

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«МУРМАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Методические указания
к лабораторным работам

По дисциплине: Б1.В.02.ДВ.02.02 Методы разделения и концентрирования
указывается цикл (раздел) ОП, к которому относится дисциплина, название дисциплины

для направления подготовки (специальности) 04.04.01 Химия
код и наименование направления подготовки (специальности)

Физическая и коллоидная химия
наименование профиля /специализаций/образовательной программы

Квалификация выпускника, уровень подготовки магистр
(указывается квалификация (степень) выпускника в соответствии с ФГОС ВО)

Форма обучения: очная

Кафедра - разработчик: Химия
название кафедры - разработчика рабочей программы

Составитель – Деркач Светлана Ростиславовна, доктор химических наук,
профессор

Методические указания рассмотрены и одобрены на заседании кафедры химии,
протокол № 12 от 24.06.2019.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Концентрирование микроколичеств алюминия и железа из природных вод экстракцией 8-оксихинолином с последующим фотометрическим определением

Сущность метода

Метод основан на том, что оксихинолят алюминия количественно экстрагируется хлороформом в слабокислой среде (рН 4,35 – 4,5), окрашивая хлороформный слой в желтый цвет. Измерение поглощения алюминия проводят при $\lambda = 440$ нм. Железо (II) предварительно окисляют до трёхвалентного и экстрагируют в условиях, аналогичных извлечению алюминия. Хлороформный слой 8-оксихинолинолята железа окрашен в зелёный цвет. Измерение поглощения железа проводят при двух длинах волн 440 и 670 нм. Определение железа и алюминия в смеси основано на методе дифференциальной фотометрии.

Экстракционные методы применяют главным образом для предварительного отделения макро- и микроколичеств металлов, мешающих определению алюминия. После экстракции хлороформом купферонатов Fe, Cu, Ti и Zr из кислого раствора доводят рН раствора до 3,5 и экстрагируют алюминий. 8-оксихинолин образует с алюминием в области рН 4,5 – 10 внутриклеточное соединение $\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_3$, трудно растворимое в воде и хорошо растворимое в хлороформе. Экстракты $\text{Al}(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_3$ в органических растворителях устойчивы при хранении.

8-оксихинолин является групповым реагентом и вступает в реакцию со многими металлами, однако при соответствующем подборе маскирующих веществ метод с применением 8-оксихинолина может быть специфическим методом определения алюминия. В зависимости от реагентов, при помощи которых определяют алюминий, и от металлов, сопровождающих алюминий в анализируемом растворе, существует много вариантов метода.

Большие количества железа чаще всего отделяют экстракцией в виде хлоридных, роданидных, купфероновых и других комплексов. Перекись водорода в анализируемом растворе препятствует реакции 8-оксихинолина с титаном, ванадием, ниобием, ураном и церием. Цианид калия маскирует никель, кобальт, медь, цинк, кадмий, серебро, железо (II). При добавлении комплексона III или тартрата алюминий удерживается в растворе при таких значениях рН, при которых он обычно гидролизует. Присутствие комплексона III в исследуемом растворе не препятствует экстракции оксихинолината алюминия, если рН раствора выше 8. В аммиачном растворе, содержащем из маскирующих веществ только комплексон III, 8-оксихинолин вступает в реакцию, кроме алюминия, только с титаном, железом (III) и медью.

Тяжелые металлы предварительно можно отделить от алюминия посредством экстракции их в виде дитиокарбаматов или дитизонатов. Из экстракта оксихинолинатов алюминия, титана и циркония в хлороформе можно при рН 9,2 реэкстрагировать титан и цирконий раствором аммиака. Ванадий и титан отделяют от алюминия экстракцией хлороформом в виде купферонатов из 2 н. серной кислоты.

Алюминий можно определять косвенным методом с применением 8-оксихинолина без экстракции. Алюминий осаждают 8-оксихинолином и отфильтровывают, осадок промывают, растворяют в соляной кислоте и измеряют поглощение кислого раствора оксихинолината.

Приготовление стандартных растворов соли алюминия и железа

Для приготовления раствора алюминия растворяют 1,759 г алюмокалиевых квасцов $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ марки «ч.д.а.» в дистиллированной воде и разбавляют раствор до 1 л; 1 мл

полученного раствора содержит 0,1 мг алюминия. При определении очень малых количеств алюминия применяют в 10 раз более разбавленный раствор, в 1 мл которого содержится 0,01 мг алюминия. Стандартный раствор, содержащий 0,1 мг/мл железа (III) готовят растворением 0,2153 г железоаммонийных квасцов $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ в мерной колбе на 0,25 л в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют 2 мл концентрированной серной кислоты (плотность 1,84 г/см) для предотвращения гидролиза и доводят водой до метки.

Построение градуировочных графиков

Построение градуировочного графика для определения алюминия. Для приготовления серии стандартных растворов алюминия в делительную воронку объемом 100 мл наливают 3,0 мл раствора 8-оксихинолина в хлороформе, 10 мл ацетатного буферного раствора с $\text{pH} = 4,5$ и отмеренный объем стандартного раствора соли алюминия с концентрацией 0,1 мг/мл. Соответственно, в первую делительную воронку – 0 мл (раствор сравнения); в каждую следующую – 1 мл; 2 мл; 3 мл; 4 мл, 5 мл, 6 мл. Растворы в воронках энергично встряхивают точно 3 мин. В результате образуется оксихинолят алюминия желтого цвета. Для достижения состояния равновесия дают постоять эмульсии 2 минуты. После разделения слоёв переносят нижний окрашенный хлороформный слой в кювету фотоколориметра с толщиной слоя 1 мм и измеряют оптическую плотность при $\lambda = 440$ нм.

Построение градуировочного графика для определения железа. Для приготовления серии стандартных растворов железа в делительную воронку объемом 100 мл наливают 3,0 мл раствора 8-оксихинолина в хлороформе, 10 мл ацетатного буферного раствора с $\text{pH} = 4,5$ и отмеренный объем стандартного раствора соли железа с концентрацией 0,1 мг/мл. В первую делительную воронку – 0 мл (раствор сравнения); в каждую следующую – 0,5 мл; 1 мл; 1,5 мл; 2 мл, 3 мл. Растворы в воронках энергично встряхивают в течение 3 мин.

В результате образуется оксихинолят железа зеленого цвета. Для достижения состояния равновесия дают постоять эмульсии 2 минуты. После разделения слоёв переносят нижний окрашенный хлороформный слой в кювету фотоколориметра с толщиной слоя 1 мм и измеряют оптическую плотность при $\lambda = 440$ нм и $\lambda = 670$ нм.

Ход анализа

Отбирают в делительную воронку объёмом 250-500 мл точно 200 мл водопроводной воды с концентрацией алюминия в пределах от 1 до 70 мг и железа 5-30 мг и прибавляют несколько кристаллов персульфата аммония, перемешивают стеклянной палочкой до растворения. Дают раствору постоять несколько минут. Затем приливают 3 мл 2 %-ного раствора 8-оксихинолина в хлороформе, 10 мл ацетатного буферного раствора с $\text{pH} 4,5$ (для его приготовления смешивают 102 мл 1 М раствора уксусной кислоты с 98 мл 1 М раствора ацетата натрия и доводят водой до 1 л). Смесь интенсивно встряхивают в течение 3 минут. Малые концентрации алюминия извлекаются практически полностью в ходе одной экстракции. Дают постоять эмульсии до разделения слоёв и затем переносят нижний, окрашенный слой оксихинолята железа и алюминия в кювету. Для увеличения степени извлечения железа и алюминия проводят повторную экстракцию. Экстракты объединяют, перемешивают и фотометрируют в кювете фотоколориметра с толщиной слоя в 1 мм при длинах волн 440 и 670 нм. В качестве раствора сравнения используют нулевой раствор. Содержание алюминия и железа находят по градуировочным графикам.

При фотометрическом анализе органических веществ значительна погрешность анализа из-за испарения веществ. Чтобы её уменьшить, органический слой сливают в кювету

и закрывают крышкой. Содержание алюминия и железа в водопроводной воде рассчитывают, вычитая из результата анализа исследуемой пробы результат холостого опыта, проведенного параллельно через все аналитические операции, т.е. концентрирования и последующего определения.

Используя приложение, оцените, превышает ли содержание элементов в водопроводной воде их ПДК?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Экстракционно–фотометрическое определение меди из природных вод диэтилдитиокарбаматом свинца

Медь встречается в природных водах как в виде ионов Cu^{2+} , так и в виде комплексных соединений с различными органическими веществами. Содержание меди в природных водах обычно не превышает нескольких мкг/л. Медь относится к числу тех металлов, которые обладают хромоформными свойствами, поэтому среди многочисленных фотометрических методов определения меди имеются как методы, основанные на использовании окрашенных реагентов с хромоформными группами, так и методы, в которых применяют бесцветные реагенты. Большинство методов характеризуется высокой селективностью.

Сущность метода

При взбалтывании раствора, содержащего ионы меди, с бесцветным раствором диэтилдитиокарбамата свинца $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NCS}_2)_2\text{Pb}$ в тетрахлориде углерода (или хлороформе) происходит замещение свинца медью и образовавшийся диэтилдитиокарбамат меди в слое органического растворителя окрашивает этот слой в желто-коричневый цвет.

Реакцию можно проводить в довольно кислой среде ($\text{pH} = 1 - 1,5$). В этих условиях в слой органического растворителя переходит только висмут, ртуть и серебро, но последние два элемента образуют с применяемым реагентом бесцветные соединения. Окраска соединения висмута становится заметной только при концентрации висмута, превышающей 3 мкг/л, что встречается редко. Если содержание висмута выше указанного, то следует взболтать полученный раствор диэтилдитиокарбаматов в органическом растворителе в течение 0,5 минут с 25 мл 5 - 6 н. раствора соляной кислоты. Соединение висмута разрушится, и он перейдет в водный раствор, а соединение меди останется в органическом слое.

Метод экстракции меди с диэтилдитиокарбаматом позволяет определять только двухвалентную медь, которая находится в растворе в виде простых ионов. Если требуется определить общее содержание меди, проводят предварительное разрушение органических соединений меди.

Приготовление стандартного раствора соли меди и раствора диэтилдитиокарбамата свинца

Стандартный раствор, содержащий 3 мкг/мл меди, готовят разбавлением стандартного раствора медного купороса с титром 0,15 мг/мл. Для этого отбирают аликвоту 1 мл стандартного раствора соли меди в мерную колбу объемом 0,05 л и доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают.

Для приготовления раствора диэтилдитиокарбамата свинца в тетрахлориде углерода в делительную воронку вместимостью 500 мл помещают 50-100 мл дважды перегнанной воды,

прибавляют 0,1 г ацетата свинца (х.ч.), перемешивают до растворения соли и вводят в раствор 0,1 г диэтилдитиокарбамата натрия. Образуется белый осадок диэтилдитиокарбамата свинца. В делительную воронку приливают 250 мл тетрахлорида углерода и взбалтывают. Осадок растворяется в тетрахлориде углерода. Водный слой отбрасывают, органический слой фильтруют, собирая его в мерную колбу вместимостью 500 мл.

Разбавив полученный раствор тетрахлоридом углерода до метки, переносят его в склянку из тёмного стекла. В такой склянке реактив может сохраняться 3 месяца.

Построение градуировочного графика

Для приготовления серии стандартных растворов в делительные воронки объемом 100 мл наливают отмеренный объём стандартного раствора соли меди с концентрацией 3 мкг/мл (соответственно в первую воронку 0 мл (холостой раствор), во вторую – 2 мл, в каждую следующую 4 мл; 6 мл; 8 мл), после чего прибавляют 50 мл дистиллированной воды. Затем добавляют 5 капель соляной кислоты (1:1) и 2 мл раствора диэтилдитиокарбамата свинца в четырёххлористом углероде.

Всё содержимое воронки энергично взбалтывают точно в течение двух минут, оставляют до разделения слоёв и сливают органический нижний слой в сухую кювету с толщиной слоя 3 мм, накрывают сверху крышкой и сразу фотометрируют (т.к. четырёххлористый углерод испаряется) при длине волны $\lambda = 440$ нм (синий светофильтр). В качестве раствора сравнения используют холостой раствор.

Ход анализа

Отбирают в делительную воронку объемом 500 мл водопроводной воды 200 мл, с содержанием меди в пределах от 10 до 15 мг. Затем добавляют 5 капель соляной кислоты (1:1) и 2 мл раствора диэтилдитиокарбамата свинца в четырёххлористом углероде. Всё содержимое воронки энергично взбалтывают точно в течение двух минут, оставляют до разделения слоёв и, после сливают органический нижний слой в кювету с толщиной слоя 3 мм, накрывают сверху крышкой и сразу фотометрируют относительно холостого раствора при длине волны $\lambda = 440$ нм.

Содержание меди в водопроводной воде рассчитывают, вычитая из результата анализа исследуемой пробы результат холостого опыта, проведённого параллельно через все аналитические операции, т.е. концентрирования и последующего определения.

Часто в водопроводной воде содержатся в больших количествах поверхностно-активные вещества, замедляющие процесс разделения слоев. Для устранения этого влияния в анализируемую пробу добавляют несколько кристаллов безводного сульфата натрия.

Используя приложение, оцените, превышает ли ПДК найденное содержание меди в водопроводной воде?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Определение динамической обменной ёмкости (ДОЕпр) и полной динамической обменной ёмкости (ПДОЕ) ионита КУ-2-8 по извлечению ионов меди

Навеску в 10 г воздушно-сухого ионита КУ-2-8 в Н⁺-форме помещают в ионообменную колонку с внутренним диаметром 12–15 мм и высотой 25–30 см. Заливают

водой и оставляют на несколько часов для набухания. После этого в колонку заливают стандартный 0,25 н. раствор соли меди. Раствор пропускают через колонку с постоянной скоростью, равной 1 капле в секунду. Элюат собирают отдельными порциями в мерные пробирки по 10 мл и количественно переносят в колбы для титрования. В каждой порции фильтрата йодометрически определяют количественное содержание меди. Первые порции фильтрата отбирают по 5 мл до появления ионов меди в фильтрате, т.е. до проскока, в последующем для анализа отбирают по 10 мл фильтрата. Суммарный объем до проскока ионов меди в элюате определяет рабочую обменную емкость ионита. Фильтрацию раствора через сорбент прекращают, когда содержание насыщающего иона в фильтрате станет равным его содержанию в исходном растворе.

Для регенерации ионита через колонку пропускают 20 %-ный раствор серной кислоты со скоростью 1 капля в секунду. После промывают сорбент дистиллированной водой до нейтральной реакции по универсальной индикаторной бумаге.

Для йодометрического определения меди к фильтрату добавляют 4 мл 2н раствора серной кислоты и 5 мл 20 %-ного раствора КJ. Смесь в колбе накрывают часовым стеклом и ставят в темное место на 10 минут для завершения реакции, т.е. до полного окисления йодид – иона в свободный йод. Выделившийся йод оттитровывают стандартным 0,25 н раствором тиосульфата натрия до перехода темно-бурой окраски в соломенно-желтую. Затем приливают в колбу 3,0 мл свежеприготовленного раствора крахмала и быстро, о по каплям заканчивают титрование, признаком чего служит исчезновение синей окраски крахмала от одной избыточной капли тиосульфата. При отсутствии крахмала добавляют 2-3 капли бензола и титруют до перехода розовой окраски органического слоя в молочную. Замеряют и записывают объем затраченного на титрование раствора тиосульфата натрия. По закону эквивалентов вычисляют остаточную концентрацию ионов меди в фильтрате, моль/л.

Концентрацию ионов меди в сорбенте рассчитывают по разности исходной и равновесной (в элюате) концентраций ионов меди в растворе. Для установления исходной концентрации ионов меди в растворе оттитровывают 10 мл стандартного раствора меди тиосульфатом с индикатором (крахмалом или бензолом) по известной методике. Полученные данные вносят в таблицу 1.

Таблица 1. Форма представления результатов

№ опыта	V элюата, мл	V титранта, мл	C (Cu ²⁺) в элюате, моль/л	C (Cu ²⁺) в сорбенте, моль/л	v (Cu ²⁺) в сорбенте, моль
1					
2					Σ =
...					

По полученным результатам строят выходную кривую сорбции, откладывая по оси абсцисс объем фильтрата в мл от начала опыта, а по оси ординат – остаточную концентрацию ионов меди в фильтрате (ммоль/л) (рисунок 1).

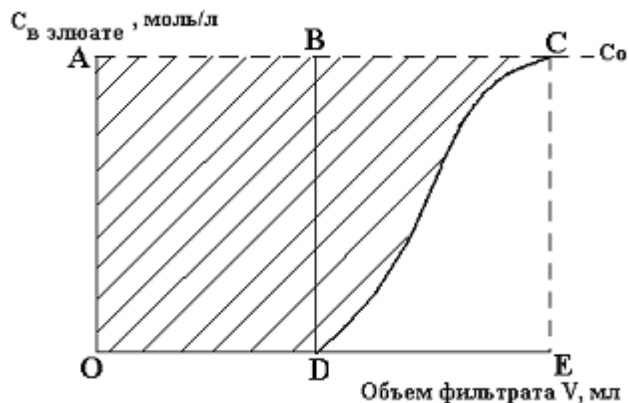


Рис. 1. Общий вид выходной кривой сорбции ионов на ионите в динамических условиях

По полученным данным рассчитайте ДОЕ_{пр} и ПДОЕ по формулам (1) и (2).

$$\text{ДОЕ}_{\text{пр}} = \frac{C_0 \cdot V_{\text{пр}}}{m} \quad (1)$$

где C_0 – исходная концентрация элемента, моль/л;

$V_{\text{пр}}$ – объем раствора, пропущенный через ионит до появления ионов в фильтрате, т.е. до проскока, л;

m – масса воздушно-сухого сорбента, г.

$$\text{ПДОЕ} = \frac{(V_{\text{ф}} \cdot C_0 - \sum V_{\text{п}} \cdot C_{\text{п}})}{m} \quad (2)$$

где $V_{\text{ф}}$ – общий объем раствора, пропущенный через ионит до уравнивания концентраций ионов в фильтрате и исходном растворе, л;

C_0 – исходная концентрация элемента, моль/л;

$V_{\text{п}}$ – объем порции фильтрата после появления ионов (проскока), л;

$C_{\text{п}}$ – концентрация раствора в порции фильтрата после проскока, моль/л;

m – масса воздушно-сухого сорбента, г.

По значениям ДОЕ_{пр} и ПДОЕ можно судить о селективности и кинетических характеристиках сорбента к данному иону. Чем ближе значения, тем лучше кинетические характеристики сорбента.

Сделайте вывод об ионообменных и кинетических свойствах сорбента по извлечению ионов меди.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

Концентрирование микроколичеств железа из природных вод сосаждением с карбонатом кальция и последующим колориметрическим определением железа с сульфосалициловой кислотой

В природных водах железо содержится в виде соединений Fe (II) и Fe(III). Содержание железа может колебаться от тысячных долей до десятков миллиграммов в одном литре. Железо (III) в водах обычного состава присутствует в форме неорганических и органических

коллоидов. В водах, содержащих цианид-ион, железо (III) может существовать в виде комплекса $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$, который концентрируют соосаждением с карбонатом кальция и в последующем определяют колориметрическим роданидным методом. В кислых водах железо (III) присутствует в ионной форме, концентрацию которого определяют комплексонометрическим методом.

Железо (II) в природных водах обычно встречается в ионном виде и в более высоких концентрациях, чем железо (III). Соединения железа (II) в присутствии кислорода легко окисляются и железо выпадает в осадок в виде гидроксида $\text{Fe}(\text{OH})_3$. По этой причине определение железа (II) должно выполняться сразу после отбора пробы. В отсутствие возможности выполнения определений на месте отбора проб, их следует консервировать. Для этого пробы подкисляют раствором соляной кислоты (1:1) из расчета 10 мл раствора соляной кислоты на 250 мл отобранной пробы воды. Консервированные пробы можно хранить в холодильнике до 72 часов.

Малые количества железа (II) определяют колориметрическим методом с α -, α_1 -дипиридилем; с красной кровяной солью. Большие количества железа (II) определяют перманганатометрическим или комплексонометрическим титрованием.

Концентрирование ионов железа (III)

Сущность метода

Осадок карбоната кальция, выпадающий в результате прибавления в исследуемый раствор сначала хлорида кальция (носителя), а затем карбоната натрия (осадителя), является коллектором присутствующих в природных водах катионов (железа, меди, серебра, свинца, цинка и др.) и анионов (VO_3^- , MoO_4^{2-} , NbO_3^-).

Мельчайшие частицы карбоната кальция обладают огромной поверхностью захвата, поэтому извлечение микроэлементов достигается быстрее, чем при использовании других соосаждителей. Осадок карбонатов легко растворяется в кислотах. Присутствие кальция обычно не мешает определению других элементов. Соосаждение целесообразно проводить в два приема. Сначала в раствор, содержащий хлорид кальция, прибавляют половину того количества карбоната натрия, которое необходимо для осаждения кальция.

При этом образуются в достаточной концентрации коллоидные частицы, быстро захватывающие извлекаемые элементы. Затем добавляют остальное количество осадителя, при этом происходит коагуляция и быстрое выпадение осадка. В полученном осадке определяют соосажденные микроэлементы. Железо анализируют колориметрическим методом.

Ход анализа

В стакан ёмкостью 0,7 л приливают 0,5 л водопроводной воды, добавляют 10 мл 1 н. раствора хлорида кальция, перемешивают, затем приливают 15 мл 0,5 н. раствора карбоната натрия при энергичном перемешивании раствора в стакане в течение 3 минут стеклянной палочкой, либо электрической или магнитной мешалкой. После отстаивания в течение 5 минут приливают при перемешивании ещё 15 мл раствора карбоната натрия.

Полученный раствор с осадком оставляют на 1,5–2 ч. После того, как произошло полное отстаивание, раствор осторожно сливают. Осадок растворяют в 5 мл 10 % раствора соляной кислоты. В полученном растворе – концентрате определяют содержание железа колориметрическим методом.

Для этого жидкий концентрат количественно переносят в мерную колбу объемом 50 мл, добавляют 5 мл 10 % раствора сульфосалициловой кислоты, 5 мл 10 % раствора аммиака для создания pH 10 и разбавляют дистиллированной водой до метки. Содержимое колбы тщательно перемешивают и фотометрируют в кюветах с толщиной слоя 5 мм при длине волны $\lambda = 400$ нм. В качестве раствора сравнения используют холостой раствор. Содержание железа (III) находят по градуировочному графику.

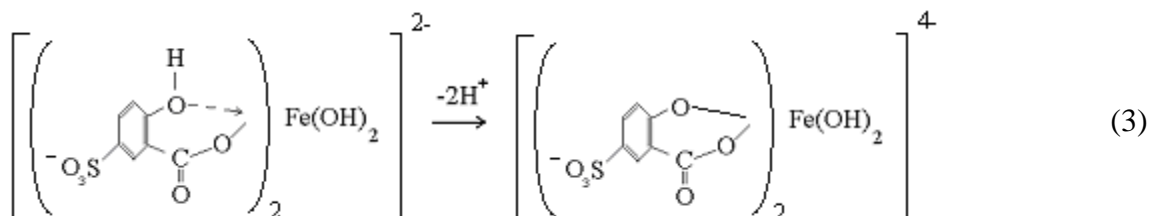
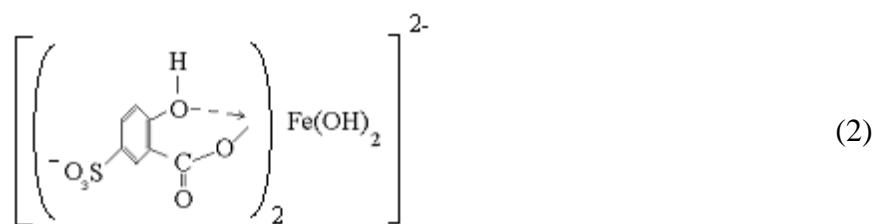
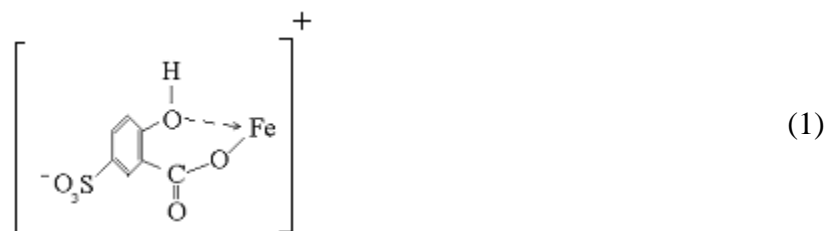
Колориметрическое определение ионов железа (III) с сульфосалициловой кислотой

Сущность метода

Колориметрическое определение железа (III) с сульфосалициловой кислотой основано на образовании ряда окрашенных комплексов в зависимости от кислотности среды. При pH 1,8–2,5 образуется красно-фиолетовый катионный комплекс (1), имеющий полосу поглощения с $\lambda_{\text{max}} = 510$ нм и $\epsilon_{\text{max}} = 1,8 \cdot 10^3$. При увеличении pH до 4 раствор приобретает красно-бурую окраску, соответствующую образованию анионного бис-комплекса (2).

В щелочных средах при pH 9–11,5 образуется комплекс желтого цвета с полосой поглощения $\lambda_{\text{max}} = 400$ нм и $\epsilon_{\text{max}} = 5,8 \cdot 10^3$. При pH больше 12 происходит его разложение с выпадением в осадок гидроксида железа. Образование комплексного соединения в щелочной среде связано с депротонированием бис-комплекса (3).

В результате упрочнения связи атома железа с фенольным кислородом происходит сдвиг полосы поглощения бис-комплекса в коротковолновую область спектра. Т.к. в щелочной среде железо (II) легко окисляется в железо (III), с помощью сульфосалициловой кислоты можно определять сумму Fe (II) и Fe (III).



Приготовление стандартного раствора соли железа

Стандартный раствор, содержащий 0,1 мг/мл железа (III), готовят растворением 0,2153 г железосалицилатных квасцов $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ в мерной колбе на 0,25 л в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют 2 мл концентрированной серной кислоты (плотность 1,84 г/см) для предотвращения гидролиза и доводят водой до метки.

Построение градуировочного графика

Для приготовления серии стандартных растворов в мерные колбы объемом 50 мл наливают отмеренный объем стандартного раствора соли железа (III) с концентрацией 0,1 мг/мл. Соответственно, в первую колбу – 0 мл, во вторую – 1 мл, в каждую следующую 2 мл; 3 мл; 4 мл; 5 мл. Затем приливают 5 мл 10 % раствора сульфосалициловой кислоты, 5 мл 10 % раствора аммиака (для создания рН = 10) и доводят объем раствора водой до метки. Содержимое колбы перемешивают и фотометрируют через 5 минут на КФК – 2 МП в кюветах с толщиной слоя 5 мм при длине волны $\lambda = 400$ нм. В качестве раствора сравнения используют холостой раствор. Строят график зависимости оптической плотности раствора от концентрации ионов железа (III).

Содержание железа в природной воде рассчитывают, вычитая из результата анализа исследуемой пробы результат холостого опыта, проведенного параллельно через все аналитические операции, т.е. концентрирования и последующего определения.