УДК 663.64:543.344:006.354 Группа Р19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДЫ МИНЕРАЛЬНЫЕ ПИТЬЕВЫЕ ЛЕЧЕБНЫЕ, ЛЕЧЕБНО-СТОЛОВЫЕ И ПРИРОДНЫЕ СТОЛОВЫЕ

Методы определения нитрит-ионов

Drinking medicinal, medicinal-table and natural-table mineral waters. Methods of determination of nitrite-ions

ГОСТ 23268.8–78

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 1 сентября 1978 г. № 2412 срок действия установлен

с 01.01.80
до 01.01.85

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на лечебные, лечебно-столовые и природные столовые питьевые минеральные воды и устанавливает колориметрические методы определения нитрит-ионов: визуальный (ускоренный) и фотометрический.

Методы основаны на образовании красного азокрасителя при реакции нитрит-ионов с реактивом Грисса.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 23268.0—78.

1.2. Объем пробы воды для определения нитрит-ионов должен быть не менее 50 $см^3$.

1.3. Анализ проводят в день вскрытия пробы.

2. ВИЗУАЛЬНЫЙ МЕТОД

2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770—74, вместимостью: колбы 50, 500 и 1000 $см^3$; цилиндры 50 и 100 $см^3$.

Приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74, пипетки вместимостью 1, 2, 5, 15, 20 и 25 $см^3$.

Пробирки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Весы лабораторные аналитические.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Переиздание. Сентябрь 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

Калий азотистокислый по ГОСТ 4144—79.

Реактив Грисса.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Все реактивы должны быть квалификации х.ч. или ч.д.а.

2.2. Подготовка к анализу

2.2.1. *Приготовление основного стандартного раствора азотистокислого калия — по ГОСТ 4212—76.*

1 см³ основного стандартного раствора содержит 1,0 мг нитрит-ионов.

2.2.2. *Приготовление рабочего стандартного раствора азотистокислого калия*

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 2 см³ основного стандартного раствора азотнокислого калия и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Для анализа следует использовать свежеприготовленный раствор.

1 см³ рабочего стандартного раствора содержит 0,002 мг нитрит-ионов.

2.2.3. *Приготовление раствора уксусной кислоты 1 : 1*

К 50 см³ дистиллированной воды осторожно приливают 50 см³ ледяной уксусной кислоты.

2.2.4. *Приготовление раствора реактива Грисса*

1 г реактива Грисса взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и растворяют в 100 см³ уксусной кислоты, приготовленной по п. 2.2.3.

2.3. *Проведение анализа*

В пробирку вносят 1 см³ анализируемой воды. Одновременно готовят эталонный раствор с содержанием 2 мг/дм³ нитрит-ионов, для чего в такую же пробирку вносят 1 дм³ рабочего стандартного раствора. К содержимому пробирок приливают по 5 см³ раствора реактива Грисса. Объемы растворов в пробирках доводят дистиллирванной водой до 20 см³. Через 20 мин проводят сравнение интенсивности цвета анализируемого раствора с интенсивностью цвета эталонного раствора в проходящем свете.

2.4. Обработка результатов

Продукция соответствует требованиям действующей нормативно-технической документации, если интенсивность цвета анализируемого раствора не превышает интенсивности цвета эталонного раствора в двух параллельных определениях.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества.

Метод позволяет определять от 0,005 до 0,03 мг нитрит-ионов в пробе.

3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Аппаратура, материалы и реактивы — по п. 2.1, кроме пробирок, со следующим дополнением.

Фотоэлектроколориметр (ФЭК).

Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

3.2. Подготовка к анализу

Подготовка к анализу по пп. 2.2.1, 2.2.3 и 2.2.4 со следующим дополнением.

Приготовление рабочего стандартного раствора азотистокислого калия.

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 1 см^3 основного стандартного раствора и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Для анализа следует использовать свежеприготовленный раствор.

1 см^3 рабочего стандартного раствора азотистокислого калия содержит 0,001 мг нитрит-ионов.

3.3. Проведение анализа

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 10 см^3 анализируемой воды, 5 см^3 раствора реактива Грисса и доводят раствор дистиллированной водой до метки. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора по отношению к дистиллированной воде на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, используя зеленый светофильтр (λ_{max} = 540 нм).

Массовую концентрацию нитрит-ионов находят по градуировочному графику.

3.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в тех же условиях готовят эталонные растворы с массовой концентрацией 0,00; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50 и 0,60 мг/дм^3 нитрит-ионов, для чего в мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят соответственно 0,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 и 30,0 см^3 рабочего стандартного раствора, добавляют по 5 см^3 раствора реактива Грисса и доводят объемы растворов дистиллированной водой до метки.

Оптическую плотность эталонных растворов определяют на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, используя зеленый светофильтр (λ_{max} = 540 нм).

На основе полученных данных строят градуировочный график зависимости оптической плотности раствора от массовой концентрации нитрит-ионов. Для этого на миллиметровой бумаге откладывают по оси абсцисс массовую концентрацию нитрит-ионов в растворе, а по оси ординат — оптическую плотность растворов.

3.5. Обработка результатов

Содержание нитрит-ионов (X), мг/дм^3, вычисляют по формуле

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

где C — массовая концентрация нитрит-ионов, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

V_1 — объем, до которого разбавлена проба, см^3;

V — объем воды, взятый для анализа, см^3.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 2 %.

gost.e-ecolog.ru