

ГОСТ 4011-72

Группа Н09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы измерения массовой концентрации общего железа

Drinking water. Methods for determination of total iron

МКС 13.060.20

ОКСТУ 9109

Дата введения 1974-01-01

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 09.10.72 N 1855

2. ВЗАМЕН [ГОСТ 4011-48](#)

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61-75	3.2, 4.2
ГОСТ 1770-74	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 2874-82	1.1
ГОСТ 3117-78	3.2, 4.2
ГОСТ 3118-77	2.2, 3.2
ГОСТ 3760-79	2.2, 3.2
ГОСТ 3773-72	2.2
ГОСТ 4212-76	2.3.1
ГОСТ 4478-78	2.2
ГОСТ 5456-79	3.2, 4.2
ГОСТ 6709-72	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 18300-87	4.2
ГОСТ 24104-88	2.2

ГОСТ 24481-80	1.1, 1.3
ГОСТ 25336-82	2.2, 3.2
ГОСТ 29169-91	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 29227-91	2.2, 3.2, 4.2

4. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 25.12.91 N 2120

5. ИЗДАНИЕ с Изменениями N 1, 2, утвержденными в сентябре 1981 г., январе 1987 г. (ИУС 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*](#) и [ГОСТ 24481**](#).

* На территории Российской Федерации действует [ГОСТ Р 51232-98](#).

** На территории Российской Федерации действует [ГОСТ Р 51593-2000](#).

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. 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*](#).

* С 1 июля 2002 г. введен в действие [ГОСТ 24104-2001**](#).

** На территории Российской Федерации документ не действует. Действует [ГОСТ Р 53228-2008](#), здесь и далее по тексту. - Примечание изготовителя базы данных.

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 железо-аммонийных 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, 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 значение рН раствора, которое должно быть ≥ 9 . Если рН менее 9, то прибавляют еще 1-2 капли раствора аммиака (1:1) до рН ≥ 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, 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 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

$$A = \frac{2(R_1 - R_2)}{R_1 + R_2} \cdot 100,$$

где R_1 - больший результат из двух параллельных измерений;

R_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 1, 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](#), 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 [ГОСТ 29169](#) и [ГОСТ 29227](#).

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

Аммоний уксуснокислый по [ГОСТ 3117](#).

Гидроксиламин солянокислый по [ГОСТ 5456](#).

Квасцы железоаммонийные по нормативно-техническому документу.

Кислота соляная по [ГОСТ 3118](#).

Кислота уксусная по [ГОСТ 61](#).

Ортофенантролин.

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](#).

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

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

(Измененная редакция, Изм. N 1).

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.

3.3.1, 3.3.2. (Измененная редакция, Изм. N 1).

3.3.3. Приготовление буферного раствора

250 г уксуснокислого аммония ($\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$), 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 1, 2)

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

3.3.5. Приготовление рабочего стандартного раствора железоммонийных 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 гидроксилamina 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 гидроксилamina, 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 градуировочного 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 градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию общего железа в мг/дм³, а на оси ординат - соответствующие значения оптической плотности.
(Измененная редакция, Изм. N 1, 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 рН 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.

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](#), 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 [ГОСТ 29169](#) и [ГОСТ 29227](#).

Аммоний уксуснокислый по [ГОСТ 3117](#).

Гидроксиламин солянокислый по [ГОСТ 5456](#).

2,2-дипиридил (α, α' -дипиридил).

Квасцы железоаммонийные по нормативно-техническому документу.

Кислота уксусная по [ГОСТ 61](#).

Спирт этиловый ректификованный по [ГОСТ 18300](#), высшего сорта.

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](#).

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

4.1, 4.2. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. Приготовление основного стандартного раствора железоммонийных квасцов - по п.2.3.1.

4.3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора железоммонийных 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 гидроксилamina - 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 градуировочного 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 градуировочный 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 1, 2).

Электронный текст документа
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:

официальное издание

Контроль качества воды:
Сб. ГОСТов. - М.: ФГУП
"СТАНДАРТИНФОРМ", 2010