ГОСТ 4011—72

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 663.61:543.33:006.354 Группа Н09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© СТАНДАРТИНФОРМ, 2008

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

Колбы мерные 2-го класса, вместимостью 50, 100, 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Пипетки мерные без делений вместимостью 50 $см^3$ и пипетки мерные с ценой наименьшего деления 0,1 — 0,05 $см^3$, вместимостью 1, 5 и 10 $см^3$, 2-го класса по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

Колбы стеклянные лабораторные конические номинальной вместимостью 100 $см^3$, 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 $FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ взвешивают с точностью, не превышающей 0,0002 г по шкале весов, растворяют в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$ в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют 2,00 $см^3$ соляной кислоты плотностью 1,19 $г/см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. 1 $см^3$ 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 $см^3$ раствора содержит 0,005 мг железа.

2.3.3. Приготовление раствора сульфосалициловой кислоты

20 г сульфосалициловой кислоты растворяют в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят этой водой до метки.

2.3.4. Приготовление раствора хлористого аммония молярной концентрации 2 $моль/дм^3$

107 г NH_4Cl растворяют в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$ в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят этой водой до метки.

2.3.5. Приготовление раствора аммиака (1:1)

100 $см^3$ 25 %-ного раствора аммиака приливают к 100 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают.

2.4. Проведение анализа

При массовой концентрации общего железа не более 2,00 $мг/дм^3$ отбирают 50 $см^3$ исследуемой воды (при большей массовой концентрации железа пробу разбавляют дистиллированной водой) и помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$. Если пробу при отборе не консервировали кислотой, то к 50 $см^3$ добавляют 0,20 $см^3$ соляной кислоты плотностью 1,19 $г/см^3$. Пробу воды нагревают до кипения и упаривают до объема 35—40 $см^3$. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$,

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

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 pH раствора, которое должно 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 (λ = 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

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

где P_1 — больший результат из двух параллельных измерений;

P_2 — меньший результат из двух параллельных измерений.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 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-

ного 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/дм^3. В этом интервале суммарная погрешность измерения с вероятностью $P = 0,95$ находится в пределах 0,01 — 0,02 мг/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 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 см^3.

Пипетки мерные без делений вместимостью 10, 25 и 50 см^3 и пипетки мерные с делениями 0,1—0,01 см^3, вместимостью 1, 2 и 5 см^3, 2-го класса точности по ГОСТ 29169 и ГОСТ 29227.

Колбы плоскодонные по ГОСТ 25336, вместимостью 150 — 200 см^3.

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. № 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 см^3 дистиллированной воды, подкисленной 2—3 каплями концентрированной соляной кислоты. Реактив сохраняют на холоде в темной склянке с притертой пробкой. 1 см^3 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 см^3.

3.3.1, 3.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

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 см^3 дистиллированной воды. Добавляют 70 см^3 уксусной кислоты и доводят объем до 1 дм^3 дистиллированной водой.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 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. № 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 (λ = 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 по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

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

(Измененная редакция, Изм. № 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-дипиридилом 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/дм^3.

В этом интервале суммарная погрешность измерения с вероятностью $P = 0,95$ находится в пределах 0,01 — 0,03 мг/дм^3.

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 см^3.

Пипетки мерные без делений, вместимостью 25 см^3 и пипетки мерные с делениями 0,1—0,01 см^3, вместимостью 1, 5 и 10 см^3 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. № 1, 2).**

4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. Приготовление основного стандартного раствора железоаммонийных квасцов — по п. 2.3.1.

4.3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора железоаммонийных квасцов — по п. 2.3.2.

4.3.1, 4.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.3.3. Приготовление 10 %-ного раствора солянокислого гидроксиламина — по п. 3.2.2.

4.3.4. Приготовление ацетатного буферного раствора— по п. 3.3.3.

4.3.3, 4.3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

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 см^3 этилового спирта и разбавляют в 100 см^3 дистиллированной воды.

4.4. Проведение анализа

Для определения массовой концентрации общего железа исследуемую воду тщательно перемешивают и отбирают 25 см^3 (или меньший объем, содержащий не более 0,1 мг железа) в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Прибавляют 1 см^3 раствора гидроксиламина солянокислого, 2,00 см^3 ацетатного буферного рас-

твора, 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 железоаммонийных 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. № 1, 2).**

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 09.10.72 № 1855

2. ВЗАМЕН ГОСТ 4011—48

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	3.2, 4.2	ГОСТ 5456—79	3.2, 4.2
ГОСТ 1770—74	2.2, 3.2, 4.2	ГОСТ 6709—72	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 2874—82	1.1	ГОСТ 18300—87	4.2
ГОСТ 3117—78	3.2, 4.2	ГОСТ 24104—88	2.2
ГОСТ 3118—77	2.2, 3.2	ГОСТ 24481—80	1.1, 1.3
ГОСТ 3760—79	2.2, 3.2	ГОСТ 25336—82	2.2, 3.2
ГОСТ 3773—72	2.2	ГОСТ 29169—91	2.2; 3.2; 4.2
ГОСТ 4212—76	2.3.1	ГОСТ 29227—91	2.2, 3.2, 4.2
ГОСТ 4478—78	2.2		

4. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 25.12.91 № 2120

gost.e-ecolog.ru

5. ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в сентябре 1981 г., январе 1987 г. (ИУС 11—81, 4—87)