**Модуль А.**

**«Методика выполнения измерений массовой концентрации железа фотометрическим методом с сульфосалициловой кислотой в воде»**

**(на основе ПНД Ф 14.1:2:4.50-96 и ГОСТ 4011-72)**

**1 Общие положения**

1.1 Методика фотометрического определения массовой концентрации железа с сульфосалициловой кислотой устанавливает процедуру определения железа в питьевых, поверхностных и сточных водах. Диапазон измерения методики от 0,050 до 10 мг/дм3.

1.2 Ионы железа (III) и железа (II) образуют с сульфосалициловой кислотой комплексные соединения разного состава в зависимости от pH раствора. Условия фотометрического определения комплексов железа (III) представлены в таблице 1. Причем в слабокислой среде сульфосалициловая кислота реагирует только с солями железа (III) (красное окрашивание), а в слабощелочной среде – с солями железа (II) и железа (III) (желтое окрашивание).

Таблица 1.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| (1,8 – 2,5) ед. pH | (3,0 – 8,0) ед. pH | (9,0 – 11,5) ед. pH |
| **Fe**  + | **Fe**  -  2 | **Fe**  3-  3 |
| λ maх = 500 нм | - | λ maх = 425 нм |

1.3 Согласно ПНД Ф 14.1:2:4.50-96 определение железа (III) можно проводить только в тех случаях, когда пробу не обрабатывали с целью разрушения органических компонентов, не кипятили и не консервировали, так как при этом железо (II) окисляется до железа (III).

1.4 Функциональная зависимость между численным значением, физико-химическими свойствами системы и содержанием анализируемого вещества может быть выражена формулой (закон Бугера-Ламберта- Бера). Метод стандартов применяется в единичных определениях, когда имеется прямо пропорциональная зависимость между измеряемой величиной и кон­центрацией.

A =ЕCL

А- оптическая плотность

С- молярная концентрация эквивалента моль/дм3

Е – молярный коэффициент поглощения

L- толщина кюветы, мм

**2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы**

2.1 Спектрофотометр

2.2 Набор кювет – (10, 20, 30, 50) мм.

2.3 Воронки стеклянные (лабораторные) по ГОСТ 25336-82.

2.4 Песочные часы (5 минут), таймер-секундомер.

2.5 Стеклянные палочки по ГОСТ 21400-75.

2.6 Пипетки с одной меткой по ГОСТ 29169-91 2-го класса точности.

2.7 Цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74.

2.8 Колбы мерные по ГОСТ 1770-74.

2.9 Стаканы химические по ГОСТ 25336-82.

2.10 Раствор соляной кислоты с массовой долей 10 %.

2.11 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72.

2.12 Универсальная индикаторная бумага.

2.13 Основной стандартный раствор ионов железа (III) с массовой концентрацией 250 мг/дм3.

2.14 Раствор хлористого аммония с молярной концентрацией 2 моль/дм3.

2.15 Раствор сульфосалициловой кислоты с массовой долей 20 %.

2.16 Раствор аммиака (1:1).

**3 Определение массовой концентрации железа дифференциально-фотометрическим методом**

**3.1 Приготовление рабочего раствора ионов железа (III) с массовой концентрацией 25 мг/дм3**

В мерную колбу вместимостью 100,00 см3 вносят 10,00 см3 основного стандартного раствора ионов железа (III) с массовой концентрацией 250 мг/дм3, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

**3.2 Приготовление градуировочных растворов**

Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100,00 см3 вносят рабочий раствор ионов железа (III), содержащий 0,010, 0,025, 0,05, 0,10, 0,15, 0,25 мг железа (III). Содержимое колб разбавляют дистиллированной водой, добавляют 1,00 см3 раствора хлористого аммония, 1,00 см3 раствора сульфосалициловой кислоты, 1,00 см3 раствора аммиака (1:1). Содержимое колб перемешивают после добавления каждого реактива. Объемы растворов доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и выдерживают в течение не менее 5 минут для развития окраски. Готовят две серии градуировочных растворов.

**3.3 Выбор кюветы**

3.3.1 Для выбора кюветы измеряют оптическую плотность приготовленного раствора градуировочной серии, содержащий 0,10 мг ионов железа (III), в кювете с толщиной поглощающего слоя 30 мм, при длине волны согласно таблице 1, относительно раствора градуировочной серии с наименьшим содержанием ионов железа (III).

3.3.2 По полученным результатам, при необходимости, рассчитывают длину кюветы. Раствор градуировочной серии, содержащий 0,10 мг ионов железа (III), должен иметь значение оптической плотности приблизительно 0,450.

**3.4 Проведение измерений градуировочных растворов**

3.4.1 Оптическую плотность градуировочных растворов измеряют в выбранной кювете, при длине волны согласно таблице 1, не менее двух раз, используя в качестве раствора сравнения градуировочный раствор, содержащий 0,010 мг ионов железа (III).

3.4.2 Градуировочную характеристику устанавливают, откладывая по оси абсцисс содержание ионов железа (III) в градуировочных растворах в мг, по оси ординат среднеарифметическое значение из измеренных значений оптической плотности растворов. По полученным данным строят линейную градуировочную зависимость с помощью программного обеспечения MS Excel. Значение коэффициента корреляции, установленной градуировочной характеристики должно быть не менее 0,99.

**3.5 Подготовка и проведение измерений пробы**

3.5.1 В мерную колбу 100,00 см3 помещают 50,00 см3 анализируемой пробы воды. К раствору добавляют 1,00 см3 раствора хлористого аммония, 1,00 см3 раствора сульфосалициловой кислоты, 1,00 см3 раствора аммиака (1:1). Тщательно перемешивают после добавления каждого реактива.

По индикаторной бумаге определяют значение рН раствора. Если значение рН не соответствует (9 – 10) ед. pH, то к раствору добавляют по каплям раствор аммиака (1:1), контролируя значение pH по индикаторной бумаге. После установления pH объем раствора доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и выдерживают в течение не менее 5 минут для развития окраски. Готовят растворы для проведения не менее двух параллельных определений.

3.5.2 Оптическую плотность подготовленного раствора измеряют согласно 3.4.1, используя в качестве раствора сравнения любой из двух подготовленных растворов в градуировочных сериях.

3.5.3 Параллельные результаты определения массовой концентрации железа в анализируемой пробе, мг/дм3, рассчитывают, используя полученное уравнение градуировочной характеристики и среднеарифметические значения из измеренных значений оптической плотности растворов пробы. Результаты рассчитывают с учетом разбавления по 3.5.1.

**4 Определение массовой концентрации железа в виде моносульфосалицилатного комплекса**

**4.1 Выбор стандартного раствора**

В качестве стандартного раствора ионов железа (III) выбирают раствор градуировочной серии, значение оптической плотности которого имеет как можно более близкое значение к значению оптической плотности фотометрируемого раствора пробы по 3.5.1 при условии, что в анализируемой пробе присутствуют только ионы железа (III).

**4.2 Приготовление растворов и проведение измерений**

4.2.1 Для приготовления раствора пробы в мерную колбу 100,00 см3 помещают 50,00 см3 анализируемой пробы воды. К раствору добавляют 1,00 см3 раствора сульфосалициловой кислоты. По индикаторной бумаге определяют значение рН раствора, которое должно соответствовать требованиям, установленным в таблице 1. При необходимости добавляют по каплям раствор аммиака (1:1) или раствор соляной кислоты с массовой долей 10 %, контролируя значение pH по индикаторной бумаге. После установления pH объем раствора доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и выдерживают в течение не менее 5 минут для развития окраски.

4.2.2 Для приготовления стандартного раствора ионов железа (III) в мерную колбу 100,00 см3 помещают рассчитанную ранее аликвоту ионов железа (III) для приготовления градуировочной серии. К раствору добавляют 1,00 см3 раствора сульфосалициловой кислоты. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и выдерживают в течение не менее 5 минут для развития окраски.

Растворы по 4.2.1 и 4.2.2 готовят для проведения не менее двух параллельных определений.

4.2.3 Оптическую плотность растворов измеряют не менее двух раз в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм, относительно дистиллированной воды при длине волны согласно таблице 1.

4.2.4 Параллельные результаты определения массовой концентрации железа в анализируемой пробе, мг/дм3, рассчитывают, используя среднеарифметические значения из измеренных значений оптической плотности растворов пробы и стандартного раствора ионов железа (III). Результаты рассчитывают с учетом разбавления по 4.2.1.

**5 Обработка результатов измерений**

5.1 Методика обеспечивает получение результатов с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 2.

5.2 За результат измерения массовой концентрации железа в анализируемой пробе принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, удовлетворяющих условию (1):

|  |  |
| --- | --- |
|  | (1) |

где ,  *–* результаты параллельных определений массовой концентрации железа в анализируемой пробе, мг/дм3;

 *–* норматив сходимости, %.

5.3 Окончательный результат определения массовой концентрации железа в анализируемой пробе, мг/дм3, представляют в виде (2):

|  |  |
| --- | --- |
| C=мг/дм3, *P*=0,95, *n*=2, | (2) |

где ∆ *–* значение погрешности измерения массовой концентрации железа, мг/дм3.

Таблица 2.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Диапазон измерений, мг/дм3 | Предел повторяемости, при n=2, P=0,95, % | Показатель повторяемости, % | Показатель точности, при P=0,95 % |
| От 0,050 до 0,50 вкл. | 18 | 6 | 24 |
| Св. 0,50 до 5,0 вкл. | 11 | 4 | 15 |