

Тест-комплект по выполнению
измерений массовой концентрации
железа общего, двухвалентного и
трехвалентного в воде с применением
фотометра ЭКСПЕРТ-003
СТ-ФОТО Железо общее II, III

Инструкция по измерению

1 НАЗНАЧЕНИЕ

Тест-комплект «Железо (общее, II, III)» предназначен для отбора и подготовки пробы воды к анализу на фотометре «Эксперт-003» с целью определения массовой концентрации общего, двухвалентного и трехвалентного железа на соответствие требованиям **СанПиН 2.1.4.1074-01, СанПиН 2.1.4.1116-02** и пр.

Диапазон измерений концентрации общего и двухвалентного железа 0,05-2,0 мг/дм³, погрешность ±0,02 мг/дм³.

Тест-комплект «Железо (общее, II, III)» включает все необходимые материалы и реактивы для отбора и подготовки пробы к фотометрическому анализу по **ГОСТ 4011-72 (п. 4 с 2,2'-дипиридиллом)**. Массовые концентрации общего и двухвалентного железа определяются на фотометре «Эксперт-003»; массовая концентрация трехвалентного железа рассчитывается как разность концентраций общего и двухвалентного железа.

Область применения: лабораторный анализ, экспресс-анализ в полевых условиях.

2 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на реакции 2,2'-дипиридила с ионами Fe (II) в диапазоне pH 3,0-8,5 с образованием комплексного соединения, окрашенного в красный цвет. Интенсивность окраски пропорциональна концентрации двухвалентного железа. Для определения общего железа пробу воды обрабатывают гидроксиламином, в результате чего трехвалентное железо восстанавливается до двухвалентного и интенсивность окраски раствора после реакции с 2,2'-дипиридиллом будет пропорциональна концентрации общего железа.

Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют на фотометре «Эксперт-003» с картриджем «525» в кювете 30 мм относительно дистиллированной воды (при определении общего железа) или исходной пробы воды (при определении двухвалентного железа).

Массовая концентрация общего и двухвалентного железа рассчитывается автоматически по градуировочному графику, сохраненному в памяти фотометра. Концентрация трехвалентного железа рассчитывается по разности результатов измерений концентрации общего и двухвалентного железа.

3 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

Диапазон pH исследуемой воды: 3,0-8,5.

4 СОСТАВ ТЕСТ-КОМПЛЕКТА «ЖЕЛЕЗО (ОБЩЕЕ, II, III)»

- Реагенты:

Реагент	50 определений	100 определений
Реагент № 1 Раствор гидроксиламина солянокислого 10 %	Флакон с 30 см ³ раствора (1 шт.)	Флакон с 60 см ³ раствора (1 шт.)
Реагент № 2 Ацетатный буферный раствор pH 4-5	Флакон с 60 см ³ раствора (1 шт.)	Флакон с 60 см ³ раствора (2 шт.)
Реагент № 3 Раствор 2,2'-дипиридила 0,1%	Флакон с 60 см ³ раствора (1 шт.)	Флакон с 60 см ³ раствора (2 шт.)

- Шприц 10 см³ для отбора пробы
- стакан пластиковый 50 см³
- Палочка для перемешивания

Примечание По требованию доукомплектовывается индикаторной бумагой для контроля величины рН, растворами для нейтрализации анализируемой воды, воронкой и фильтровальной бумагой для отделения взвешенных и коллоидных веществ.

5 УСЛОВИЯ ХРАНЕНИЯ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ

Тест-комплект следует хранить в сухом темном месте при температуре от 0 до 20°C; транспортировать при температуре не ниже минус 5°C. Вскрывать реагенты непосредственно перед анализом.

Срок годности – 6 месяцев.

6 ОТБОР ПРОБЫ

Процедура отбора проб воды регламентируется требованиями ГОСТ Р 56237-2014, ГОСТ 31861-2012 и др.

Отобрать шприцем 10 см³ пробы исследуемой воды и перенести в стакан¹.

7 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА

7.1 Обработка пробы

Проверить значение рН исследуемой пробы. При необходимости нейтрализовать пробу до рН 3,0 – 8,5.

В стакан с 10 см³ пробы внести реагенты в следующем порядке:

- **Реагент № 1** – 0,5 см³
- **Реагент № 2** – 0,5 см³
- **Реагент № 3** – 0,5 см³

После внесения каждого реагента раствор перемешать палочкой.

Оставить на 15 минут для развития окраски.

7.2 Измерение

- Включить фотометр «Эксперт-003». Установить картридж «525». Нажать кнопку «ИЗМ». Кнопками «←» и «→» выбрать градуировку «Железо» (см. Протокол

¹ При наличии в воде взвешенных и коллоидных веществ пробу предварительно отфильтровать.

градуировок). При необходимости выполнить градуировку по стандартным растворам Fe (III) (**Приложение А**).

- Установить в фотометрической ячейке кювету 30 мм с дистиллированной водой.
- Нажать кнопку «Ф1» (или «НОЛЬ» для модели фотометра «Диалог») для обнуления показания оптической плотности.
- Извлечь кювету, вылить дистиллированную воду. Залить в кювету пробу, обработанную по п. 7.1 (с момента внесения последнего реагента должно пройти ровно 15 минут).
- Установить кювету в фотометрической ячейке, дождаться стабилизации показания оптической плотности и считать значение массовой концентрации общего железа с дисплея фотометра с округлением до второго знака после запятой.
- Если измеренное значение превышает 2 мг/дм³ (верхнюю границу диапазона измерений), разбавить пробу дистиллированной водой и повторить обработку по п. 7.1 и измерение по п. 7.2. Измеренное значение концентрации должно находиться в пределах 0,05-2,0 мг/дм³. Для расчета конечного результата умножить измеренное значение концентрации на коэффициент разбавления.

8 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДВУХВАЛЕНТНОГО ЖЕЛЕЗА

8.1 Обработка пробы

Проверить значение pH исследуемой пробы. При необходимости нейтрализовать пробу до pH 3,0 – 8,5.

В стакан с 10 см³ пробы внести реагенты в следующем порядке:

- **Реагент № 2** – 0,5 см³
- **Реагент № 3** – 0,5 см³

После внесения каждого реагента раствор перемешать палочкой.

Оставить на 15 минут для развития окраски.

8.2 Измерение

- Включить фотометр «Эксперт-003». Установить картридж «525». Нажать кнопку «ИЗМ». Кнопками «←» и «→» выбрать градуировку «Железо» (см. Протокол градуировок). При необходимости выполнить градуировку по стандартным растворам Fe (III) (**Приложение А**).
- Установить в фотометрической ячейке кювету 30 мм с исходной необработанной пробой воды.
- Нажать кнопку «Ф1» (или «НОЛЬ» для модели фотометра «Диалог») для обнуления показания оптической плотности.
- Извлечь кювету, вылить исходную пробу воды. Залить в кювету пробу, обработанную по п. 8.1 (с момента внесения последнего реагента должно пройти ровно 15 минут).

- Установить кювету в фотометрической ячейке, дождаться стабилизации показания оптической плотности и считать значение массовой концентрации двухвалентного железа с дисплея фотометра с округлением до второго знака после запятой.
- Если измеренное значение превышает 2 мг/дм³ (верхнюю границу диапазона измерений), разбавить пробу дистиллированной водой и повторить обработку по п. 8.1 и измерение по п. 8.2. Измеренное значение концентрации должно находиться в пределах 0,05-2,0 мг/дм³. Для расчета конечного результата умножить измеренное значение концентрации на коэффициент разбавления.

9 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТРЕХВАЛЕНТНОГО ЖЕЛЕЗА

Массовая концентрация трехвалентного железа (в мг/дм³) рассчитывается по формуле:

$$[\text{Fe (III)}] = [\text{Fe (общее)}] - [\text{Fe (II)}],$$

где [Fe (общее)] – измеренное значение массовой концентрации общего железа, мг/дм³,
[Fe (II)] - измеренное значение массовой концентрации двухвалентного железа, мг/дм³.

Приложение А

Градуировка фотометра по стандартным растворам Fe (III)

Используя аттестованный раствор Fe (III) (ГСО или др.), приготовить шкалу стандартных растворов с массовой концентрацией Fe (III) 0,0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 1,0; 2,0 мг/дм³.

Отобрать по 10 см³ каждого из стандартных растворов и обработать реагентами в соответствии с п. 7.1.

По истечении 15 минут выполнить градуировку фотометра в соответствии с Руководством по эксплуатации, используя картридж «525» и кювету 30 мм. В качестве холостой пробы при обнулении показания оптической плотности использовать дистиллированную воду.

Выполненная градуировка будет сохранена в памяти фотометра под выбранным номером.