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 (λ = 400—425 нм, λ = 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 $см^3$ и доводят до метки безаммиачной дистиллированной водой. В 1 $см^3$ 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 $дм^3$. Прибавляют 5—10 $см^3$ реактива Несслера. После осветления раствор не должен содержать ион аммония, в противном случае прибавляют еще 2—5 $см^3$ 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 $дм^3$ дистиллированной воды, нагревают до 60 °С и постепенно прибавляют 55 $см^3$ 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 $см^3$ воды прибавляют 0,1 $см^3$ 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 $мг/дм^3$ 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 $см^3$ исследуемой воды прибавляют 2—5 $см^3$ 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 $см^3$ исследуемой или осветленной пробы (или к меньшему объему, содержащему не более 0,15 мг NH_4^+ и разбавленному безаммиачной водой до 50 $см^3$) прибавляют 1 $см^3$ раствора виннокислого калия-натрия, перемешивают, затем прибавляют 1 $см^3$ 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 см^3 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 см^3 ледяной уксусной кислоты разбавляют дистиллированной водой до 200 см^3.

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 см^3 исследуемой или осветленной пробы (или к меньшему объему, содержащему не более 0,3 мг нитритов, разбавленному дистиллированной водой до 50 см^3) прибавляют 2 см^3 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 см^3 вносят 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 см^3 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/дм^3 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/дм^3, а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности. График должен быть прямолинейным.

4.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию нитритов (X_1), мг/дм^3, вычисляют по формуле

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

где C — массовая концентрация, найденная по градуировочному графику или рассчитанная по уравнению регрессии, мг/дм^3 NO_2;

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 %.

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