ГОСТ 4192—82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ВОДА ПИТЬЕВАЯ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИНЕРАЛЬНЫХ АЗОТСОДЕРЖАЩИХ ВЕЩЕСТВ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 663.6:543.3:006.354 Группа Н09

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 $см^3$.

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 $см^3$ концентрированной серной кислоты $H_2SO_4$ на 1 $дм^3$ воды либо хлороформа из расчета 2—4 $см^3$ хлороформа $CHCl_3$ на 1 $дм^3$ 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—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 $см^3$;

пипетки мерные без делений вместимостью 5, 10, 25, 50 $см^3$ и пипетки мерные с делениями 0,1—0,01 $см^3$ вместимостью 1, 2, 5 $см^3$ 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 $дм^3$. При содержании в воде $NH_4^+$ более 3 мг/$дм^3$ 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 $см^3$ в небольшом количестве безаммиачной дистиллированной воды и доводят этой же водой до метки. В 1 $см^3$ 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 $см^3$ основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вмести-

мостью 1000 см³ и доводят до метки безаммиачной дистиллированной водой. В 1 см³ этого раствора содержится 0,05 мг $NH_4^+$. 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 $C_4H_4KNaO_6 \cdot 4H_2O$, 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 $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, 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 коагулянтом 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 $NH_4^+$ 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 $см^3$ вносят 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 $см^3$ 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 $NH_4^+/дм^3$. 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 $мг/дм^3$, а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности. График должен иметь прямолинейный характер.

**3.5. Обработка результатов**

Массовую концентрацию аммиака и ионов аммония ($X$), $мг/дм^3$, вычисляют по формуле

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

где $C$ — массовая концентрация, найденная по градуировочному графику или рассчитанная по уравнению регрессии, $мг/дм^3$ $NH_4^+$;

$V$ — объем пробы, взятый для анализа, $см^3$;

50 — объем стандартного раствора, $см^3$.

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 $мг/дм^3$ нитритов. При содержании в воде нитритов более 0,3 $мг/дм^3$ 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 $NaNO_2$, взвешенного с погрешностью не более 0,0005 г, растворяют в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$ в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят этой водой до метки. В 1 $см^3$ раствора содержится 1 мг нитритов. Раствор консервируют добавлением 1 $см^3$ хлороформа, хранят в склянке темного стекла в течение нескольких месяцев, если нет помутнения, хлопьев, осадка.

4.2.2. Приготовление рабочего стандартного раствора

1 $см^3$ основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. В 1 $см^3$ 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 $NO_2$;

$V$ — 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 %.

## 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.**

gost.e-ecolog.ru