

ГОСТ 4011—72

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

НИФТР и СТ ЦСМ при МЭиФ КР
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

**МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ
КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА**

Издание официальное

**ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва**

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т**ВОДА ПИТЬЕВАЯ****Методы измерения массовой концентрации общего железа****ГОСТ
4011—72**

Drinking water. Methods for determination of total iron

МКС 13.060.20
ОКСТУ 9109**Дата введения 01.01.74**

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает колориметрические методы измерения массовой концентрации общего железа.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

- 1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874* и ГОСТ 24481**.
- 1.2. Объем пробы воды для измерения массовой концентрации железа должен быть не менее 200 см³.
- 1.3. Способы консервирования, сроки и условия хранения проб воды, предназначенных для измерения массовой концентрации общего железа, — по ГОСТ 24481.
- 1.2, 1.3. (Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ**2.1. Сущность метода**

Метод основан на взаимодействии ионов железа в щелочной среде с сульфосалициловой кислотой с образованием окрашенного в желтый цвет комплексного соединения. Интенсивность окраски, пропорциональную массовой концентрации железа, измеряют при длине волны 400—430 нм. Диапазон измерения массовой концентрации общего железа без разбавления пробы 0,10—2,00 мг/дм³. В этом интервале суммарная погрешность измерения с вероятностью $P = 0,95$ находится в пределах 0,01 — 0,03 мг/дм³.

2.2. Аппаратура, реактивы

Фотоколориметр любого типа с фиолетовым светофильтром ($\lambda = 400—430$ нм). Кюветы с толщиной рабочего слоя 2 — 5 см.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51593—2000.



Весы аналитические лабораторные, класс точности 1, 2 по ГОСТ 24104*. Колбы мерные 2-го класса, вместимостью 50, 100, 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Пипетки мерные без делений вместимостью 50 см³ и пипетки мерные с ценой наименьшего деления 0,1 — 0,05 см³, вместимостью 1, 5 и 10 см³, 2-го класса по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

Колбы стеклянные лабораторные конические номинальной вместимостью 100 см³, типа Кн по ГОСТ 25336.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, 25 %-ный раствор.

Квасцы железоаммонийные по нормативно-техническому документу.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Приготовление основного стандартного раствора железоаммонийных квасцов

0,8636 г железоаммонийных квасцов $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ взвешивают с точностью, не превышающей 0,0002 г по шкале весов, растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³ в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют 2,00 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ и доводят до метки дистиллированной водой. 1 см³ раствора содержит 0,1 мг железа.

Срок и условия хранения раствора — по ГОСТ 4212.

2.3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора железоаммонийных квасцов

Рабочий раствор готовят в день проведения анализа разбавлением основного раствора в 20 раз. 1 см³ раствора содержит 0,005 мг железа.

2.3.3. Приготовление раствора сульфосалициловой кислоты

20 г сульфосалициловой кислоты растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см³ в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят этой водой до метки.

2.3.4. Приготовление раствора хлористого аммония молярной концентрации 2 моль/дм³

107 г NH_4Cl растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³ в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят этой водой до метки.

2.3.5. Приготовление раствора аммиака (1:1)

100 см³ 25 %-ного раствора аммиака приливают к 100 см³ дистиллированной воды и перемешивают.

2.4. Проведение анализа

При массовой концентрации общего железа не более 2,00 мг/дм³ отбирают 50 см³ исследуемой воды (при большей массовой концентрации железа пробу разбавляют дистиллированной водой) и помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³. Если пробу при отборе не консервировали кислотой, то к 50 см³ добавляют 0,20 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³. Пробу воды нагревают до кипения и упаривают до объема 35—40 см³. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³,

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

С. 3 ГОСТ 4011—72

ополаскивают 2—3 раза по 1 см³ дистиллированной водой, сливая эти порции в ту же мерную колбу. Затем к полученному раствору прибавляют 1,00 см³ хлористого аммония, 1,00 см³ сульфосалициловой кислоты, 1,00 см³ раствора амиака (1:1), тщательно перемешивая после добавления каждого реагента. По индикаторной бумаге определяют значение pH раствора, которое должно быть ≥ 9. Если pH менее 9, то прибавляют еще 1—2 капли раствора амиака (1:1) до pH ≥ 9.

Объем раствора в мерной колбе доводят до метки дистиллированной водой, оставляют стоять 5 мин для развития окраски. Измеряют оптическую плотность окрашенных растворов, используя фиолетовый светофильтр ($\lambda = 400 — 430$ нм) и кюветы с толщиной оптического слоя 2, 3 или 5 см, по отношению к 50 см³ дистиллированной воды, в которую добавлены те же реагенты. Массовую концентрацию общего железа находят по градуировочному графику.

Для построения градуировочного графика в ряд мерных колб вместимостью 50 см³ наливают 0,0; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 см³ рабочего стандартного раствора, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и анализируют, как исследуемую воду. Получают шкалу растворов, соответствующих массовым концентрациям железа 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мг/дм³.

Строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию железа, а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности. Построение градуировочного графика повторяют для каждой партии реагентов и не реже одного раза в квартал.

2.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию железа (X) в анализируемой пробе, мг/дм³, с учетом разбавления вычисляют по формуле

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

где c — концентрация железа, найденная по градуировочному графику, мг/дм³;

V — объем воды, взятый для анализа, см³;

50 — объем, до которого разбавлена пробы, см³.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных измерений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 25 % при массовой концентрации железа на уровне предельно допустимой. Результат округляют до двух значащих цифр.

Сходимость результатов анализа (A) в процентах вычисляют по формуле

$$A = \frac{2(P_1 - P_2)}{P_1 + P_2} \cdot 100,$$

где P_1 — больший результат из двух параллельных измерений;

P_2 — меньший результат из двух параллельных измерений.

Разд. 2. (Измененная редакция, Изд. № 2).

3. ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА С ОРТОФЕНАНТРОЛИНОМ

3.1. Сущность метода

Метод основан на реакции ортофенантролина с ионами двухвалентного железа в области pH 3 — 9 с образованием комплексного соединения, окрашен-