

# Определение массовой концентрации общего железа с роданидом

## **1. Сущность метода**

Метод основан на взаимодействии в сильноокислой среде окисного железа и роданида с образованием окрашенного в красный цвет комплексного соединения роданового железа. Интенсивность окраски пропорциональна концентрации железа. Чувствительность метода 0,05 мг/л Fe.

## **2. Аппаратура, материалы и реактивы**

Фотоэлектроколориметр КФК-3.

Колбы мерные 2-го класса точности, вместимостью 50, 100 и 1000 мл.

Пипетки мерные без делений вместимостью 5, 10, 25, 50 мл и пипетки мерные с делениями 0,1-0,01 см<sup>3</sup>, вместимостью 1, 2, 5 мл 2-го класса точности.

Микробюретка.

Пробирки диаметром 14-15 мм.

Стеклянные палочки.

Квасцы железоаммонийные.

Аммоний надсерноокислый (персульфат).

Аммоний роданистый (роданид) или калий роданистый.

Кислота соляная 1,19 г/мл.

Водорода перекись, 33%-ный раствор.

Вода дистиллированная.

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации чистые для анализа (ч. д. а.).

## **3. Подготовка к анализу**

### *3.1. Перекристаллизация железоаммонийных квасцов*

120 г железоаммонийных квасцов растворяют при нагревании в 100 мл дистиллированной воды, подкисленной 3-5 мл серной кислоты плотностью

1,84 г/см<sup>3</sup> и содержащей 1 мл перекиси водорода. После растворения квасцов раствор фильтруют и охлаждают при перемешивании. Если выпадение кристаллов задерживается, то прибавляют «затравку» в виде кристаллика чистых квасцов. Кристаллы отфильтровывают и сушат между листами бумаги. Кристаллы должны иметь аметистовый цвет. Хранят препарат в склянке и притертой пробкой.

### *3.2. Приготовление основного стандартного раствора железоммонийных квасцов*

0,8836 г свежеперекристаллизованных железоммонийных квасцов, взвешенных с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют 2 мл концентрированной соляной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой.

Срок и условия хранения раствора по ГОСТ 24,12-76.

### *3. 3. Приготовление рабочего стандартного раствора железоммонийных квасцов*

Рабочий раствор готовят в день проведения анализа разбавлением основного раствора в 10 раз дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,01 мг железа.

### *3. 4. Приготовление раствора роданистого аммония и роданистого калия*

50 г роданида, взвешенных с погрешностью не более 0,5 г, растворяют в 50 мл дистиллированной воды.

### *3. 5. Приготовление раствора соляной кислоты плотностью 1,12 г/см<sup>3</sup>*

К 65 мл дистиллированной воды приливают 100 мл соляной кислоты плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>.

## **4. Проведение анализа**

### *Качественное определение с приближенной количественной оценкой*

В пробирку наливают 10 мл исследуемого раствора, вносят 2 капли концентрированной соляной кислоты и несколько кристаллов персульфата

аммония и 0,2 мл роданида аммония или калия. После внесения каждого реактива содержимое пробирки перемешивают. Приблизительно массовую концентрацию железа определяют в соответствии с таблицей:

Окрашивание при рассмотрении сбоку	Окрашивание при рассмотрении сверху вниз	Массовая концентрация железа, мг/л
Окрашивания нет	Окрашивания нет	Менее 0,05
Едва заметное желтовато-розовое	Чрезвычайно слабое желтовато-розовое	0,1
Очень слабое желтовато-розовое	Слабое желтовато-розовое	0,25
Слабое желтовато-розовое	Светло-желтовато-розовое	0,5
Светло-желтовато-розовое	Желтовато-розовое	1,0
Сильное желтовато-розовое	Желтовато-красное	2,0
Светло-желтовато-красное	Ярко-красное	Более 2,0

По интенсивности полученного окрашивания судят о количестве содержащегося железа.

#### *Количественное определение*

В мерную колбу вместимостью 50 мл отбирают 50 мл исследуемого раствора или меньшим объемом, содержащего по качественной пробе не более 1 мг/л железа и доводят объем до метки дистиллированной водой. Затем добавляют 1 мл соляной кислоты (плотностью 1,12 г/мл), несколько кристаллов персульфата аммония, перемешивают и добавляют 1 мл роданида калия. После перемешивания сразу же измеряют оптическую плотность на ФЭКе, применяя сине-зеленый светофильтр ( $\lambda = 490 - 500$  нм) в кюветах с толщиной оптического слоя 2,3 или 5 см по отношению к дистиллированной воде, в которую добавлены те же реактивы.

Массовую концентрацию общего железа находят по калибровочному графику.

Для построения калибровочного графика в мерные колбы на 50 мл вносят 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мл рабочего стандартного раствора

железоаммонийных квасцов (в 1 мл 0,01 мг железа) и доводят дистиллированной водой до метки. Получают серию растворов с массовой концентрацией железа 0,0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг/л.

К стандартным растворам и раствору сравнения прибавляют 1 мл соляной кислоты плотностью 1,12 г/мл, несколько кристаллов персульфата аммония и перемешивают. Затем в раствор сравнения и стандартный раствор с массовой концентрацией железа 0,1 мг/л прибавляют по 1 мл раствора роданида калия, содержимое перемешивают и сразу же измеряют оптическую плотность в тех же условиях, что и исследуемого раствора. Затем добавляют роданид калия в следующий стандартный раствор и опять определяют оптическую плотность и т. д.

По полученным данным строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию железа (мг/л), а по оси ординат – соответствующие значения оптической плотности.

## **5. Обработка результатов**

Массовую концентрацию общего железа (X) в мг/дм<sup>3</sup> вычисляют по формуле:

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

где c – концентрация железа, найденная по калибровочному графику, мг/дм<sup>3</sup>;

V – объем пробы, взятый для определения, мл.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 25 %.

Вода питьевая (методы анализа). Сборник. – М.: Государственный комитет по стандартам, 1984. – 239 с.