

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

УДК 543.3.543.42.543.422.628.1

DOI 10.26456/vtchem2025.4.7

СРАВНЕНИЕ МЕТОДИК ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА В ПИТЬЕВОЙ ВОДЕ ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ И АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫМИ МЕТОДАМИ

¹С.В. Агапитов, ¹М.А. Феофанова, ²Е.Г. Кекина

¹ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет», г.Тверь

²ФГБОУ ДПО «Российская медицинская академия непрерывного профессионального образования Минздрава России», г. Москва

В представленной работе проведены исследования на содержание железа в питьевой воде с помощью титриметрического и атомно-абсорбционного методов. Целью работы было сравнить эффективность титриметрического и атомно-абсорбционного методов при определении содержания железа в питьевой воде, оценить их точность, чувствительность, время анализа и влияние внешних факторов. Выявлены преимущества и недостатки двух методов определения.

Ключевые слова: железо, питьевая вода, титриметрический анализ, атомно-абсорбционный анализ.

Введение

Железо является одним из наиболее распространенных элементов в природе и играет важную роль в процессах водоснабжения. В питьевой воде оно присутствует в различных формах – в растворенном виде (двух- и трехвалентное железо), в виде коллоидных соединений, а также в составе сложных органических комплексов. Несмотря на его биологическую значимость для организма человека, превышение допустимой концентрации железа в воде может приводить к нежелательным последствиям: ухудшению органолептических свойств воды (желтоватый оттенок, металлический привкус), образованию осадков, засорению водопроводных труб и негативному воздействию на бытовую технику [1]. Существует несколько методов определения железа в воде, среди которых титриметрический и атомно-абсорбционный методы занимают важное место. В данной работе проводилось сравнение этих двух методик, мы выявили их преимущества и недостатки, определили наиболее оптимальные условия применения каждого метода и оценили их эффективность в зависимости от конкретных задач анализа. В работе рассматриваются основные

принципы титриметрического и атомно-абсорбционного методов определения железа, их возможности и ограничения, а также проводится сравнительный анализ полученных результатов при исследовании питьевой воды [2, 3].

Титриметрический метод основан на химическом взаимодействии железа с реагентами, приводящем к изменению окраски раствора, что позволяет провести визуальное или инструментальное определение концентрации. Этот метод является относительно простым в исполнении и не требует сложного оборудования, что делает его доступным для рутинного лабораторного контроля. Однако он обладает рядом ограничений, связанных с чувствительностью, влиянием посторонних примесей и возможностью появления субъективных погрешностей при определении конечной точки титрования [4].

Принцип работы:

1. Железо в пробе окисляют (например, с Fe^{2+} до Fe^{3+}).
2. Добавляют индикатор (обычно тиогликолевую кислоту или ортофенантролин).
3. Выполняют титрование стандартным раствором перманганата калия (KMnO_4) или дихромата калия ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).
4. Определяют содержание железа по объему израсходованного титранта.

Данный метод не требует сложного оборудования, его можно проводить в полевых условиях, при этом он имеет достаточно высокую точность (до 0,1 мг/л). Однако при этом у него относительно низкая чувствительность – не позволяет определять очень малые концентрации (менее 0,05 мг/л). Также возможны помехи от других окислителей и восстановителей в воде. При этом метод требует визуального определения точки эквивалентности, что снижает объективность измерений [5].

Атомно-абсорбционный метод, в свою очередь, представляет собой более современный и точный способ определения железа. Он основан на способности атомов железа поглощать электромагнитное излучение на строго определенной длине волны, что позволяет количественно определить содержание элемента в образце. Этот метод отличается высокой чувствительностью и селективностью, что делает его особенно полезным при анализе воды с низкими концентрациями железа, а также в случаях, когда требуется минимизировать влияние сопутствующих элементов. Однако его использование требует специального оборудования – атомно-абсорбционного спектрофотометра, что делает его менее доступным для небольших лабораторий и в полевых условиях [6].

Принцип работы:

1. Проба воды или другого вещества готовится к анализу путем разведения, фильтрации или обработки реагентами.
2. Пробу помещают в специальный автосамплер или непосредственно вводят в прибор.
3. В атомизаторе происходит превращение анализируемого вещества в атомное состояние.
4. В спектрофотометре «МГА-1000» используется электротермическая атомизация в графитовой печи.
5. Графитовая печь последовательно проходит стадии:

Сушка: удаление влаги (100–150°C).

Пиролиз: разрушение органических компонентов (300–1200 °C).

Атомизация: образование свободных атомов (до 3000 °C).

Очищение: удаление остатков из печи.

6. Через облако атомов пропускается монохроматический свет от источника излучения (например, полых катодных ламп).
7. Излучение проходит через атомное облако, и свободные атомы элемента поглощают свет на определенной длине волны.
8. Свет проходит через монохроматор, который выделяет только ту длину волны, которая соответствует анализируемому элементу.
9. Таким образом устраняются помехи от излучений других элементов.
10. Поглощенный свет регистрируется фотодетектором, обычно фотомножителем.
11. Интенсивность поглощенного света пропорциональна концентрации элемента в пробе.
12. Сигнал с фотодетектора преобразуется в электрический сигнал и передается на компьютер.
13. Программное обеспечение рассчитывает концентрацию элемента по калибровочной кривой.
14. Результаты отображаются на экране и могут быть сохранены для отчета.

Экспериментальная часть

В рамках экспериментального исследования были отобраны три образца питьевой воды из разных источников: водопроводная, колодезная и бутилированная вода. Их физико-химические свойства были проанализированы для оценки качества и влияния различных факторов на содержание железа.

Для проведения титриметрического анализа использовалось следующее оборудование, стандарты и реактивы:

Реактивы:

Перманганат калия (KMnO_4) — титрант, стандартный раствор.

Сульфат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ — для растворения образца железа.

Серная кислота (H_2SO_4) — для создания кислой среды.

Вода дистиллированная — для разведения растворов.

Концентрированная соляная кислота (HCl) — для восстановления железа.

Оборудование

Бюретка.

Колба для титрования.

Пастеровские Пипетки.

Мерные цилиндры.

Порцию воды (100 мл) переливали в титровальную колбу. В раствор образца добавляли 20 г сульфата аммония $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Обычно этого хватает, чтобы железо оставалось в виде Fe^{2+} (двухвалентное железо). К раствору добавляли серную кислоту (H_2SO_4) для создания кислой среды (20 мл на 100 мл раствора). Это предотвращает восстановление железа в тривалентную форму (Fe^{3+}) и способствует точному титрованию. Для титранта готовился стандартный раствор перманганата калия с концентрацией 0,01 М.

После титрования зафиксировали объем перманганата калия, использованный для титрования (20 мл). Далее рассчитали содержание железа с учетом концентрации титранта.

Формула для расчета:

$$C_{\text{Fe}} = \frac{V_{\text{KMnO}_4} * C_{\text{KMnO}_4} * f_{\text{Fe}}}{V_{\text{образец}}},$$

где $C(\text{Fe})$ — концентрация железа в образце.
 $V(\text{KMnO}_4)$ — объем использованного титранта.
 $C(\text{KMnO}_4)$ — концентрация титранта.
 f_{Fe} — коэффициент, учитывающий соотношение железа и перманганата.

$V(\text{образец})$ — объем анализируемого образца.

Использованный объем титранта (перманганата калия) для колодезной воды составил 0,002 л (2 мл).

Концентрация перманганата калия — 0,02 М,

Объем анализируемого образца — 0,1 л (100 мл),

Коэффициент реакции — 5.

$C(\text{Fe}) = 0,002 \text{ л} * 0,02 \text{ М} * 5 / 0,1 \text{ л} = 0,00002 \text{ г/л}$

Концентрация железа в образце **колодезной воды** составляет 0,00002 г/л.

Для расчета массы железа в образце (в миллиграммах или граммах) можно умножить концентрацию на объем образца:

$$m_{Fe} = C_{Fe} * V_{образец}$$

где $m(Fe)$ — масса железа в образце (в мкг)

$C(Fe)$ — концентрация железа в г/л

$V(образец)$ — объем образца в литрах.

Масса железа составит:

$$m(Fe) = 0,00002 \text{ г/л} * 0,1 \text{ л} = 0,000002 \text{ г} = 2 \text{ мкг}$$

Таким образом, масса железа в образце будет **2 мкг**.

По приведенным выше формулам была рассчитана концентрация и масса железа в образцах **водопроводной** и **бутилированной воды**, что составило **0,2 мкг** и **0,004 мкг** соответственно.

Методика атомно-абсорбционного определения железа:

Лабораторное оборудование:

Пробирки, колбы, дозаторы, фильтры, мерная посуда.
Фильтр для очистки воды от взвешенных частиц перед анализом.
Атомно-абсорбционный спектрометр «МГА-1000»

Реактивы:

Стандартные растворы сульфата железа ($FeSO_4$) для калибровки.
Разбавленная соляная кислота (HCl) для стабилизации железа в пробах.
Деионизированная вода для приготовления растворов.

Настройка атомно-абсорбционного спектрофотометра:

Исследование проводили с использованием атомно-абсорбционного спектрометра «МГА-1000». Объем образца для анализа составил 10–20 мкл. Подключается лампа с катодом, содержащим железо, которая используется в качестве источника света. Устанавливается длина волны, соответствующая железу (для железа это 248,3 нм). Калибруется спектрофотометр с использованием стандартных растворов железа. Для этого измеряется поглощение света растворами с известной концентрацией железа, чтобы построить калибровочную кривую.

Температурный режим графитовой печи (если используется):

Сушка: **100–120°C**

Обугливание: **600–900°C**

Атомизация: **2000–2500°C**

Для приготовления стандартных растворов использовали сульфат железа (II) FeSO_4 . Сульфат железа (II) является предпочтительным, так как его раствор стабильнее в водных растворах, и железо в нем находится в ионной форме Fe^{2+} . Для построения калибровочной кривой приготовили стандартные растворы железа (в виде сульфата железа FeSO_4) с концентрациями 0,1, 1, 5, 10 мг/л.

Для водного образца, содержащего железо, после фильтрации добавляли 1 мл 1% раствора азотной кислоты (HNO_3) на 100 мл образца воды, чтобы предотвратить окисление и осаждение железа. Пробный раствор вводили в атомизатор. Спектрофотометр измеряет интенсивность поглощения света в соответствующей области спектра, что пропорционально концентрации атомов железа в образце.

Для анализа определили калибровочную кривую, на которой откладывается поглощение стандартных растворов железа на оси ординат и их концентрации на оси абсцисс. Концентрацию железа в образце определяли путем сравнения измеренного поглощения с калибровочной кривой. По данным, полученным с калибровочной кривой, рассчитывали концентрацию железа в исследуемом образце. Для этого используется линейная зависимость между концентрацией железа и интенсивностью поглощения света.

1. Расчет концентрации железа:

$$C_{Fe} = \frac{A - A_0}{k}$$

где:

C_{Fe} — концентрация железа в образце (мг/л)

A — оптическая плотность анализируемого раствора

k — угловой коэффициент калибровочного графика (мг/л на единицу оптической плотности)

2. Расчет для бутилированной воды:

$C(\text{Fe}) = 0,0073$ мг/л

Расчет для колодезной воды:

$C(\text{Fe}) = 0,071$ мг/л

Расчет для водопроводной воды:

$C(\text{Fe}) = 0,025$ мг/л

Масса железа в образцах:

Расчет для бутилированной воды (объем проб 100 мл):

$m(\text{Fe}) = 0,73 \text{ мкг}$

Расчет для колодезной воды:

$m(\text{Fe}) = 7,1 \text{ мкг}$

Расчет для водопроводной воды:

$m(\text{Fe}) = 2,5 \text{ мкг}$

Для сравнения результатов были вычислены средние значения для каждой пробы воды. Результаты представлены в таблице 1:

Таблица 1.

Результаты измерений различными методами

Тип воды	ААС-метод (мг/л)	Титриметрический метод (мг/л)	Разница (%)
Водопроводная	0,071	0,054	23,9%
Колодезная	0,073	0,067	8,2%
Бутилированная	0,0025	0,0043	-42,0%

Для оценки статистической значимости различий между методами использовалась программа GraphPad Prism. В ходе анализа были проведены:

t-тест для независимых выборок – для сравнения средних значений концентрации железа, полученных титриметрическим и атомно-абсорбционным методами.

Анализ дисперсии (ANOVA) – для оценки значимости различий между группами (типами воды).

Корреляционный анализ – для определения степени согласованности между методами.

Результаты статистического анализа показали, что разница между методами была статистически значимой ($p < 0,05$), что подтверждает более высокую точность ААС. Также было выявлено, что содержание железа значительно выше в колодезной и водопроводной воде по сравнению с бутилированной ($p < 0,01$).

Обсуждение результатов

Атомно-абсорбционный метод показал более высокие значения содержания железа по сравнению с титриметрическим методом, особенно в водопроводной воде. Титриметрический метод имеет тенденцию к занижению концентрации железа, особенно при низких значениях [7]. Результаты статистического анализа показали, что разница

между методами была статистически значимой ($p < 0,05$), что подтверждает более высокую точность ААС.

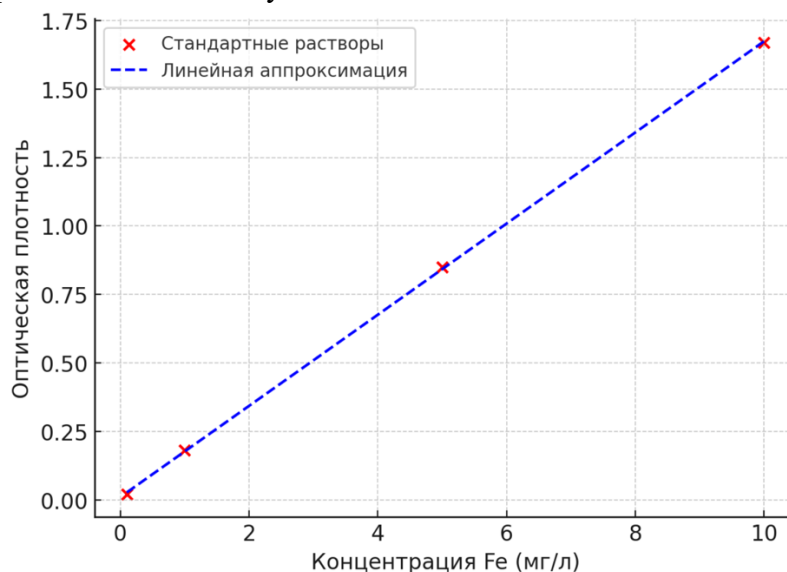


Рис.1. Концентрации железа в различных образцах воды, измеренные с помощью атомно-абсорбционного анализа

Также было выявлено, что содержание железа значительно выше в колодезной и водопроводной воде по сравнению с бутилированной ($p < 0,01$) (рис. 2).

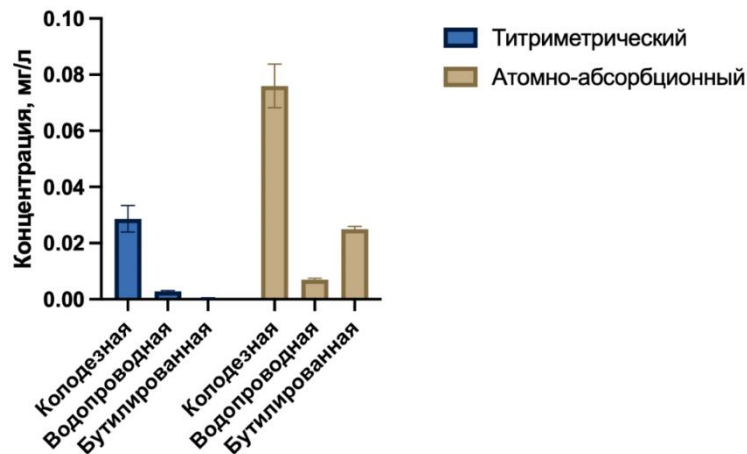


Рис. 2. Сравнение концентраций проб, измеренных с помощью титриметрического и атомно-абсорбционного методов

Таким образом, измерения показали, что уровень железа в анализируемых пробах воды варьируется в зависимости от источника водоснабжения, что подтверждает влияние факторов, таких как состав почвы и водоемов, а также методов очистки воды [8]. Во-вторых, результаты атомно-абсорбционного анализа продемонстрировали более высокую точность и надежность по сравнению с титрованием, что позволяет с высокой степенью уверенности определять содержание железа даже в низких концентрациях. В-третьих, в пробах с колодезной водой было зафиксировано превышение предельно допустимых норм содержания железа, что может свидетельствовать о недостаточной очистке воды или ее отсутствии. Это требует принятия мер по улучшению качества воды и возможно внедрения дополнительных этапов очистки на водоочистных станциях. Важно отметить, что данные исследования подчеркивают необходимость регулярного мониторинга содержания железа в питьевой воде для предотвращения потенциальных рисков для здоровья населения, связанных как с дефицитом, так и с избыточным содержанием железа [9].

Заключение

В ходе эксперимента было установлено, что атомно-абсорбционный метод является более точным и чувствительным по сравнению с титриметрическим методом. Средние значения концентрации железа в воде, полученные с помощью ААС, показали, что железа в водопроводной и колодезной воде больше, чем в бутилированной. Концентрации железа (среднее значение) в исследуемых образцах воды (по результатам ААС) составили:

Водопроводная вода — 0,071 мг/л,

Колодезная вода — 0,073 мг/л,

Бутилированная вода — 0,0025 мг/л.

В то время как титриметрический метод дал следующие результаты:

Водопроводная вода — 0,054 мг/л,

Колодезная вода — 0,067 мг/л,

Бутилированная вода — 0,0043 мг/л.

Эти данные подтверждают, что титриметрический метод дает несколько заниженные значения концентрации железа, особенно при его низких уровнях, что может повлиять на точность анализа, особенно в случае с водой низкой минерализации, такой как бутилированная вода. При этом оба метода показали, что содержание железа в питьевой воде не превышает допустимые нормы, установленные санитарными стандартами (0,3 мг/л).

Список литературы:

1. Мысякин А. Е., Королик В. В. Зависимость качества питьевой воды от режимов водопользования и типов водопроводных труб //Гигиена и санитария. – 2010. – №. 6. – С. 33-35.
2. Mitchell Jr J. Karl Fischer reagent titration //Analytical Chemistry. – 1951. – Т. 23. – №. 8. – С. 1069-1075.
3. Robinson J. W. Atomic absorption spectroscopy //Analytical Chemistry. – 1960. – Т. 32. – №. 8. – С. 17A-29A.
4. Volk C. et al. Practical evaluation of iron corrosion control in a drinking water distribution system //Water research. – 2000. – Т. 34. – №. 6. – С. 1967-1974.
5. van den Berg F. G. A. History and Review of Dual Solvent Titration Methods //Energy & Fuels. – 2022. – Т. 36. – №. 16. – С. 8639-8648.
6. Koertyohann S. R. A history of atomic absorption spectroscopy from an academic perspective //Analytical Chemistry. – 1991. – Т. 63. – №. 21. – С. 1024A-1031A.
7. Elving P. J. Current Status of Analysis by Titration //Analytical Chemistry. – 1954. – Т. 26. – №. 11. – С. 1676-1679.
8. Миклашевский Н. В., Королькова С. В. Чистая вода. Системы очистки и бытовые фильтры. – 2000.
9. Vashchenko G., MacGillivray R. T. A. Multi-copper oxidases and human iron metabolism //Nutrients. – 2013. – Т. 5. – №. 7. – С. 2289-2313.

Об авторах:

АГАПИТОВ Семен Владимирович – магистр химико-технологического факультета, ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет» (170002, г. Тверь, Садовый пер., д.35); mr.white.corax@gmail.com

ФЕОФАНОВА Мариана Александровна - декан, заведующий кафедрой неорганической и аналитической химии, кандидат химических наук, доцент, кандидат химических наук, доцент ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет (170002, г. Тверь, Садовый пер., д.35); e-mail: m000371@mail.ru

КЕКИНА Елена Геннадьевна – кандидат биологических наук, доцент кафедры гигиены ФГБОУ ДПО РМАНПО Минздрава РФ (123995, г. Москва, ул. Баррикадная, д. 2/1); e-mail: lentaegk@yandex.ru

COMPARISON OF METHODS FOR DETERMINING IRON IN DRINKING WATER BY TITRIMETRIC AND ATOMIC ABSORPTION METHODS

¹S.V. Agapitov, ¹M.A. Feofanova, ²E.G. Kekina

¹Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education “Tver State University”, Tver

²Federal State Budgetary Educational Institution of Further Professional Education RMANPO of the Ministry of Health of the Russian Federation, Moscow

In this paper, studies were conducted on the iron content in drinking water using titrimetric and atomic absorption methods. The aim of the work was to compare the efficiency of titrimetric and atomic absorption methods in determining the iron content in drinking water, to evaluate their accuracy, sensitivity, analysis time and the influence of external factors. The advantages and disadvantages of the two determination methods were revealed.

Keywords: *iron, drinking water, titrimetric analysis, atomic absorption analysis.*

Дата поступления в редакцию: 14.11.2025.

Дата принятия в печать: 21.11.2025.