 см^3 концентрированной серной кислоты, тщательно растирают его стеклянной палочкой и оставляют на 10 мин. Затем добавляют 5—10 см^3 дистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Прибавляют 7 см^3 10 н. раствора едкого натра, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают. В течение 10 мин после прибавления едкого натра окраска не изменяется. Сравнение интенсивности окраски исследуемой пробы проводят фотометрическим методом, измеряя оптическую плотность раствора с фиолетовым светофильтром в кюветах с толщиной рабочего слоя 1—5 см. Из найденных значений оптической плотности вычитают оптическую плотность нулевой пробы и по калибровочному графику находят содержание нитратов.

3.4.2. Построение калибровочного графика

Для приготовления стандартных растворов в колориметрические пробирки с отметкой на 10 см^3 отбирают 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0 и 10 см^3 рабочего стандартного раствора азотнокислого калия (1 см^3 — 0,01 мг N) и доводят дистиллированной водой до отметки. Содержание нитратного азота в растворах соответственно будет равно 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 10,0 мг/дм^3. Затем растворы переносят в фарфоровые чашки, прибавляют по 1 см^3 раствора салициловокислого натрия и выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток обрабатывают так же, как описано при анализе пробы исследуемой воды. Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют с помощью электрофотоколориметра, используя фиолетовый светофильтр и кюветы с толщиной рабочего слоя 1—5 см. Из полученных величин вычитают оптическую плотность нулевой пробы и результаты наносят на график.

3.5. Обработка результатов

Содержание нитратов (X), мг/дм^3, вычисляют по формуле в пересчете на нитратный азот

$$X = C,$$

где C — содержание нитратов, найденное по графику, мг/дм^3.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25.05.73 № 1313

2. ВЗАМЕН ГОСТ 4192—48 в части нитратов

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	2.2, 3.2
ГОСТ 2874—82	1.1
ГОСТ 3760—79	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4217—77	2.2, 3.2
ГОСТ 4238—77	2.2
ГОСТ 4328—77	3.2
ГОСТ 4329—77	2.2
ГОСТ 4525—77	3.2
ГОСТ 5845—79	3.2
ГОСТ 6709—72	2.2, 3.2
ГОСТ 9147—80	2.2, 3.2
ГОСТ 24481—80	1.1
ГОСТ 25336—82	2.2
ГОСТ 29227—91	2.2, 3.2

4. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 25.12.91 № 2121

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Октябрь 2003 г.

gost.e-ecolog.ru