

## Лабораторная работа

### Фотометрическое определение железа (II), (III) с сульфосалициловой кислотой в природных, питьевых, сточных водах

**Цель работы:** Провести фотометрическое определение содержания железа (II), (III) в пробах воды. Приобрести навыки построения калибровочных графиков на железо (II), (III) при различных длинах волн.

Фотометрические методы анализа благодаря низкому пределу обнаружения используются для определения низких значений концентраций примесей в природных, питьевых, сточных водах. Например, в питьевой воде фотометрическим методом определяют содержание алюминия, никеля, свинца, железа, марганца, меди, цинка, нитритов, нормируемых по их влиянию на токсикологические и органолептические свойства воды. В соответствии с ГОСТ 2874-82 содержание железа  $Fe^{+2,+3}$  в питьевой воде не должна превышать 0,3 мг/л.

**1. Сущность метода:** в основе метода лежит реакция комплексообразования между ионами железа и 5-моносальфосалициловой кислотой с образованием  $Fe(SSal)_n$ , где  $n=1,2$  или  $3$ . Состав комплексов зависит от pH раствора. При  $pH=1,8-2,5$  с ионами  $Fe^{3+}$  образуется комплексный катион  $[Fe(SSal)]^+$ , окрашенный в красно-фиолетовый цвет, максимум поглощения 510 нм. Сульфосалициловая кислота образует в аммиачном растворе окрашенные в желтый цвет комплексные соединения как с ионами  $Fe^{2+}$ , так и с ионами  $Fe^{3+}$ . Максимум поглощения комплексов в интервале  $pH=8-11,5$  лежит в области 400-430 нм. При  $pH=8-11,5$  образуются трисульфосалицилаты  $[Fe(SSal)_3]^{3+}$ . При  $pH>12$  сульфосалицилаты железа разлагаются с образованием осадка основных солей и гидроксидов. Сульфосалицилатный метод можно применять для определения железа в присутствии многих анионов, таких как фосфаты, хлориды, фториды, которые мешают определению железа роданидным методом. Катионы, образующие комплексные соединения с сульфосалициловой кислотой ( $Al^{3+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$ ), затрудняют определение железа. Присутствие в растворе окислителей и восстановителей нежелательно. Предел обнаружения железа 0,1 мг/л.

### 2. Экспериментальная часть

**Реактивы и приборы:** сульфосалициловая кислота, ч.д.а., 20% раствор; аммиак, ч.д.а., 10% раствор; соляная кислота, ч.д.а., раствор 3:2; железо-аммонийные квасцы, х.ч., основной стандартный раствор содержит 0,1 мг железа в 1 мл (приготовление основного стандартного раствора соли железа

(III): навеску 0,864 г железо-аммонийных квасцов растворяют в воде, предварительно подкисленной 5 мл серной кислоты ( $1,84 \text{ г/см}^3$ ) и доводят объем раствора до 1 л. Концентрация железа (III)  $0,1 \text{ мг/мл}$ . Рабочий стандартный раствор готовят в день проведения анализа разбавлением основного раствора в 10 раз); хлорид аммония, ч.д.а, 2М раствор; фотоколориметр (КФК-2; КФК-3); кварцевые кюветы на 3 и 5 см; мерные колбы на 100 мл; мерные пипетки на 5, 10, 25 мл.

## 2.1. Определение суммарного содержания ионов железа (II) и железа (III) Построение градуировочного графика

В мерные колбы на 100 мл вводят 1, 2, 4, 6, 8, 10 мл рабочего стандартного раствора соли железа, доводят рН раствора до 6-8, добавляя 10% раствор аммиака (контроль рН по универсальной индикаторной бумаге). Затем приливают 2 мл 2М раствора хлорида аммония, 2 мл 20% раствора сульфосалициловой кислоты, 2 мл 10% раствора аммиака. После добавления каждого реактива содержимое колб перемешивают, затем доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, перемешивают и через 15 мин фотометрируют при  $\lambda=400-430 \text{ нм}$  в кюветах с толщиной оптического слоя 5 см по отношению к дистиллированной воде, обработанной как стандартные растворы. Градуировочный график строят в координатах: оптическая плотность (А) – содержание железа (С); мг/л.

### Выполнение анализа

Из тщательно перемешанной пробы анализируемой воды отбирают 10-25 мл (содержание железа не более  $1 \text{ мг/л}$ ). Если содержание железа выше, пробу необходимо разбавить. Отобранный аликвотный объем переносят в мерную колбу на 100мл. Далее добавляют реактивы и проводят измерения как описано при построении калибровочного графика. По градуировочному графику находят содержание железа, соответствующее измеренной оптической плотности раствора. Содержание железа (общего) в исследуемом растворе рассчитывают по формуле:

$$C(\text{Fe}_{\text{общ}}) = C_{\text{гр}} \cdot V_{\text{кол.}} / V_{\text{пр.}}, \text{ мг/л (1)}$$

где  $C(\text{Fe}_{\text{общ}})$  – содержание железа (общего) в анализируемом растворе, мг/л;

$C_{\text{гр}}$  – содержание железа, найденное по градуировочному графику, мг/л;

$V_{\text{пр.}}$  – объем раствора, взятый на фотометрирование, мл;

$V_{\text{кол.}}$  – объем мерной колбы при разбавлении.

## Контрольные вопросы и задания

1. Обоснуйте влияние рН-среды на образование комплекса ионов железа (II), (III) с сульфосалициловой кислотой. Как зависит максимум поглощения от состава комплекса?
2. Способы построения градуировочного графика. Какая зависимость должна прослеживаться при построении градуировочного графика?
3. Что необходимо сделать, если содержание железа в пробе воды более 1 мг/л, и наоборот, содержание железа менее 0,1 мг/л? Ответ обоснуйте.
4. Как влияет разбавление или концентрирование пробы воды, взятой на анализ, для проведения расчетов по экспериментальным данным?
5. Какое влияние на организм человека могут оказывать ионы железа в питьевой воде, если содержание превышает 0,3 мг/л?