

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР****ВОДА ПИТЬЕВАЯ****Метод определения нитратов****ГОСТ 18826-73**Drinking water.  
Methods for determination  
of Nitrates Content**Взамен  
ГОСТ 4192-48**

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25 мая 1973 г. № 1313 срок введения установлен

с 01.01.74

Проверен в 1983 г. Постановлением Госстандарта от 02.02.84 № 415 срок действия продлен

до 01.01.89**Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

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

**1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ**

- 1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874—82, ГОСТ 4979—49,
- 1.2. Объем пробы воды для определения содержания нитратов не должен быть менее 200 мл.
- 1.3. Пробу отбирают в день проведения определения или ее консервируют, добавляя на 1 л исследуемой воды 2—4 мл хлороформа или 1 мл концентрированной серной кислоты.

**2. КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ФЕНОЛДИСУЛЬФОКИСЛОТОЙ****2.1. Сущность метода**

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

Чувствительность метода 0,1 мг/л нитратного азота.

**2.2. Аппаратура, материалы и реактивы**

Фотоэлектроколориметр, баня водяная, электроплитка.

Посуда мерная, стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74 вместимостью: колбы мерные 50, 100, 500 и 1000 мл, пипетки 1—2 мл с делениями 0,01 и 5—10 мл с делениями на 0,1 мл, цилиндр измерительный 10 мл. Стаканы стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры колориметрические стеклянные вместимостью 50 или 100 мл.

Чашки фарфоровые выпарительные вместимостью 150—200 мл по ГОСТ 9147—

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77.

Квасцы алюмоаммонийные (алюминий — аммоний серноокислый) по ГОСТ 4238—77.

Квасцы алюмокалиевые (алюминий — калий серноокислый) по ГОСТ 4329—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Фенол кристаллический по ГОСТ 6417—72.

Хлороформ (трихлорметан).

Серебро серноокисное.

Вода дистиллированная по . ГОСТ 6709—72.

Палочки стеклянные.

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

### 2.3. Подготовка к анализу

#### 2.3.1. *Приготовление основного стандартного раствора азотно- кислого калия*

0,7218 г азотнокислого калия, высушенного при  $105\pm 2^\circ\text{C}$  растворяют в мерной колбе в дистиллированной воде, доводят объем до 1 л и добавляют 1 мл хлороформа. 1 мл этого раствора содержит 0,1 мг нитратного азота.

#### 2.3.2. *Приготовление рабочего стандартного раствора азотнокислого калия*

50 мл основного раствора выпаривают досуха на водяной бане, затем к охлажденному сухому остатку добавляют 2 мл фенолди- сульфоновой кислоты и тщательно растирают стеклянной палочкой до полного смешения с сухим остатком. Затем добавляют несколько миллилитров дистиллированной воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл и доводят объем до метки дистиллированной водой. 1 мл 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 л дистиллированной воды. Затем раствор подогревают до  $60^\circ\text{C}$  и постепенно, при постоянном помешивании, добавляют 55 мл 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 мл 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 серноокислого серебра*

4,40 г серноокислого серебра  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  растворяют в дистиллированной воде и доводят в мерной колбе дистиллированной водой до 1 л. 1 мл раствора приблизительно эквивалентен 1 мг  $\text{Cl}^-$ . 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 мл вносят 0,0; 0,5; 0,7; 1,0; 1,5; 2,0; 3,5; 6,0; 10; 15; 20 и 30 мл рабочего раствора азотнокислого калия (1 мл — 0,01 мг N). Если используются цилиндры вместимостью по 100 мл, количество стандартного раствора удваивают, что соответствует содержанию нитратного азота в стандартных растворах шкалы от 0,1 до 6,0 мг/л нитратного азота. В каждый цилиндр добавляют по 2 мл фенолдисульфоновой кислоты и 5—6 мл щелочи ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) 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 величин оптических плотностей вычитают оптическую плотность нулевой пробы. Полученные результаты наносят на график.

#### 2.4. Проверка анализа

2.4.1. Определению мешают хлориды в концентрации более 10 мг/л. Их влияние устраняют в ходе анализа добавлением сернокислого серебра. При содержании нитритов более 0,7 мг/л получают завышенные результаты (обычно в питьевых водах нитриты в этих концентрациях не встречаются). Определению мешает цветность воды (более 20—25°). В этом случае к 150 мл исследуемой воды добавляют 3 мл 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 мл прозрачной воды или фильтрата (содержание нитратного азота в этом объеме не должно превышать 0,6 мг), добавляют раствор сернокислого серебра в количестве, эквивалентном содержанию хлорид-иона в исследуемой пробе. Выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха (осадок хлорида серебра отфильтровывают в том случае, когда содержание  $\text{Cl}^-$  превышает 15 мг в определенном объеме). После охлаждения сухого остатка добавляют в чашку 2 мл раствора фенолдисульфоновой кислоты и тотчас растирают стеклянной палочкой до полного смешения с сухим остатком. Добавляют 20 мл дистиллированной воды и около 5—6 мл концентрированного раствора аммиака до максимального развития окраски. Окрашенный раствор переносят в колориметрический цилиндр вместимостью 100 или 50 мл и доводят дистиллированной водой до метки. Сравнение окраски исследуемой пробы производят 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 ( $X$ ) в мг/л 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/л;

$V_1$  — объем окрашенной пробы (100 или 50 мл);

$V$  — объем пробы, взятый для анализа, мл.

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

### 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/л нитратного азота.

### 3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Фотоэлектроколориметр.

Баня водяная.

Посуда мерная стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770—74 и ГОСТ 20292—74 вместимостью: колбы мерные 50 и 100 мл, пипетки 1 и 10 мл с делениями, соответственно 0,01 и 0,1 мл; пробирки с отметкой на 10 мл с притертой пробкой.

Чашки фарфоровые выпарительные по ГОСТ 9147—80.

Кислота серная по ГОСТ 4204—80.

Натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—77.

Кобальт хлористый по ГОСТ 4525—77.

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217—77.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрий салициловокислый.

Палочки стеклянные.

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

#### 3.3. Подготовка к анализу

##### 3.3.1. *Приготовление основного стандартного раствора азотнокислого калия*

0,7218 г азотнокислого калия  $\text{KNO}_3$ , х. ч., высушенного при  $105 \pm 2^\circ\text{C}$ , растворяют в дистиллированной воде, добавляют 1 мл хлороформа и доводят объем до 1 л.

1 мл раствора содержит 0,1 мг нитратного азота.

##### 3.3.2. *Приготовление рабочего стандартного раствора азотнокислого калия*

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

1 мл 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 мл дистиллированной воды.

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

0,5 г салициловокислого натрия растворяют в 100 мл 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 л.

##### 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 устраняется так же, как и в методе с фенолдисульфокислотой; хлориды в концентрации, превышающей 200 мг/л, удаляют добавлением раствора сернокислого серебра к 100 мл исследуемой воды в количестве, эквивалентном содержанию хлор-иона. Осадок хлорида серебра отфильтровывают или отделяют центрифугированием; нитриты в концентрации 1—2 мг/л и железо в концентрации более 0,5 мг/л. Влияние железа может быть устранено добавлением 8—10 капель раствора калия-натрия виннокислого перед выпариванием воды в фарфоровой чашке.

10 мл исследуемой воды помещают в фарфоровую чашку. При- V бабляют 1 мл раствора салициловокислого натрия и выпаривают на водяной бане досуха. После охлаждения сухой остаток увлажняют 1 мл концентрированной серной кислоты, тщательно растирают его стеклянной палочкой и оставляют на 10 мин. Затем добавляют 5—10 мл дистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу

вместимостью 50 мл. Прибавляют 7 мл 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 производят фотометрическим методом, измеряя оптическую плотность раствора с фиолетовым светофильтром в кюветах с толщиной рабочего слоя 1—5 см. Из найденных величин 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 мл отбирают 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0 и 10 мл рабочего стандартного раствора азотнокислого калия (1 мл — 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/л. Затем растворы переносят в фарфоровые чашки, прибавляют по 1 мл 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 при помощи 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 ( $X$ ) в мг/л вычисляют по формуле в пересчете на нитратный азот

$$X = C,$$

где  $C$  — содержание нитратов, найденное по графику, мг/л.