

**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 см³.

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 см³; цилиндры 50 и 100 см³.

Приборы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74, пипетки вместимостью 1, 2, 5, 15, 20 и 25 см³.

Пробирки стеклянные по ГОСТ 25336—82.

Весы лабораторные аналитические.

Весы технические типа ВЛТ-200.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Переиздание. Сентябрь 1983 г.

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 дистиллированной 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.

Фотозлектроколориметр (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 см³ вносят 1 см³ основного стандартного раствора и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Для анализа следует использовать свежеприготовленный раствор.

1 см³ рабочего стандартного раствора азотистокислого калия содержит 0,001 мг нитрит-ионов.

3.3. Проведение анализа

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 10 см³ анализируемой воды, 5 см³ раствора реактива Грисса и доводят раствор дистиллированной водой до метки. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора по отношению к дистиллированной воде на фотозлектроколориметре в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, используя зеленый светофильтр ($\lambda_{\max} = 540$ 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/дм³ нитрит-ионов, для чего в мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят соответственно 0,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 и 30,0 см³ рабочего стандартного раствора, добавляют по 5 см³ раствора реактива Грисса и доводят объемы растворов дистиллированной водой до метки.

Оптическую плотность эталонных растворов определяют на фотозлектроколориметре в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, используя зеленый светофильтр ($\lambda_{\max} = 540$ 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/дм³, вычисляют по формуле

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

где C — массовая концентрация нитрит-ионов, найденная по градуировочному графику, мг/дм³;

V_1 — объем, до которого разбавлена проба, см³;

V — объем воды, взятый для анализа, см³.

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