

ГОСТ 18826-73

Группа Н09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения содержания нитратов

Drinking water. Methods for determination of nitrates content

МКС 13.060.20

Дата введения 1974-01-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25.05.73 N 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 N 2121

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Октябрь 2003 г.

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](#)**.

* На территории Российской Федерации действует [ГОСТ Р 51232-98](#)

** На территории Российской Федерации действует [ГОСТ Р 51593-2000](#).

1.2. Объем пробы воды для определения содержания нитратов должен быть не 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](#).

Чашки фарфоровые выпарительные вместимостью 150-200 см³ 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 дм³ и добавляют 1 см³ хлороформа. 1 см³ этого раствора содержит 0,1 мг нитратного азота.

2.3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора азотнокислого калия

50 см³ основного раствора выпаривают досуха на водяной бане, затем к охлажденному сухому остатку добавляют 2 см³ 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 см³ и доводят объем до метки дистиллированной водой. 1 см³ этого раствора содержит 0,01 мг нитратного азота.

2.3.3. Приготовление суспензии гидроокиси алюминия

125 г алюмоаммонийных квасцов $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ или алюмокалиевых квасцов $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды. Затем раствор подогревают до 60 °С и постепенно, при постоянном помешивании, добавляют 55 см³ 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 см³ 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 дм³. 1 см³ 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 (NH₄OH) 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 ($\lambda = 480$ 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

2.4.1. 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 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$, растворяют в дистиллированной воде, добавляют 1 см^3 хлороформа и доводят объем до 1 дм^3 .

1 см^3 раствора содержит 0,1 мг нитратного азота.

3.3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора азотнокислого калия
10 см^3 основного раствора разбавляют в мерной колбе дистиллированной водой до 100 см^3 .

1 см^3 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 см^3 дистиллированной воды.

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

0,5 г салициловокислого натрия растворяют в 100 см^3 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 дм^3 .

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 $1-2 \text{ мг/дм}^3$ и железо в концентрации более $0,5 \text{ мг/дм}^3$. 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 $5-10 \text{ см}^3$ 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 ($1 \text{ см}^3 - 0,01 \text{ мг N}$) 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; $10,0 \text{ мг/дм}^3$. 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 электрофотокolorиметра, 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/дм³ , вычисляют по формуле в пересчете на нитратный азот

$$X = C,$$

где C - содержание нитратов, найденное по графику, мг/дм³ .

Электронный текст документа

подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:

официальное издание

Контроль качества воды:

Сб. ГОСТов. - М.: ФГУП

"СТАНДАРТИНФОРМ", 2010