**Определение концентрации железа (II) и (III) в исследуемой воде колориметрическим методом**

**Оборудование и реактивы**

Колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК-2 предназначен для из­мерения в отдельных участках диапазона длин волн 315-750 нм, выделяемых свето­фильтрами, оптической плотности жидкостных растворов, а также определения кон­центрации веществ в растворах методом построения градуировочных графиков. Ко­лориметр применяется на предприятиях водоснабжения, в сельском хозяйстве, в ме­дицине и других областях народного хозяйства.

Определение железа основано на реакции сульфосалициловой кислоты с солями Fe2+ и Fe3+ в щелочной среде с образованием комплекса желтого цвета. Этим спо­собом можно определять 0,1-10 мг/л железа. Предельно допустимая концентрация же­леза равна 0,3мг/л.

**Построение калибровочного графика и определение концентрации железа (II) и (III) в исследуемой воде**

*Аппаратура***:** фотоколориметр КФК-2

*Реактивы:*

1. Сульфосалициловая кислота, 10%-ный раствор,

2. Аммиак, разбавленный раствор (1:1),

3. Железо-аммонийные квасцы NH4Fe(S04)212Н2О,

4. Стандартный раствор NН4Ре(S04)2 12H2О, растворяют 482мг NH4Fe(S04).2 12Н2О в дистиллированной воде, добавляют 0,2 мл конц. НСl и доводят объем до 100 мл.

5. Рабочий раствор NH4Fe(S04)212Н20, разбавляют 10 мл стандартного раствора, до 100 мл дистиллированной водой.

6. Стандартный раствор FeS04 7Н2О, растворяют 278мг FeSO4 7Н2О в дистиллированной воде, добавляют 0,2 мл конц. НСl и доводят объем до 100 мл.

7. Рабочий раствор FeS047H20 , разбавляют 10 мл стандартного рас­твора, до 100 mл дистиллированной водой.

*Ход определения:*

1) Построение калибровочного графика

Отбирают: мерной пипеткой 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 мл рабочего раствора в мер­ные колбы на 50 мл, что соответствует: 0,112; 0,224; 0,336; 0,448; 0.56 мг/л железа (II) или (III). Определение проводят по ниже описанной методике. Результаты заносят в таблицу 3, по результатам таблицы строят калибровочный график.

**Таблица 3**

**Экспериментальные данные для построения калибровочного графика**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| V, мл | 0 | 0,1 | 0,2 | 0,3 | 0,4 | 0,5 |
| C(Fe2+) или C(Fe3+), мг/л | 0 | 0,112 | 0,224 | 0,336 | 0,448 | 0,56 |
| D1 | 0 |  |  |  |  |  |
| ΔD = D1-Do | Do |  |  |  |  |  |

2) Определение Fe2+ и Fe3+

В мерную колбу на 50 мл помещают известное количество миллилитров анализи­руемой пробы, добавляют 5 мл сульфосалициловой кислоты и 5 мл аммиака,объемдоводят дистиллированной водой в мерной колбе до метки и тщательно перемешива­ют. Через 5 минут измеряют оптическую плотность при

λ = 400 нм и из найденной ве­личины вычитают значение оптической плотности D1 холостого определения, проведен­ного таким же способом с дистиллированной водой Do, и по калибровочной кривой нахо­дят концентрацию железа в мг/л.

Содержание железа в мг/л определяют по формуле:

,

где Со - концентрация суммы Fe2+ и Fe3+, найденная из калибровочного графика мг/л; V – объем колбы; V1 - объем пробы, взятый для анализа.

**Методика определения железа с роданидом**

Принцип метода

Метод основан на взаимодействии трехвалентного железа с роданид-ионом в сильнокислой среде с образованием окрашенного в красный цвет комплексного соединения. Интенсивность окраски пропорциональна концентрации железа. Определение проводят после предварительного окисления двухвалентного железа персульфатом аммония в кислой среде. Метод позволяет обнаружить трехвалентное железо, в этом случае анализируют, не добавляя персульфата аммония, а интенсивность окраски измеряют немедленно, так как она быстро меняется.

Предел обнаружения железа 0,05 мг/л. Диапазон измеряемых концентраций без разбавления пробы 0,05 - 2 мг/л общего железа. Проведению анализа мешают медь, кобальт, висмут в концентрациях более 5 мг/л.

Реактивы

* 1. Роданид аммония или роданид калия, 50% растворы.
* 2. Персульфат аммония кристаллический.
* 3. Соляная кислота (1:1).
* 4. Стандартные растворы железа.

Ход определения

В стаканчик отбирают 50 мл пробы. Прибавляют 1 мл соляной кислоты (1:1), несколько кристалликов персульфата аммония и 1 мл роданида аммония. Через 10 минут фотометрируют при сине-зеленом светофильтре (длина волны 440 нм) в кюветах с толщиной оптического слоя 2 см по отношению к дистиллированной воде, обработанной, как проба.

Содержание железа общего (мкг) находят по калибровочному графику ил визуально по интенсивности окраски пробы и шкалы стандартных растворов.

Калибровочный график

В ряд мерных колб вместимостью 50 мл вносят 0 - 0,5 - 1 -3 - 5 - 10 мл рабочего стандартного раствора, что соответствует содержанию железа 0 - 2,5 - 5 - 15 - 25 - 50 мкг, доводят объем до 25 - 30 мл дистиллированной водой и проводят анализ, как исследуемой воды. Окраска устойчива течение 2 часов. Калибровочный график строят в координатах оптическая плотность - содержание железа (мкг) (см. приложение №4).

Концентрацию железа (мг/л) рассчитывают по формуле:

X=A·50/V , где А - содержание железа, найденное по калибровочному графику, мг; V - объем пробы, взятой для анализа, мл(50 мл).

Например:

опыт №1: D=0,046, Х=0,23

опыт №2: D=0,047, Х=0,24

опыт №3: D=0,042, Х=0,21

среднее значение: D=0,045, Х=0,225

**Отчет по лабораторной работе**

**«Изучение метода сорбции»**

1. Цель работы.
2. Краткое описание устройства и принципа работы фильтра.
3. Краткое описание метода сорбции.
4. Методика эксперимента.
5. Таблица результатов:

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **№** | Метод измерения | Измеряемый параметр | Показания  измерений  качества воды  после очистки, мг/л | Первоначальное  качёство  воды,  мг/л | Эффективность  метода  очистки, % |
| 1 |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |
| *3* |  |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |  |

6.Выводы:

**Контрольные вопросы**

1. Для каких параметров воды установлены нормативные значения?

2. Какие. существуют методы очистки воды?

3. Что такое жесткость воды?

4. Каков принцип сорбционной очистки воды?

5. Какие фильтроматериалы обычно применяют в сорбционной очистке?