

DOI: <https://doi.org/10.23670/IRJ.2022.125.109>

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ДОБАВОК ПРИ АНАЛИЗЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА В ВОДЕ

Научная статья

Беляева О.В.¹, Гора Н.В.², Голубева Н.С.^{3,*}, Горелкина А.К.⁴, Тимощук И.В.⁵, Иванова Л.А.⁶¹ ORCID : 0000-0003-3030-9140;² ORCID : 0000-0002-6055-8570;³ ORCID : 0000-0002-2188-8331;⁴ ORCID : 0000-0002-3782-2521;⁵ ORCID : 0000-0002-1349-2812;⁶ ORCID : 0000-0002-4103-8780;^{1, 2, 3, 4, 5, 6} Кемеровский государственный университет, Кемерово, Российская Федерация

* Корреспондирующий автор (golnadya[at]yandex.ru)

Аннотация

Опробована возможность использования метода добавок для ускоренного определения железа. Данный метод целесообразно применять при определении малых количеств железа в присутствии посторонних веществ. Результаты определения ионов железа с применением предлагаемой методики точны и хорошо воспроизводимы. Предложенный метод добавок был использован для определения железа в водопроводной воде различной жесткости. Проверка воспроизводимости и правильности результатов показала, что дисперсии однородны. Результаты определены по двум методикам и сопоставимы друг с другом, различия в средних значениях содержания железа не значимы. Методика проверена на реальных образцах водопроводной воды. Показано, что концентрация железа в пробах холодной водопроводной воды г. Кемерово и г. Салаир соответствует установленным нормативам.

Ключевые слова: железо, анализ, метод добавок.

THE USE OF THE ADDITION METHOD IN THE ANALYSIS OF IRON CONTENT IN WATER

Research article

Belyaeva O.V.¹, Gora N.V.², Golubeva N.S.^{3,*}, Gorelkina A.K.⁴, Timoshchuk I.V.⁵, Ivanova L.A.⁶¹ ORCID : 0000-0003-3030-9140;² ORCID : 0000-0002-6055-8570;³ ORCID : 0000-0002-2188-8331;⁴ ORCID : 0000-0002-3782-2521;⁵ ORCID : 0000-0002-1349-2812;⁶ ORCID : 0000-0002-4103-8780;^{1, 2, 3, 4, 5, 6} Kemerovo State University, Kemerovo, Russian Federation

* Corresponding author (golnadya[at]yandex.ru)

Abstract

The possibility of using the addition method for the accelerated determination of iron was tested. This method is appropriate for the determination of small amounts of iron in the presence of external substances. The results of the determination of ferrous ions using the proposed method are accurate and well reproducible. The proposed method of addition was used for determining iron in tap water of different hardness. Verification of the reproducibility and validity of the results showed that the dispersion were homogeneous. The results are determined by two methods and are comparable to each other, the differences in the mean values of iron content are not significant. The methodology was tested on real tap water samples. It was shown that the concentration of iron in cold tap water samples of Kemerovo and Salair cities corresponds to the established standards.

Keywords: iron, analysis, addition method.**Введение**

Состояние окружающей природной среды является одной из наиболее значимых социально-экономических проблем, затрагивающих интересы каждого человека. Современные масштабы антропогенной деятельности приводят к нарушению устойчивости водных экосистем и ухудшению качества их вод. Вода большинства водоемов на территории Кузбасса по ряду показателей не отвечает нормативным требованиям, предъявляемым к качеству воды, используемой для нужд питьевого водоснабжения и рыбного хозяйства [1]. Вопрос оценки качества природной и водопроводной воды становится все более актуальным и заслуживает пристального внимания.

Металлы принадлежат к числу главных неорганических загрязнителей природных водных объектов. Тяжелые металлы в водоемах попадают в пищевые цепи, вызывая целый ряд негативных последствий. Ионы тяжелых металлов имеют свойство накапливаться в каждом звене трофической цепи, повышая свое содержание на каждом ее этапе. Металлы принимают участие практически во всех физико-химических, химических и биологических процессах в водных объектах. Для тяжелых металлов не существует надежных механизмов самоочищения, происходит лишь перераспределение из одного природного резервуара в другой [2], [3].

В настоящее время к числу приоритетных загрязняющих веществ водных объектов Кемеровской области по критериям экологической опасности относится железо. Главным природным источником железа являются породы и породообразующие материалы. В ряде случаев высокий уровень содержания железа в поверхностных и подземных водных ресурсах связан с влиянием антропогенных источников. При этом одним из основных источников загрязнения вод тяжелыми металлами является горнодобывающая промышленность. Антропогенная деятельность приводит к повышению уровня содержания металлов в природных водах вследствие как глобального рассеивания элементов, так и поступления с водозабора и в составе сточных вод.

Содержание железа в питьевой воде не должно превышать $0,3 \text{ мг/дм}^3$, так как при больших концентрациях у воды появляется неприятный «железистый» привкус. При повышенном содержании железа наблюдается массовое развитие железобактерий, способствующее обрастанию и закупорке труб [4].

Вода с содержанием железа выше 1 мг/л непригодна не только для питьевых, но и для технических нужд. При данных концентрациях железа также негативному влиянию подвергаются флора и фауна водоемов.

При токсичных уровнях концентрации железо образует хелатоподобные комплексы с обычными метаболитами, нарушая обмен веществ. Железо взаимодействует с клеточными мембранами, изменяя их проницаемость.

Таким образом, необходимо жестко контролировать содержание железа в водных объектах. Поскольку содержание поллютанта может колебаться в широких пределах, то и методы его определения должны обеспечивать решение поставленной задачи при различном диапазоне концентраций. При этом методики определения малых содержаний этого элемента очень сложны и длительны.

Для определения содержания железа в водных объектах применяют различные физико-химические методы: электрохимические (вольтамперометрия, потенциометрия), спектральные (ААС, АЭС, спектрофотометрия и флуорисцентные методы) [5], [8], [9], [10]. Выбор метода обуславливается содержанием железа в анализируемом объекте, необходимой точностью, временем определения и оснащенностью лаборатории. В большинстве методик определяется только «общее железо» без уточнения его степени окисления.

Одним из простых и доступных методов является спектрофотометрический, основанный на образовании окрашенных комплексов железа с сульфосалициловой кислотой.

Определение концентрации в анализе по светопоглощению чаще всего проводят методом градуировочного графика. При этом наибольшая погрешность определения по градуировочному графику имеет место в области при концентрациях, стремящихся к минимальному и максимальному пределу обнаружения методики [11].

Если проблема высоких концентраций при спектрофотометрическом анализе решается разбавлением или использованием метода дифференциальной спектроскопии, то определение малых содержаний требует предварительного концентрирования, чаще всего выпариванием. Например, для определения железа проба упаривается либо в фарфоровой чашке, либо в конической колбе. После чего пробу переносят в мерную колбу на 50 см^3 , а исходная посуда ополаскивается двумя малыми порциями (не более 2 см^3) дистиллированной воды [12]. Эти манипуляции могут внести основную часть погрешности в конечный результат анализа.

Для ускоренного определения железа была опробована возможность использования метода добавок, который целесообразно применять для определения малых количеств исследуемого вещества в присутствии посторонних веществ [13]. Данный метод предлагается как вариант экспресс определения и не предполагает полного отказа от ГОСТ 4011-72.

Методы и принципы исследования

Стандартный раствор Fe^{3+} готовили с использованием ГСО 7254-96. В конические колбы вместимостью 100 см^3 поместили с помощью пипетки $50,00 \text{ см}^3$ анализируемого раствора. В колбы №2 и №3 прибавили соответственно $1,00$ и $5,00 \text{ см}^3$ стандартного раствора Fe^{3+} . Во все колбы прибавили по 1 см^3 сульфосалициловой кислоты, хлорида аммония и раствора аммиака и тщательно перемешивали. Для холостого раствора отбирали $50,00 \text{ см}^3$ дистиллированной воды. Оптическая плотность всех растворов измерялась при длине волны 400 нм в кювете 50 мм на приборе на ПЭ-5300В (Промэколаб, Россия) относительно дистиллированной воды.

Жесткость и щелочность анализируемых образцов воды проводилась по ГОСТ [14], [15].

Метрологические характеристики анализа оценивались по стандартным методикам [11]. Правильность оценивалась методом введено – найдено. Сходимость предложенной методики с ГОСТ проводилась по критерию Фишера, а правильность – с использованием критерия Стьюдента.

Основные результаты

На основе данного спектрофотометрического метода был проведен анализ модельных растворов содержащих ионы Fe^{3+} и водопроводной воды.

Для статистической обработки результатов было проведено несколько параллельных измерений (таблица 1). Оценены метрологические характеристики предложенной методики.

Таблица 1 - Метрологические характеристики методики определения железа

DOI: <https://doi.org/10.23670/IRJ.2022.125.109.1>

Объект	Введено, мг/л	найдено, мг/л	Относительное стандартное отклонение (S/x_{cp})	Число измерений (n)
Модельный раствор 1	4,00	$4,04 \pm 0,09$	0,017	5
	20,00	$20,17 \pm 0,17$	0,007	

Водопроводная вода холодная, г. Кемерово	4,00	4,13 ± 0,12	0,012	4
	20,00	20,35 ± 0,38	0,007	
Водопроводная вода холодная, г. Салаир	4,00	3,96 ± 0,35	0,035	4
	20,00	20,26 ± 0,32	0,006	

Результаты определения ионов железа с применением предлагаемой методики хорошо воспроизводимы и точны, что соответствует требованиям, предъявляемым к методам анализа.

Предложенный метод добавок был использован для определения железа в водопроводной воде различной жесткости (таблица 2). Для сравнения методик эта же вода была проанализирована по ГОСТ [14], [15], [16].

Таблица 2 - Результаты анализа водопроводной воды

DOI: <https://doi.org/10.23670/IRJ.2022.125.109.2>

Объект	Ж, ммоль/л	Щ, ммоль/л	Fe, мг/л		n	F _{эксп}	t _{эксп}
			добавок	ГОСТ			
Водопроводная вода холодная, г. Кемерово	3,80 ± 0,57	2,21 ± 0,26	0,089 ± 0,001	0,087 ± 0,001	4	1,12	2,19
Водопроводная вода холодная, г. Салаир	5,20 ± 0,78	4,82 ± 0,58	0,101 ± 0,002	0,098 ± 0,002	4	0,70	1,92

По результатам проведенного эксперимента можно сделать вывод, что значения содержания железа в холодной водопроводной воде г. Кемерово и г. Салаир укладываются в показания установленных нормативов [16], [17].

Проверка воспроизводимости и правильности результатов показала, что дисперсии однородны ($F_{\text{эксп}}$ меньше $F_{(0.95;3;3)}=9.3$), результаты, определенные по двум методикам, сопоставимы друг с другом и различия в средних значениях содержания железа не значимы ($t_{\text{эксп}}$ меньше $t_{(0.95;6)}$).

Заключение

Предложенный метод является простым, быстрым и надежным методом ускоренного определения содержания железа. Доступность реагентов и простота методики позволяют получать данные о концентрации железа практически в любой лаборатории. Соли жесткости (кальций, магний, карбонаты, гидрокарбонаты) не мешают определению малых концентраций железа в воде данным методом.

Финансирование

работа выполнена в рамках КНТП полного инновационного цикла, распоряжение Правительства РФ от 11.05.2022, N1144-р, N соглашения 075-15-2022-1201

Funding

the work was carried out within the framework of the CSTP full innovation cycle, order of the Government of the Russian Federation of 11.05.2022, N1144-r, Agreement N 075-15-2022-1201

Конфликт интересов

Не указан.

Conflict of Interest

None declared.

Рецензия

Все статьи проходят рецензирование. Но рецензент или автор статьи предпочли не публиковать рецензию к этой статье в открытом доступе. Рецензия может быть предоставлена компетентным органам по запросу.

Review

All articles are peer-reviewed. But the reviewer or the author of the article chose not to publish a review of this article in the public domain. The review can be provided to the competent authorities upon request.

Список литературы / References

1. Доклад «О состоянии и охране окружающей среды Кемеровской области – Кузбасса в 2021 году» [Электронный ресурс] // Министерство природных ресурсов и экологии Кузбасса. – 2022. – URL: http://kuzbasseco.ru/wp-content/uploads/2022/04/doclad_2021.pdf. (дата обращения: 07.10.22)
2. Краснова Т.А. Использование углеродных сорбентов для удаления марганца из водных сред. / Т.А. Краснова, Е.Е. Беляева, О.В. Беляева и др. // Водоснабжение и санитарная техника. – 2022. – № 7. – с. 18-24. – DOI: 10.35776/VST.2022.07.03

3. Бабкина С.С. Определение и прогнозирование содержания в природной воде ионов тяжелых металлов на примере меди, цинка, железа и марганца. / С.С. Бабкина, А.Г. Горюнова, А.Р. Гатаулина и др. // Ученые записки Казанского университета. – 2013. – № 155-1. – с. 87-94.
4. Аксенов В.И. Химия воды. Аналитическое обеспечение лабораторного практикума / В.И. Аксенов, Л.И. Ушакова, И.И. Нитчкова — Екатеринбург, 2014. — 140 с.
5. Зимонин Д.В. Определение железа в поверхностных и питьевых водах Красноярского региона методами вольтамперометрии. / Д.В. Зимонин, Г.В. Бурмакина, Л.Г. Бондарева и др. // Журнал Сибирского федерального университета. Химия. – 2015. – № 2. – с. 198-208.
6. Бахвалов А.В. Методика ускоренного определения содержания железа в воде. / А.В. Бахвалов // Проблемы современной науки и образования. – 2015. – № 11(41). – с. 65-69.
7. Гаджиева С.Р. Новая методика определения железа (III) в сточной воде / С.Р. Гаджиева, Н.М. Джафарова, Т.И. Алиева // Вестник науки и образования. — 2018. — № 2(38). — Т.1. — с. 6-9.
8. Морозова В.В. Апробация фотометрических методик определения некоторых загрязнителей окружающей среды. / В.В. Морозова, Е.В. Ларионова // Вестник науки Сибири. – 2014. – № 1(11). – с. 17-24.
9. Юлчиева С.Т. Разработка сорбционно-спектрофотометрической методики определения ионов железа (III). / С.Т. Юлчиева, Ф.Б. Исакулов, А.А. Набиев и др. // Universum: химия и биология. – 2021. – № 11(89). – с. 54-58. – URL: <https://7universum.com/ru/nature/archive/item/12488> (дата обращения: 14.11.22). – DOI: 10.32743/UniChem.2021.89.11.12488
10. Третьякова С.Г. Совершенствование спектрофотометрической методики определения железа в растворе при его комплексообразовании с о-фенантролином / С.Г. Третьякова, М.Б. Розенкевич, И.Л. Растунова // Успехи в химии и химической технологии. — 2007. — Т. XXI. — № 8(76). — с. 18-22.
11. Иняев И.В. Метрологическая обработка результатов химического анализа / И.В. Иняев, Е.И. Данилина — Челябинск: Издательский центр ЮУрГУ, 2015. — 65 с.
12. ГОСТ 4011-72 Вода питьевая. Методы измерения массовой концентрации общего железа. – Введ. 1974-01-01. – М.: Стандартиформ, 2010. – 12 с.
13. Герасимова Н.С. Фотоколориметрические методы анализа / Н.С. Герасимова – М.: МГТУ им. Баумана, 2010. – 39 с.
14. ГОСТ 31957-2012 Вода. Методы определения щелочности и массовой концентрации карбонатов и гидрокарбонатов (с Поправкой). – Введ. 2014-01-01. – М.: Стандартиформ, 2019. – 24 с.
15. ГОСТ 31954-2012 Вода питьевая. Методы определения жесткости (с Поправкой). – Введ. 2014-01-01. – М.: Стандартиформ, 2018. – 13 с.
16. СанПиН 2.1.3684-21 "Санитарно-эпидемиологические требования к содержанию территорий городских и сельских поселений, к водным объектам, питьевой воде и питьевому водоснабжению, атмосферному воздуху, почвам, жилым помещениям, эксплуатации производственных, общественных помещений, организации и проведению санитарно-противоэпидемических (профилактических) мероприятий" (с изменениями на 14 февраля 2022 года). – Введ. 2021-03-01. – М.: pravo.gov.ru, 2021. – 63 с.
17. СанПиН 1.2.3685-21 Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания. – Введ. 2021-03-01. – М.: pravo.gov.ru, 2021. – 1025 с.

Список литературы на английском языке / References in English

1. Doklad «O sostoyanii i ohrane okruzhayushhej sredy' Kemerovskoj oblasti – Kuzbassa v 2021 godu» [Report "On the state and protection of the environment of the Kemerovo region - Kuzbass in 2021"] [Electronic source] // Ministry of Natural Resources and Ecology of Kuzbass. – 2022. – URL: http://kuzbasseco.ru/wp-content/uploads/2022/04/doklad_2021.pdf. (accessed: 07.10.22) [in Russian]
2. Krasnova T.A. Ispol'zovanie uglerodny'x sorbentov dlya udaleniya margancza iz vodny'x sred [The use of carbon sorbents to remove manganese from aqueous media]. / T.A. Krasnova, E.E. Belyaeva, O.V. Belyaeva et al. // Vodosnabzhenie i sanitarnaya texnika [Water Supply and Sanitary Technique]. – 2022. – № 7. – p. 18-24. – DOI: 10.35776/VST.2022.07.03 [in Russian]
3. Babkina S.S. Opredelenie i prognozirovaniye soderzhaniya v prirodnoj vode ionov tyazhely'x metallovna primere medi, cinka, zheleza i margancza [Determination and prediction of the content of heavy metal ions in natural water on the example of copper, zinc, iron and manganese]. / S.S. Babkina, A.G. Goryunova, A.R. Gataulina et al. // Ucheny'e zapiski Kazanskogo universiteta [Scientific notes of Kazan University]. – 2013. – № 155-1. – p. 87-94. [in Russian]
4. Aksenov V.I. Khimiya vodi. Analiticheskoe obespechenie laboratornogo praktikuma [Water Chemistry. Analytical Support for a Laboratory Workshop] / V.I. Aksenov, L.I. Ushakova, I.I. Nitchkova — Yekaterinburg, 2014. — 140 p. [in Russian]
5. Zimonin D.V. Opredelenie zheleza v poverxnostny'x i pit'evy'x vodax Krasnoyarskogo regiona metodami vol'tamperometrii [Determination of iron in surface and drinking waters of the Krasnoyarsk region by voltammetry methods]. / D.V. Zimonin, G.V. Burmakina, L.G. Bondareva et al. // Zhurnal Sibirskogo federal'nogo universiteta. Ximiya [Journal of Siberian Federal University. Chemistry]. – 2015. – № 2. – p. 198-208. [in Russian]
6. Baxvalov A.V. Metodika uskorennoy opredeleniya soderzhaniya zheleza v vode [Method of accelerated determination of iron content in water]. / A.V. Baxvalov // Problemy' sovremennoy nauki i obrazovaniya [Problems of modern science and education]. – 2015. – № 11(41). – p. 65-69. [in Russian]
7. Gadzhieva S.R. Novaya metodika opredeleniya zheleza (III) v stochnoi vode [A new method for the determination of iron (III) in wastewater] / S.R. Gadzhieva, N.M. Dzhafarova, T.I. Alieva // Vestnik nauki i obrazovaniya [Bulletin of Science and Education]. — 2018. — № 2(38). — Vol.1. — p. 6-9. [in Russian]

8. Morozova V.V. Aprobaciya fotometricheskix metodik opredeleniya nekotoryx zagryaznitelej okruzhayushhej sredy' [Approbation of photometric methods for the determination of certain environmental pollutants]. / V.V. Morozova, E.V. Larionova // Vestnik nauki Sibiri [Bulletin of Siberian Science]. – 2014. – № 1(11). – p. 17-24. [in Russian]
9. Yulchieva S.T. Razrabotka sorbcionno-spektrofotometricheskoy metodiki opredeleniya ionov zheleza (III) [Development of sorption-spectrophotometric technique for determination of iron (III) ions]. / S.T. Yulchieva, F.B. Isakulov, A.A. Nabiev et al. // Universum: ximiya i biologiya [Universum: chemistry and biology]. – 2021. – № 11(89). – p. 54-58. – URL: <https://universum.com/ru/nature/archive/item/12488> (accessed: 14.11.22). – DOI: 10.32743/UniChem.2021.89.11.12488 [in Russian]
10. Tretyakova S.G. Sovershenstvovanie spektrofotometricheskoi metodiki opredeleniya zheleza v rastvore pri yego kompleksobrazovanii s o-fenantrolinom [Improvement of the spectrophotometric technique for the determination of iron in solution during its complexation with o-phenanthroline] / S.G. Tretyakova, M.B. Rozenkevich, I.L. Rastunova // Uspekhi v khimii i khimicheskoi tekhnologii [Advances in chemistry and chemical technology]. — 2007. — Vol. XXI. — № 8(76). — p. 18-22. [in Russian]
11. Inyaev I.V. Metrologicheskaya obrabotka rezultatov khimicheskogo analiza [Metrological processing of chemical analysis results] / I.V. Inyaev, Ye.I. Danilina — Chelyabinsk: SUSU Publishing Center, 2015. — 65 p. [in Russian]
12. GOST 4011-72 Voda pit'evaya. Metody' izmereniya massovoj koncentracii obshhego zheleza [GOST 4011-72 Drinking water. Methods for measuring the mass concentration of total iron]. – Introduced 1974-01-01. – M.: Standartinform, 2010. – 12 p. [in Russian]
13. Gerasimova N.S. Fotokolorimetricheskie metody' analiza [Photocolorimetric methods of analysis] / N.S. Gerasimova – M.: MGTU im. Baumana, 2010. – 39 p. [in Russian]
14. GOST 31957-2012 Voda. Metody' opredeleniya shhelochnosti i massovoj koncentracii karbonatov i gidrokarbonatov (s Popravkoj) [GOST 31957-2012 Water. Methods for Determination of Alkalinity and Mass Concentration of Carbonates and Hydrocarbonates (Amended)]. – Introduced 2014-01-01. – M.: Standartinform, 2019. – 24 p. [in Russian]
15. GOST 31954-2012 Voda pit'evaya. Metody' opredeleniya zhestkosti (s Popravkoj) [GOST 31954-2012 Drinking water. Methods for determining stiffness (as amended)]. – Introduced 2014-01-01. – M.: Standartinform, 2018. – 13 p. [in Russian]
16. SanPiN 2.1.3684-21 "Sanitarno-e'pidemiologicheskije trebovaniya k sodержaniyu territorij gorodskix i sel'skix poselenij, k vodny'm ob'ektam, pit'evoj vode i pit'evomu vodosnabzheniyu, atmosfernomu vozduxu, pochvam, zhily'm pomeshheniyam, e'kspluatatsii proizvodstvenny'x, obshhestvenny'x pomeshhenij, organizatsii i provedeniyu sanitarno-protivoe'pidemicheskix (profilakticheskix) meropriyatij" (s izmeneniyami na 14 fevralya 2022 goda) [SanPiN 2.1.3684-21 "Sanitary and epidemiological requirements for the maintenance of urban and rural settlements, for water bodies, drinking water and drinking water supply, atmospheric air, soils, residential premises, operation of industrial, public premises, organization and conduct of sanitary and anti-epidemic (preventive) measures" (as amended on February 14, 2022)]. – Introduced 2021-03-01. – M.: PRAVO.GOV.RU, 2021. – 63 p. [in Russian]
17. SanPiN 1.2.3685-21 Gigienicheskie normativy' i trebovaniya k obespecheniyu bezopasnosti i (ili) bezvrednosti dlya cheloveka faktorov sredy' obitaniya [SanPiN 1.2.3685-21 Hygienic standards and requirements for ensuring the safety and (or) harmlessness of environmental factors for humans]. – Introduced 2021-03-01. – M.: PRAVO.GOV.RU, 2021. – 1025 p. [in Russian]