

Введен в действие
Постановлением Государственного
комитета стандартов
Совета Министров СССР
от 9 октября 1972 г. N 1855

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА

Drinking water.
Methods for determination of total iron

ГОСТ 4011-72*

Список изменяющих документов
(в ред. Изменения N 1, утв. Постановлением
Госстандарта СССР от 02.09.1981 N 4122,
Изменения N 2, утв. в январе 1987 г.)

Группа Н09

ОКСТУ 9109

Взамен
ГОСТ 4011-48

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 9 октября 1972 г. N 1855 срок введения установлен

с 1 января 1974 года

Постановлением Госстандарта СССР от 25.12.1991 N 2120 снято ограничение срока действия.

Переиздание (январь 1994 г.) с Изменениями N 1, 2, утвержденными в сентябре 1981 г., Пост. 4122, 02.09.81, в январе 1987 г. (МИС 11-81, 4-87).

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 2874-82](#) и [ГОСТ 24481-80](#).

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 24481-80](#).

(Измененная редакция, Изм. N 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.

Весы аналитические лабораторные, класс точности 1, 2 по ГОСТ 24104-88.

Колбы мерные 2-го класса, вместимостью 50, 100, 1000 см³ по [ГОСТ 1770-74](#).

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 нормативной документации по стандартизации.

Колбы стеклянные лабораторные конические номинальной вместимостью 100 см³, типа Кн по [ГОСТ 25336-82](#).

Аммоний хлористый по [ГОСТ 3773-72](#).

Аммиак водный по [ГОСТ 3760-79](#), 25%-ный раствор.

Квасцы железо-аммонийные по нормативной документации по стандартизации.

Кислота соляная по [ГОСТ 3118-77](#).

Кислота сульфосалициловая по [ГОСТ 4478-78](#).

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709-72](#).

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 4212-76](#).

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 проба при отборе не консервировалась 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, 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 аммиака (1:1), тщательно перемешивая после добавления каждого реактива. По индикаторной бумаге определяют величину pH раствора, которая должна быть ≥ 9 . Если pH менее 9, то прибавляют еще 1 - 2 капли раствора аммиака (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 реактивы. 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 реактивов и не реже одного раза в квартал.

2.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию железа (X) в анализируемой пробе в 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 проба, см³.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое 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, Изм. N 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, окрашенного в оранжево-красный цвет. Интенсивность окраски пропорциональна концентрации железа. Восстановление железа до двухвалентного проводится в кислой среде гидроксиламином. Окраска развивается быстро при pH 3,0 - 3,5 в присутствии избытка фенантролина и устойчива в течение нескольких дней. Диапазон измерения массовой концентрации общего железа без разбавления пробы 0,05 - 2,0 мг/дм³. В этом интервале суммарная погрешность измерения с вероятностью P = 0,95 находится в пределах 0,01 - 0,02 мг/дм³.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Фотоэлектроколориметр различных марок.

Кюветы с толщиной рабочего слоя 2 - 5 см.

Плитка электрическая.

Колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74, вместимостью 50 и 1000 см³.

Пипетки мерные без делений, вместимостью 10, 25 и 50 см³ и пипетки мерные с делениями 0,1

- 0,01 см³, вместимостью 1, 2 и 5 см³ 2-го класса точности по нормативной документации по стандартизации.

Колбы плоскодонные по [ГОСТ 25336-82](#) вместимостью 150 - 200 см³.

Аммоний уксуснокислый по [ГОСТ 3117-78](#).

Гидроксиламин солянокислый по [ГОСТ 5456-79](#).

Квасцы железоаммонийные по нормативной документации по стандартизации.

Кислота соляная по [ГОСТ 3118-77](#).

Кислота уксусная по [ГОСТ 61-75](#).

Ортофенантролин.

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709-72](#).

Аммиак водный по [ГОСТ 3760-79](#), 25%-ный раствор.

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

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. Приготовление раствора ортофенантролина

0,1 г моногидрата ортофенантролина ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$), взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 100 см³ дистиллированной воды, подкисленной 2 - 3 каплями концентрированной соляной кислоты. Реактив сохраняют на холоде в темной склянке с притертой пробкой. 1 см³ этого реактива связывает в комплекс 0,1 мг железа.

3.3.2. Приготовление 10%-ного раствора солянокислого гидроксиламина

10 г солянокислого гидроксиламина ($NH_2OH \cdot HCl$), взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 100 см³.

3.3.3. Приготовление буферного раствора

250 г уксуснокислого аммония ($NH_4C_2H_3O_2$), взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, растворяют в 150 см³ дистиллированной воды. Добавляют 70 см³ уксусной кислоты и доводят объем до 1 дм³ дистиллированной водой;

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.3.4. Приготовление основного стандартного раствора железоаммонийных квасцов - по п. 2.3.1.

3.3.5. Приготовление рабочего стандартного раствора железоаммонийных квасцов - по п. 2.3.2.

3.3.4, 3.3.5. (Измененная редакция, Изм. N 2).

3.4. Проведение анализа

Определению мешают цианиды, нитриты, полифосфаты; хром и цинк в концентрации, превышающей в 10 раз массовую концентрацию железа; кобальт и медь в концентрации более 5 мг/дм³ и никель в концентрации 2 мг/дм³. Предварительное кипячение воды с кислотой превращает полифосфаты в ортофосфаты, добавлением гидроксиламина устраняется мешающее влияние окислителей. Мешающее влияние меди уменьшается при pH 2,5 - 4.

При отсутствии полифосфатов исследуемую воду тщательно перемешивают и отбирают 25 см³ (или меньший объем, содержащий не более 0,1 мг железа, разбавленный до 25 см³ дистиллированной водой) в мерную колбу вместимостью 50 см³. Если при отборе пробы вода была подкислена, то ее нейтрализуют 25%-ным раствором аммиака до pH 4 - 5, контролируя потенциометрически или по индикаторной бумаге. Затем добавляют 1 см³ солянокислого раствора гидроксиламина, 2,00 см³ ацетатного буферного раствора и 1 см³ раствора ортофенантролина. После прибавления каждого реактива раствор перемешивают, затем доводят объем до 50 см³ дистиллированной водой, тщательно перемешивают и оставляют на 15 - 20 мин для полного развития окраски.

Окрашенный раствор фотометрируют при сине-зеленом светофильтре ($\lambda = 490 - 500$ 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 железа находят по градуировочному графику.

В присутствии полифосфатов 25 см³ исследуемой пробы помещают в плоскодонную колбу, вместимостью 100 - 150 см³, прибавляют 1 см³ концентрированной соляной кислоты, нагревают до кипения и упаривают до объема 15 - 20 см³. После охлаждения раствора его переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют дистиллированную воду до объема примерно 25 см³ и доводят 25%-ным раствором аммиака до pH 4 - 5, контролируя потенциометрически или по индикаторной бумаге.

Далее прибавляют реактивы и проводят анализ, как указано выше (при отсутствии полифосфатов).

Для построения калибровочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 10,0; 20,0 см³ рабочего стандартного раствора, содержащего в 1 см³ 0,005 мг железа, доводят объем дистиллированной водой приблизительно до 25 см³ и анализируют так же, как и исследуемую воду. Получают шкалу стандартных растворов с массовой концентрацией железа 0,0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 1,0 и 2,0 мг/дм³. Фотометрируют в тех же условиях, что и пробу. Строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию общего железа в мг/дм³, а на оси ординат - соответствующие значения оптической плотности.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

3.5. Массовую концентрацию общего железа вычисляют по п. 2.5.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

4. ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА С 2,2-ДИПИРИДИЛОМ

4.1. Сущность метода

Метод основан на взаимодействии ионов двухвалентного железа с 2,2-дипиридилем в области pH 3,5 - 8,5 с образованием окрашенного в красный цвет комплексного соединения. Интенсивность окраски пропорциональна массовой концентрации железа. Восстановление трехвалентного железа до двухвалентного проводится гидроксиламином. Окраска развивается быстро и устойчива в течение нескольких дней. Диапазон измерения массовой концентрации общего железа без разбавления пробы 0,05 - 2,00 мг/дм³.

В этом интервале суммарная погрешность измерения с вероятностью P = 0,95 находится в пределах 0,01 - 0,03 мг/дм³.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

4.2. Аппаратура, материалы, реактивы

Фотоэлектроколориметр любой марки.

Кюветы с толщиной оптического слоя 2 - 5 см.

Колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74, вместимостью 50, 100 и 1000 см³.

Пипетки мерные без делений, вместимостью 25 см³ и пипетки мерные с делениями 0,1 - 0,01 см³, вместимостью 1, 5 и 10 см³ 2-го класса точности по нормативной документации по стандартизации.

Аммоний уксуснокислый по ГОСТ 3117-78.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456-79.

2,2-дипиридил (α , α' -дипиридил).

Квасцы железоаммонийные по нормативной документации по стандартизации.

Кислота уксусная по ГОСТ 61-75.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300-87, высшего сорта.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

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

(Измененная редакция, Изм. N 2).

4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. Приготовление основного стандартного раствора железо-аммонийных квасцов - по п. 2.3.1.

4.3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора железо-аммонийных квасцов - по п. 2.3.2.

4.3.1, 4.3.2. (Измененная редакция, Изм. N 2).

4.3.3. Приготовление 10%-ного раствора солянокислого гидроксиламина по п. 3.3.2.

4.3.4. Приготовление ацетатного буферного раствора по п. 3.3.3.

4.3.5. Приготовление 0,1%-ного раствора 2,2-дипиридила.

0,1 г 2,2-дипиридила, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 5,00 см³ этилового спирта и разбавляют в 100 см³ дистиллированной воды.

4.4. Проведение анализа

Для определения массовой концентрации общего железа исследуемую воду тщательно перемешивают и отбирают 25 см³ (или меньший объем, содержащий не более 0,1 мг железа) в

мерную колбу вместимостью 50 см³. Прибавляют 1 см³ раствора гидроксилamina солянокислого, 2,00 см³ ацетатного буферного раствора, 1,00 см³ раствора 2,2-дипиридила и доводят до метки дистиллированной водой. После добавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают. Раствор оставляют на 15 - 20 мин для полного развития окраски. Окрашенный раствор фотометрируют, применяя зеленый светофильтр ($\lambda = 540$ нм) и кюветы с толщиной оптического слоя 2 - 5 см, по отношению к дистиллированной воде, в которую добавлены те же реактивы.

Массовую концентрацию железа находят по градуировочному графику.

Для построения калибровочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см³ вносят 0,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 см³ рабочего стандартного раствора железоммонийных квасцов. Добавляют дистиллированной воды до объема примерно 25 см³. Далее растворы проводят через весь ход анализа так же, как исследуемую воду. Получают шкалу стандартных растворов с массовой концентрацией железа 0,0; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мг/дм³. Оптическую плотность измеряют в тех же условиях, что и пробы. Строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию железа в мг/дм³, а по оси ординат - соответствующие значения оптической плотности.

4.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию общего железа вычисляют по п. 2.5, 4.3.5, 4.4, 4.5. (Измененная редакция, Изм. N 2).
