

# ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУММАРНОЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НИТРАТНОГО И НИТРИТНОГО АЗОТА И МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НИТРАТНОГО АЗОТА В ВОДАХ ПОСЛЕ ВОССТАНОВЛЕНИЯ НИТРАТОВ В ТОНКОЙ СИЛИКОНОВОЙ ТРУБКЕ

**Представлены результаты эксперимента по установлению метрологических характеристик методики фотометрического определения суммарной массовой концентрации нитратного и нитритного азота и массовой концентрации нитратного азота в поверхностных (морских и пресных) и очищенных сточных водах после восстановления нитратов в тонкой силиконовой трубке, в которую вставлена медная проволока, электролитически покрытая слоем кадмия. Методика позволяет существенно уменьшить объем пробы (до 10 раз), значительно ускорить и упростить процедуру ее подготовки к измерению, а также повысить чувствительность определения нитратов.**

## Введение

Соединения азота необходимы для развития жизни в водных объектах. Недостаток азота приводит к угнетению водной растительности, избыток вызывает процессы эвтрофикации природных вод и ухудшает их качество. Для предотвращения негативных явлений возникает необходимость контроля содержания минеральных форм азота в водных объектах.

Отвечающие современным требованиям аттестованные методики выполнения измерений (МВИ) нитритного азота ( $N-NO_2$ ) в водах, гарантирующие получение результатов измерений с известной погрешностью, не превышающей допустимых пределов, основаны на использовании реактива Грисса–Илосвая. Процесс определения заключается в диазотировании нитритов сульфаниловой кислотой при последующем взаимодействии образовавшегося диазосоединения с  $\alpha$ -нафтиламином, вызывающим образование красной азокраски [1–3]. Недостатками этих методик являются, во-первых, использование  $\alpha$ -нафтиламина, содержащего при-

**Т.Г. Коренева\***, научный сотрудник Отдела исследований среды и мониторинга антропогенного воздействия, ФГУП Сахалинский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии

**Л.Ю. Гаврина**, ведущий инженер Лаборатории исследований среды и мониторинга антропогенного воздействия, ФГУП Сахалинский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии

**Е.М. Латковская**, кандидат биологиче-

ский канцерогенного  $\beta$ -нафтиламина [4], во-вторых, низкая скорость протекания реакции и влияние солености на развитие окраски морской воды.

Определение  $N-NO_2$  методом Бендшнайдера и Робинсона [5, 6] предполагает замену реактивов, что позволяет избежать использования канцерогенного вещества, увеличить интенсивность окраски и, следовательно, чувствительность метода, повысить скорость анализа. Отсутствие метрологической аттестации существенно ограничивает применение данного метода.

Анализ природных и сточных вод на содержание нитратного азота ( $N-NO_3$ ) проводится фотометрическим методом с салициловой кислотой [7] и с реактивом Грисса–Илосвая после его восстановления до нитритного азота в кадмиевом редуторе [8, 9]. Недостатки этих методик — трудоемкость, низкая производительность и необходимость использования большого объема пробы.

Метод восстановления нитратов в пластмассовой или более эластичной силиконовой трубке, в которую вставлена медная проволока, электролитически покрытая слоем кадмия (Cd-колонка), позволяет существенно уменьшить объем пробы (до 10 раз), а также значительно ускорить и упростить определение нитратов. Конструкция кадмиевых колонок и способ их применения предложены Лабораторией экспериментальной гидробиологии ИБМ ДВНЦ АН СССР. Данный способ обладает высокой восстановительной способностью ( $98 \pm 2\%$ ), не чувствителен к солености проб воды, пузырькам воздуха в колонке и применим для любого типа вод [10]. Обладая очевидными преимуществами, предложенный метод восстановления нитратов не используется ни в одной из метрологически аттестованных МВИ.

Таким образом, на настоящий момент определение концентрации  $N-NO_2$  и  $N-NO_3$  фотометрическим методом предусматривает использование ряда аттестованных МВИ с присущими им недостатками. Ряд методик

\*Адрес для корреспонденции: koreneva@sakhniro.ru

определения  $N-NO_2$  и  $N-NO_3$ , описанных в научной литературе, позволяет устранить эти недостатки, однако их использование в значительной степени осложняется отсутствием метрологической аттестации. С целью снижения расхода реактивов, временных затрат и трудоемкости, а также для замены опасных для здоровья реактивов на менее опасные унифицирована и метрологически аттестована в ФГУП «ВНИИМС» единая методика, позволяющая выполнять определение суммарной массовой концентрации  $N-NO_2$  и  $N-NO_3$  и массовой концентрации  $N-NO_2$  и  $N-NO_3$  в поверхностных (морских и пресных) и очищенных сточных водах (Свидетельство №223.1.01.03.97/2007).

## Материалы и методы исследования

**М**етодика выполнения измерений устанавливает фотометрический метод определения:

- суммарной массовой концентрации  $N-NO_2$  и  $N-NO_3$  в пробах поверхностных (морских и пресных) и очищенных сточных вод в диапазоне от 0,005 до 10 мг/дм<sup>3</sup> в пересчете на азот. При анализе проб с суммарной массовой концентрацией, превышающей 0,1 мг/дм<sup>3</sup>, необходимо соответствующее разбавление пробы водой, не содержащей нитратов;
- массовой концентрации  $N-NO_2$  в пробах поверхностных (морских и пресных) и очищенных сточных вод в диапазоне от 0,0005 до 3 мг/дм<sup>3</sup> в пересчете на азот;
- массовой концентрации  $N-NO_3$  в пробах поверхностных (морских и пресных) и очищенных сточных вод.

Эксперимент по установлению метрологических характеристик МВИ проводили на серии градуировочных растворов, которые готовили из государственных стандартных образцов (ГСО), аттестованных по содержанию в них  $N-NO_3$  и  $N-NO_2$ . Стандартные растворы  $N-NO_3$  разбавляли дистиллированной и морской водой с соленостью 20 и 31 ‰ для выявления возможного влияния солевой матрицы на полноту восстановления нитратов, стандартные растворы  $N-NO_2$  — только дистиллированной водой, поскольку соленость не влияет на интенсивность окрашивания [3, 6].

Перед выполнением эксперимента готовили кадмиевую колонку в соответствии с [11] и получали данные для определения степени восстановления нитратов до нитритов. Для этого использовали градуировочные растворы с массовой концентрацией  $N-NO_3$  и рас-

ческих наук, начальник Отдела исследований среды и мониторинга антропогенного воздействия, ФГУП Сахалинский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии

**Л.Н. Пропп**, кандидат биологических наук, старший научный сотрудник, ФГБУН Институт биологии моря Дальневосточного отделения Российской академии наук

творы сравнения с массовой концентрацией  $N-NO_2$ , составляющие 0,005, 0,050 и 0,100 мг/дм<sup>3</sup>. К 10 см<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора  $N-NO_3$  добавляли в качестве комплексообразователя по 0,4 см<sup>3</sup> насыщенного раствора хлорида аммония. Восстановление нитратов до нитритов проводили в протоке узкой силиконовой трубки диаметром 1,5–2 мм и длиной 1,5 м со вставленной в нее медной проволокой, на которую электролитическим путем нанесен слой чистого кадмия. Пробы пропускали при скорости 1 см<sup>3</sup>/мин через Cd-колонку под давлением с помощью перистальтического насоса [10].

Первые 3 см<sup>3</sup> пропущенных градуировочных растворов отбрасывали, для анализа брали по 5 см<sup>3</sup> растворов  $N-NO_3$ , восстановленных до  $N-NO_2$ . Кроме того, отбирали также по 5 см<sup>3</sup> растворов  $N-NO_2$  с той же концентрацией. К растворам добавляли по 0,25 см<sup>3</sup> раствора сульфаниламида, перемешивали. Через 5 мин добавляли по 0,25 см<sup>3</sup> раствора N-(1-нафтил)-этилендиаминдигидрохлорида, перемешивали. Через 10 мин измеряли величину оптической плотности на СФ-56 при длине волны 543 нм по отношению к «холостой» пробе. «Холостая» проба — дистиллированная или морская вода, не содержащая нитратов и нитритов, на которой готовились градуировочные растворы с добавленными реактивами. Всего получали по 10 пар результатов измерения оптических плотностей градуировочных растворов, приготовленных на дистиллированной и морской воде с максимальным варьированием факторов «время», «оператор», «набор мерной посуды». По отношению значений оптических плотностей градуировочных растворов  $N-NO_2$  и оптических плотностей растворов  $N-NO_3$ , восстановленных до  $N-NO_2$ , определяли восстановительную способность кадмиевой колонки в процентах.

Для получения данных, необходимых для оценки погрешности построения градуировочного графика на определение суммарной массовой концентрации  $N-NO_2$  и  $N-NO_3$ , использовали серию градуировочных растворов с содержанием 0,005; 0,010; 0,025; 0,050; 0,075; 0,100; 0,200; 0,500 и 1,00 мг/дм<sup>3</sup>  $N-NO_3$ . К 10 см<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора добавляли по 0,4 см<sup>3</sup> насыщенного раствора хлористого аммония, пропускали через кадмиевую колонку при условиях, описанных выше. К 5 см<sup>3</sup> каждого из восстановленных градуировочных растворов приливали по 0,25 см<sup>3</sup> растворов сульфаниламида и N-(1-нафтил)-этилендиамин-

дигидрохлорида и измеряли величины оптических плотностей при описанных выше условиях. Получали по 10 измерений оптической плотности каждого градуировочного раствора, приготовленного на дистиллированной и морской воде.

Для получения данных, необходимых для оценки погрешности построения градуировочного графика на определение массовой концентрации N-NO<sub>2</sub>, использовали серию градуировочных растворов с концентрациями 0,0005; 0,0010; 0,0025; 0,0050; 0,0075; 0,010; 0,050; 0,100; 0,200 и 0,300 мг/дм<sup>3</sup>. К 5 см<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора приливали по 0,25 см<sup>3</sup> растворов сульфаниламида и N-(I-нафтил)-этилендиамин-дигидрохлорида и измеряли величины оптических плотностей при описанных выше условиях. Получали по 10 измерений оптической плотности каждого градуировочного раствора, приготовленного на дистиллированной воде.

## Результаты и их обсуждение

Статистические характеристики для значений оптических плотностей восстановленных до N-NO<sub>2</sub> растворов N-NO<sub>3</sub>

Таблица 1

Экспериментальные данные для определения погрешности восстановительной способности кадмиевой колонки

Тип воды	Параметр	Среднее значение оптической плотности	Минимальное значение оптической плотности	Максимальное значение оптической плотности	Среднее квадратическое отклонение	Аттестованное значение, мг/дм <sup>3</sup>
H <sub>2</sub> O дист	N-NO <sub>2</sub>	0,01502	0,01299	0,01673	0,00003	0,005
	N-NO <sub>3</sub>	0,01472	0,01257	0,01655	0,00004	
Морская вода (20 ‰)	N-NO <sub>2</sub>	0,01523	0,01276	0,01595	0,00006	
	N-NO <sub>3</sub>	0,01477	0,01308	0,01593	0,00006	
Морская вода (35 ‰)	N-NO <sub>2</sub>	0,01546	0,01329	0,01614	0,00005	
	N-NO <sub>3</sub>	0,01499	0,01289	0,01582	0,00008	
H <sub>2</sub> O дист	N-NO <sub>2</sub>	0,14612	0,13748	0,15490	0,00009	0,050
	N-NO <sub>3</sub>	0,14388	0,13724	0,14890	0,00013	
Морская вода (20 ‰)	N-NO <sub>2</sub>	0,14587	0,13945	0,15490	0,00010	
	N-NO <sub>3</sub>	0,14299	0,11945	0,15391	0,00007	
Морская вода (35 ‰)	N-NO <sub>2</sub>	0,14691	0,13970	0,15159	0,00008	
	N-NO <sub>3</sub>	0,14402	0,13701	0,14892	0,00009	
H <sub>2</sub> O дист	N-NO <sub>2</sub>	0,3059	0,2835	0,3195	0,00018	0,100
	N-NO <sub>3</sub>	0,3143	0,2892	0,3230	0,00019	
Морская вода (20 ‰)	N-NO <sub>2</sub>	0,3096	0,2842	0,3236	0,00015	
	N-NO <sub>3</sub>	0,3120	0,2852	0,3244	0,00018	
Морская вода (35 ‰)	N-NO <sub>2</sub>	0,3084	0,2844	0,3216	0,00016	
	N-NO <sub>3</sub>	0,3129	0,2862	0,3248	0,00019	

**Ключевые слова:** соединения азота, Cd-колонка, метрологическая аттестация

и растворов N-NO<sub>2</sub> с концентрациями 0,005, 0,050 и 0,100 мг/дм<sup>3</sup> для разных типов вод приведены в *табл. 1*. Для получения стабильных результатов необходимо, чтобы коэффициент восстановления составлял не менее 90% и был одинаков в начале и в конце серии [11]. В используемых нами кадмиевых колонках со скоростью пропускания растворов N-NO<sub>3</sub>, равной 1 см<sup>3</sup>/мин, достигалось практически полное (98±2%) восстановление для всех типов вод. Из *табл. 1* видно, что процесс восстановления нитратов до нитритов с использованием силиконовых Cd-колонок не чувствителен к солености проб воды.

По полученным значениям оптической плотности каждого градуировочного раствора, приготовленного на дистиллированной и морской воде, строили градуировочные графики. По уравнению градуировочной прямой, рассчитанному по методу наименьших квадратов [12], определяли суммарную концентрацию азота нитратов и нитритов и концентрацию азота нитритов в дистиллированной и морской воде. Результаты определения и некоторые статистические характеристики приведены в *табл. 2*. При анализе реальных проб воды для определения массовой концентрации N-NO<sub>3</sub> следует после нахождения с помощью градуировочного графика суммарной массовой концентрации N-NO<sub>3</sub> и N-NO<sub>2</sub> вычесть из этого значения заранее определенную концентрацию N-NO<sub>2</sub> с учетом «холостой» пробы.

**Таблица 2**

Экспериментальные данные для оценки погрешности построения градуировочного графика на определение суммарной массовой концентрации N-NO<sub>3</sub> и N-NO<sub>2</sub> и суммарной концентрации N-NO<sub>2</sub>

ГСО 7862–2000 массовой концентрации азота в растворе нитрита натрия, мг/дм <sup>3</sup>	1,0 мг/см <sup>3</sup>									
	Аттестованное значение	0,00050	0,0010	0,0025	0,0050	0,0075	0,0100	0,050	0,100	0,200
Среднее арифметическое значение	0,00050	0,0010	0,0025	0,0052	0,0076	0,0099	0,049	0,099	0,206	0,306
Минимальное полученное значение	0,00042	0,0009	0,0023	0,0048	0,0070	0,0094	0,048	0,098	0,191	0,283
Максимальное полученное значение	0,00059	0,0011	0,0028	0,0055	0,0082	0,0110	0,050	0,102	0,214	0,311
Среднее квадратическое отклонение	0,00009	0,0006	0,0003	0,0004	0,0013	0,0014	0,005	0,019	0,018	0,020
ГСО 7863 массовой концентрации нитрат-ионов (в пересчете на азот), мг/дм <sup>3</sup>	1,0 мг/см <sup>3</sup>									
Аттестованное значение	0,0050	0,0100	0,025	0,050	0,075	0,100	0,200	0,300	0,500	1,00
Среднее арифметическое значение	0,0049	0,0098	0,026	0,051	0,075	0,099	0,201	0,299	0,503	0,99
Минимальное полученное значение	0,0046	0,0089	0,024	0,048	0,073	0,089	0,186	0,285	0,489	0,97
Максимальное полученное значение	0,0053	0,0120	0,027	0,052	0,077	0,106	0,213	0,313	0,515	1,03
Среднее квадратическое отклонение	0,0002	0,0019	0,006	0,008	0,013	0,012	0,016	0,022	0,031	0,018

Метрологические показатели точности, повторяемости, воспроизводимости и внутрилабораторной прецизионности рассчитывали по результатам 10 серий анализов градуировочных растворов с разными концентрациями N-NO<sub>3</sub> и N-NO<sub>2</sub>, полученных в условиях прецизионности.

МВИ обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в табл. 3, 4 и в приложении А.

Приложение А. Границы относительной погрешности при расчете массовой концентрации N-NO<sub>3</sub>.

Границы относительной погрешности (в %) при расчете массовой концентрации N-NO<sub>3</sub> в анализируемой пробе рассчитывают по формуле:

$$\pm \delta_{\text{нитратного азота}} = \pm \sqrt{\delta_{\text{суммарной массовой концентрации}}^2 + \delta_{\text{нитритного азота}}^2}$$

**Таблица 3**

Диапазон измерений суммарной массовой концентрации N-NO<sub>3</sub> и N-NO<sub>2</sub>, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости и внутрилабораторной прецизионности

Диапазон измерений (суммарное содержание нитритного азота и нитратного азота), мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), sr, %	Показатель внутрилабораторной прецизионности (относительное значение среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности), sRl, %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), sR, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ± d, %
От 0,005 до 0,01 вкл.	8	10	12,5	25
Св. 0,01 до 0,1 вкл.	5	7	10	20
Св. 0,1 до 3 вкл.	4	5	7,5	15
Св. 3 до 10 вкл.	3	4	5	10

\* соответствует относительной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата k = 2

**Таблица 4**

Диапазон измерений массовой концентрации N–NO<sub>2</sub>, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости и внутрилабораторной прецизионности

Диапазон измерений (массовая концентрация нитритного азота), мг/дм <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), <i>s<sub>r</sub></i> , %	Показатель внутрилабораторной прецизионности (относительное значение среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности), <i>s<sub>R1</sub></i> , %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости), <i>s<sub>R</sub></i> , %	Показатель точности* (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ± d, %
От 0,0005 до 0,01 вкл.	5	7	10	20
Св. 0,01 до 0,1 вкл.	4	5	7,5	15
Св. 0,1 до 3 вкл.	3	4	5	10

\* соответствует относительной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата k =2

Где *δсуммарной массовой концентрации*— относительная погрешность при измерении суммарной массовой концентрации N–NO<sub>3</sub> и N–NO<sub>2</sub>. Значения *δсуммарной массовой концентрации* приведены в табл. 3;

*δнитритного азота* — относительная погрешность при измерении массовой концентрации N–NO<sub>2</sub>. Значения *δнитритного азота* приведены в табл. 4.

Предлагаемая методика соответствует требованиям ГОСТ 27384–2002 [13], т.е. характеристики погрешности МВИ не превышают значений норм погрешностей во всем диапазоне определений и нижний предел определения нитратного и нитритного азота на несколько порядков ниже ПДК этих параметров для водных объектов рыбохозяйственного значения [14].

## Заключение

**А**ттестованная методика выполнения измерений суммарной массовой концентрации нитратного и нитритного азота и массовой концентрации нитратного азота (в пересчете на азот) в поверхностных (морских и пресных) и очищенных сточных водах фотометрическим методом позволяет значительно снизить временные затраты и трудоемкость, уменьшить объем анализируемых проб и расход реактивов, исключить использование вредных веществ, а также повысить интенсивность окрашивания анализируемых растворов и, следовательно, чувствительность определений. Благодаря малому объему пробы и добавляемых реагентов, существенным преимуществом разработанной методики является многократное (на поря-

док) уменьшение загрязняющего влияния кадмия на экологию через слив в канализационную систему. Замена традиционного редуктора на Cd-колонку позволяет использовать методику в экспедиционных условиях.

Метрологические характеристики, полученные в процессе исследований на градуировочных растворах с различной солевой матрицей, соответствуют требованиям ГОСТ 27384–2002.

## Литература

1. ПНД Ф 14.1:2.3–95. Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации нитрит-ионов в природных и сточных водах фотометрическим методом с реактивом Грисса (с Изм. №1 от 2004–03–03). ГУАК Минприроды РФ, 1995. 22 с.
2. РД 52.24.381–2006. Руководящий документ. Массовая концентрация нитритов в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом с реактивом Грисса. Ростов н/Д. : Росгидромет, 2006. 16 с.
3. РД 52.10.740–2010. Руководящий документ. Массовая концентрация азота нитритного в морских водах. Методика измерения фотометрическим методом с реактивом Грисса. ФГУ «ГОИН», 2011. 18 с.
4. ГОСТ 12.1.005–88. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны (с Изм. №1 от 2010–01–06). М.: Изд-во стандартов, 1989. 49 с.
5. Bendshneider K. A new spektrophotometric method for the determination of nitrite in sea water / K. Bendshneider, R. Robinson // J. Marine Res. 1952. V. 11. №1. P. 87.

6. Руководство по химическому анализу морских и пресных вод при экологическом мониторинге рыбохозяйственных водоемов и перспективных для промысла районов Мирового океана / Под ред. д.г.н. В. В. Сапожникова. М.: Изд-во ВНИРО, 2003. С. 77–81.
7. ПНД Ф 14.1:2.4–95. Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации нитрат-ионов в природных и сточных водах фотометрическим методом с салициловой кислотой (с Изм. №1 от 2004–03–03). ГУАК Минприроды РФ, 1995. 10 с.
8. РД 52.24.380–2006. Руководящий документ. Массовая концентрация нитратов в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом с реактивом Грисса после восстановления в кадмиевом редуторе. Ростов н/Д.: Росгидромет, 2006. 26 с.
9. РД 52.10.745–2010. Руководящий документ. Массовая концентрация азота нитратного в морской воде. Методика измерения фотометрическим методом после восстановления в кадмиевом редуторе. ФГУ «ГОИН», 2011. 24 с.
10. Пропп М.В. Усовершенствованная восстановительная колонка для определения нитратов в морских и пресных водах / М.В. Пропп, Л.Н. Пропп // Океанология. 1979. Т. 19. Вып. 6. С. 1129–1132.
11. Пропп Л.Н. Определение основных биогенных элементов / Л.Н. Пропп, С.Д. Кашенко, М.В. Пропп // Методы химического анализа в гидробиологических исследованиях. Владивосток, 1979. С. 76–79.
12. Р 50.2.028-2003. Рекомендации по метрологии. ГСИ. Алгоритмы построения градуировочных характеристик средств измерений состава веществ и материалов и оценивание их погрешностей (неопределенностей). Оценивание погрешности (неопределенности) линейных градуировочных характеристик при использовании метода наименьших квадратов (с Изм. №1 от 2008–01–04). М.: Изд-во стандартов, 2003. 11 с.
13. ГОСТ 27384–2002. Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств (с Изм. №1 от 2009–01–01). — М.: Стандартинформ, 2010. 8 с.
14. Приказ Росрыболовства от 18.01.2010 г. №20 «Об утверждении нормативов качества воды водных объектов рыбохозяйственного значения, в том числе нормативов предельно допустимых концентраций вредных веществ в водах водных объектов рыбохозяйственного значения»: Зарегистрирован в Минюсте РФ 09.02.2010 №16326 // Рос. газета, Федер. выпуск №5125, 2010. 5 марта. №46.

T.G. Koreneva, L.Yu. Gavrina, E.M. Latkovskaya, L.N. Propp

## PHOTOMETRIC DETERMINATION OF TOTAL MASS CONCENTRATION OF NITRATE AND NITRITE NITROGEN AND MASS CONCENTRATION NITRITE NITROGEN IN WATER AFTER NITRATE REDUCTION IN THIN SILICON TUBE

The article presents experimental results on revelation of metrological characteristics of determination method for total mass concentration of nitrate and nitrite nitrogen and mass concentration nitrite nitrogen in surface water (sea and fresh) and clarified wastewater after nitrate reduction in thin silicon tube which contained copper wire electrolytically covered by cadmium layer. The method facilitates to highly decrease sample volume (up to 10 times), greatly accelerate and simplify its preparation to measurement, also increase determination sensitivity of nitrates.

**Key words:** nitrogen compounds, Cd-column, metrological certification