

Stanovení celkového železa (Fe)

(vlastní modifikovaná metoda)

Princip: Metoda je založena na převodu forem železa s kyselinou sírovou a peroxidisíranem draselným trojmocnou formu. Po redukci hydroxylaminhydrochloridem je Fe převedeno na dvoumocnou formu. Železnaté ionty reagují s 1,10-fenantrolinem za vzniku červenooranžového komplexu, který je stanovitelný spektrofotometricky.

Použití: Metoda je použitelná pro stanovení železa u všech typů vod v rozmezí 0,01-5 mg · l⁻¹ Fe_T.

Činidla:

- (1) **Kyselina sírová** H₂SO₄ (konc.)
- (2) **1,10-fenantrolin:** C₁₂H₈N₂·H₂O 0,28 g fenantrolinu s 2 kapkami konc. HCl se rozpustí ve vodě a doplní po rysku 100 ml. Roztok se uchovává v tmavé láhvi.
- (3) **Hydroxylaminhydrochlorid:** NH₂OH·HCl 10g hydroxylaminhydrochloridu se rozpustí ve vodě a doplní po rysku 100 ml. Roztok se uchovává v tmavé láhvi v ledničce (trvanlivost cca 1 týden).
- (4) **Peroxodisíran draselný:** pevný v dávkovači se lžičkou
- (5) **Octanový tlumivý roztok:**
V (500) ml odměrné baňce se rozpustí (200) g octanu amonného, přidá se 250 ml Kyseliny octové a roztok se doplní po rysku (nutno rozpouštět s ohřevem).

Postup: Do reagenční zkumavky se šroubovým uzávěrem se odpipetuje 5,0 ml vzorku vody a přidá se 0,1 ml koncentrované kyseliny sírové a 1 lžička peroxidisíranu. Zkumavka se uzavře šroubovým uzávěrem a směs se promíchá až do rozpuštění přidaného reagentu. Po rozpuštění se zkumavka umístí do termoreaktoru (120 °C, 60 minut). Po ochlazení se přidá 0,3 ml hydroxylaminhydrochloridu a 2 ml roztoku octanu, vše se promíchá. Do zkumavky se přidá 1 ml 1,10-fenantrolinu a po 15 minutách změří absorbance na spektrofotometru (510 nm). Zkumavka musí být před vložením do spektrofotometru důkladně očištěna.

Poznámky:

Vzorky se analyzují co nejdříve po odběru.