

Методика ускоренного определения содержания железа в воде

Бахвалов А. В.

*Бахвалов Александр Владимирович / Bahvalov Alexander Vladimirovich – кандидат биологических наук,
начальник группы,
центральная химическая лаборатория,
федеральное казённое предприятие
«Научно-испытательный центр ракетно-космической промышленности», г. Пересвет*

Аннотация: в статье описана методика определения содержания железа в воде. Главным её достоинством является малая продолжительность анализа. Это позволяет использовать методику для оперативного контроля качества воды. Также методика может быть применена при большом количестве анализируемых проб.

Abstract: the article describes the technique of determining the content of iron in the water. Its main advantage is the short duration of the analysis. This allows to use the technique for the operative control of water quality. Also, the technique can be applied when a large number of samples analyzed.

Ключевые слова: вода, железо, определение, методика.

Keywords: water, iron, determination, technique.

Введение

Методика разработана на основе ГОСТ 4011-72 «Вода питьевая. Методы измерения массовой концентрации общего железа» [1, 3]. Разрабатывалась методика для оперативного контроля качества оборотной охлаждающей воды на производстве. Основным её преимуществом является высокая скорость выполнения анализа при приемлемой точности. Используемые реактивы вполне доступны, безопасны и имеют длительный срок хранения, что немаловажно. Внедрение предлагаемой методики не предполагает полного отказа от использования ГОСТ 4011-72 для ежеквартального контроля качества оборотной воды.

Принцип метода

В основу метода положено окисление всех форм железа, содержащихся в исследуемой воде, до трёхвалентного состояния с последующим количественным определением с использованием сульфосалициловой кислоты. По ГОСТ 4011-72 окисление проводится кислородом воздуха, посредством кипячения подкисленной соляной кислотой пробы (с частичным выпариванием). В описываемой методике окисление соединений железа проводится на холоду пероксидом водорода [2, 415] (используется в виде таблеток гидроперита) в кислой среде. Для подкисления пробы используется раствор сульфосалициловой кислоты, которая одновременно является и индикатором. Комплексное соединение трёхвалентного железа с сульфосалициловой кислотой имеет слабую фиолетовую окраску в кислой среде, переходящую в интенсивную жёлтую в щелочной среде, при $\text{pH} \approx 9$ [3, 160]. Поэтому после проведения окисления соединений железа в пробу добавляются растворы аммиака и хлорида аммония для создания оптимального pH. После проявления окраски измеряют оптическую плотность растворов и вычисляют содержание железа в исходной воде. Интенсивность окраски раствора в зависимости от содержания железа подчиняется закону Бугера-Ламберта-Бера при содержании железа в анализируемой воде до 2 мг/л.

При необходимости возможно визуальное определение содержания железа путём сравнения окраски проб с эталонными растворами. Для этого анализируемые пробы и эталонные растворы следует перелить в пробирки из бесцветного стекла так, чтобы столб жидкости во всех пробирках был одинаков и составлял 15-20 см. Сравнение проводится на белом фоне, смотреть следует сверху пробирки, через весь слой жидкости, подкладывая на дно пробирок лист белой бумаги.

Приготовление реактивов

Раствор сульфосалициловой кислоты. 20 г сульфосалициловой кислоты поместить в мерную колбу на 100 мл и растворить в небольшом количестве дистиллированной воды. Затем разбавить водой до метки и перемешать.

Раствор хлорида аммония 2 моль/л. 10,7 г хлорида аммония поместить в мерную колбу на 100 мл и растворить в небольшом количестве дистиллированной воды. Затем разбавить водой до метки и перемешать.

Раствор аммиака 1:1. В мерную колбу на 100 мл внести 50 мл концентрированного (25 %) раствора аммиака, разбавить водой до метки и перемешать.

Гидроперит. Используется обычный аптечный гидроперит в виде таблеток весом 1,5 г.

Построение градуировочного графика

Приготовление основного стандартного раствора. Навеску 0,8636 г железоммонийных квасцов поместить в мерную колбу на 1000 мл, добавить немного дистиллированной воды и 2 мл

концентрированной соляной кислоты. После растворения соли долить водой до метки и перемешать. 1 мл полученного раствора содержит 0,1 мг железа.

Приготовление рабочего стандартного раствора. 5 мл основного рабочего раствора поместить в мерную колбу на 100 мл и разбавить водой до метки. 1 мл полученного раствора содержит 0,005 мг железа. Раствор должен быть использован в тот же день.

Приготовление рабочей шкалы. В конические колбы поместить 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мл рабочего стандартного раствора и довести дистиллированной водой до 50 мл. Полученная шкала соответствует содержанию железа 0; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50 мг/л соответственно. Затем во все колбы добавить по 1 мл раствора сульфосалициловой кислоты и по одной размятой в ступке таблетке гидроперита (1,5 г). Перемешать до растворения гидроперита и выдержать 5 минут. Затем во все колбы добавить по 1 мл раствора хлорида аммония и по 1 мл раствора аммиака. Выдержать 5 минут и измерить оптическую плотность при длине волны 400 нм, кюветы 50 мм. Оптическую плотность следует определять относительно холостой пробы.

Градуировочный график строится в осях «концентрация железа, мг/л» - «оптическая плотность».

Выполнение анализа

В коническую колбу поместить аликвоту 50 мл анализируемой воды, добавить 1 мл раствора сульфосалициловой кислоты. Одну таблетку гидроперита размять в ступке и всыпать в анализируемую воду. Перемешать содержимое колбы и выдержать 5 минут для окисления двухвалентных соединений железа в трёхвалентные. Затем в колбу добавить 1 мл раствора хлорида аммония и 1 мл раствора аммиака и выдержать 5 минут для развития окраски.

Параллельно следует приготовить холостую пробу, взяв в колбу аликвоту 50 мл дистиллированной воды и проделав с ней все вышеперечисленные операции.

Далее следует провести определение оптической плотности пробы относительно холостой при длине волны 400 нм, используя кюветы длиной 50 мм.

Можно также определить содержание железа визуально, перелив пробу в высокую пробирку слоем 15-20 см и сравнивая окраску со шкалой на белом фоне, глядя сверху, через весь слой жидкости.

Проведение расчётов

Если проба воды перед анализом не разбавлялась, то содержание железа в мг/л вычисляется по градуировочному графику. При предварительном разбавлении пробы содержание железа вычисляется по формуле:

$$X = \frac{c \cdot 50}{V}$$

X – содержание железа, мг/л.

c – содержание железа, мг/л, найденное по градуировочному графику.

V – объём аликвоты воды, взятой на анализ, мл.

50 – объём, до которого разбавлена взятая аликвота, мл.

За окончательный результат анализа принимается среднее арифметическое значение двух параллельных определений, если расхождение между ними не превышает 25 %.

Результаты и обсуждение

Построение градуировочного графика было проведено в трёх повторностях: были приготовлены три одинаковые серии стандартных растворов, которые были проанализированы по той же схеме, что и исследуемые образцы. После необходимой выдержки были определены их оптические плотности при длине волны 400 нм и толщине поглощающего слоя 50 мм относительно холостой пробы (табл. 1).

Таблица 1
Оптические плотности растворов рабочей шкалы

Содержание железа, мг/л	Оптическая плотность растворов при $\lambda=400$ нм и $l = 50$ мм			
	Серия 1	Серия 2	Серия 3	Среднее
0	0	0	0	0
0,05	0,005	0,005	0,005	0,005
0,10	0,035	0,035	0,040	0,037
0,20	0,065	0,065	0,060	0,063
0,30	0,100	0,105	0,100	0,102
0,40	0,125	0,135	0,130	0,130
0,50	0,160	0,165	0,160	0,162

Из таблицы видно, что все три серии имеют близкие значения соответствующих стандартных растворов, что говорит о хорошей сходимости предлагаемого метода определения содержания железа в

воде. Следует отметить, что стандартный раствор 0,05 мг/л во всех случаях слабо развивает окраску: его оптическая плотность во всех сериях близка к нулю.

По рассчитанным средним значениям оптической плотности растворов был построен градуировочный график (рис. 1). На графике (рис. 1) видно, что все точки (кроме 0,05 мг/л) удовлетворительно ложатся на прямую линейной аппроксимации, о чём говорит значение коэффициента детерминации, близкое к единице ($R^2 = 0,9929$). Этот факт указывает на выполнение закона Бугера-Ламберта-Бера и делает допустимым количественное определение железа в данном диапазоне концентраций. В методике ГОСТ указано, что закон Бугера-Ламберта-Бера выполняется при содержании железа в анализируемой пробе до 2 мг/мл, однако в данной работе построение градуировочного графика нецелесообразно: регламентированное содержание железа в оборотной воде не должно превышать 0,3 мг/л.

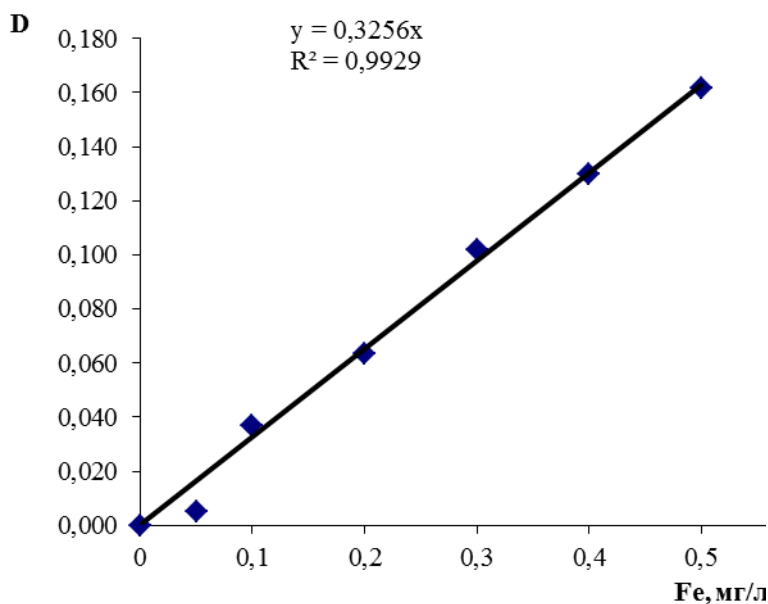


Рис. 1

Градуировочный график для определения содержания железа в воде

Слабое развитие окраски в стандартном растворе с содержанием 0,05 мг/л и её «выпадение» из градуировочного графика указывает, что количественное определение железа в воде (при использовании фотоколориметра) возможно при концентрации, превышающей 0,1 мг/л. Однако в ряде случаев к оборотной охлаждающей воде предъявляются повышенные требования: содержание железа не должно превышать 0,05 мг/л. В этом случае следует использовать метод визуального колориметрирования. В слое 15-20 см окраска раствора хорошо различима, и если интенсивность окраски пробы анализируемой воды меньше, чем у стандартного раствора с содержанием железа 0,05 мг/л, то даётся заключение, что содержание железа в анализируемой воде не превышает 0,05 мг/л.

В процессе работы некоторые пробы были проанализированы параллельно по ГОСТ 4011-72 и по предлагаемой методике (табл. 2).

Таблица 2

Содержание железа в пробах воды, определённое по ГОСТ 4011-72 и по предлагаемой методике

Анализируемый образец	Содержание железа, мг/л		Расхождение с ГОСТ 4011-72, мг/л (%)
	По ГОСТ 4011-72	По предлагаемой методике	
Артезианская вода	0,29	0,27	-0,02 (-6,9 %)
Вода после установки обезжелезивания	<0,05	<0,05	-

Концентрат установки обратного осмоса	0,06	0,05	-0,01 (-16,7 %)
Пермиат установки обратного осмоса	<0,05	<0,05	-
Оборотная вода, градирня	0,13	0,15	+0,02 (+15,4 %)
Оборотная вода, питающий бак	0,13	0,12	-0,01 (+7,7 %)
Оборотная вода, бак-отстойник	0,14	0,16	+0,02 (+14,3 %)

Из полученных результатов (табл. 2) видно, что полученные по обеим методикам результаты имеют близкие значения. Расхождение результатов, полученных по предлагаемой методике, с результатами, полученными по ГОСТ 4011-72, не превышают 25 %, то есть не выходят за рамки определённого в ГОСТ 4011-72 предела повторяемости.

Следует отметить, что сравнение двух методик проводилось при содержании железа в анализируемой воде не более 0,5 мг/л, так как более высокое содержание железа в воде, используемой на предприятии, не отмечается. При необходимости использовать предлагаемую методику для анализа воды с содержанием железа более 0,5 мг/л, следует увеличить число стандартных растворов для построения градуировочного графика и провести сравнение с методикой ГОСТ 4011-72 для более высоких концентраций.

Заключение

Основываясь на сравнении результатов, полученных по предлагаемой методике и по методике ГОСТ 4011-72, можно рекомендовать описанную в статье ускоренную методику определения железа в воде для проведения оперативного контроля качества технологической воды на производствах.

Литература

1. ГОСТ 4011-72. Вода питьевая. Методы измерения массовой концентрации общего железа». М.: Госстандарт, 1972. 9 с.
2. Гиллебранд В. Ф., Лендель Г. Э., Брайт Г. А., Гофман Д. И. Практическое руководство по неорганическому анализу. М.: Госхимиздат, 1957. 1014 с.
3. Лурье Ю. Ю. Справочник по аналитической химии. М.: Химия, 1979. 480 с.