

Определение меди (II) фотоэлектроколориметрически по окраске ее аммиачного комплекса методом градуировочного графика

1. Сущность метода. Метод основан на измерении оптической плотности (A) синего раствора аммиаката меди (II), полученного в результате реакции $\text{Cu}^{+2} + 4\text{NH}_4\text{OH} \rightleftharpoons [\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+} + 4\text{H}_2\text{O}$ и использовании функциональной зависимости оптической плотности от концентрации Cu(II) согласно закону Бугера – Ламберта – Бера

$$A = \varepsilon lc.$$

2. Реактивы и принадлежности.

1. Стандартный раствор, содержащий 1 мг Cu(II) в 1 см³;
2. Аммиак 5%-ный водный раствор
3. Спектрофотометр
4. Набор кювет, 10-50 мм
5. Мерная колба, 50,00 см³
6. Мерная колба, 250,00 см³
7. Пипетка 2,00; 10,00; 5,00 см³
8. Цилиндр 10,0 см³

3. Приготовление стандартного раствора сульфата меди 1 мг/см³

Навеску сульфата меди $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (свежекристаллизованного) массой 0,3937 г переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Затем в колбу приливают 40 мл дистиллированной воды, растворяют соль и добавляют 2 капли концентрированной серной кислоты (плотность 1,84 г/см³). Раствор доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. В 1 см³ этого раствора содержится 1 мг иона Cu (II).

Приготовить 250 см³ стандартного раствора сульфата меди 1 мг/см³

4. Выполнение работы

Готовят две серии градуировочных растворов.

В ряд мерных колб вместимостью 50,00 см³ помещают отмеренные 0,00; 2,00; 3,00; 4,00; 6,00; 8,00; 10,00 см³ стандартного раствора меди с концентрацией 1 мг/см³, прибавляют 10,0 см³ раствора аммиака, после чего содержимое колб доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Выдерживают растворы не менее 10 минут, после чего измеряют оптические плотности относительно «нулевого» раствора не менее двух раз. Растворы устойчивы в течении 1 часа.

5. Выбор условий измерений

Раствор, имеющий наиболее интенсивную окраску фотометрируют относительно «нулевого» раствора при длине волны от 490 до 700 нм поочерёдно с шагом 30 нм, записывают результаты измерений в виде таблицы. Для дальнейшей работы выбирают длину волны соответствующую наибольшему светопоглощению исследуемого раствора.

Измерения проводят в соответствии с руководством по эксплуатации прибора при выбранных длине волны и толщине кюветы 10-50 мм в зависимости от интенсивности окраски.

Рассчитывают концентрации градуировочных растворов и строят градуировочный график для определения содержания меди с помощью программы Excel. График является приемлемым, если значение коэффициента корреляции составляет не менее 0,99.

6. Определение содержания меди (II) в исследуемом растворе.

Анализируют две аликовтные порции.

Для приготовления анализируемой пробы меди (II) 5,00 см³ исследуемого раствора помещают в мерную колбу емкостью 50,00 см³, приливают 10,0 см³ аммиака, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Выдерживают анализируемую пробу не менее

10 минут, после чего измеряют оптические плотности относительно «нулевого» раствора не менее двух раз.

Замеры раствора проводят 2 раза при выбранной длине волны в выбранной кювете.

6. Обработка результатов

Содержание иона меди в колбe C_x , мг/см³, находят по градуировочному графику.

Массовую концентрацию меди в пробе анализируемой воды $X_{Cu(II)}$, мг/см³, рассчитывают по формуле

$$X_{Cu(II)} = C_x \cdot f$$

где f – коэффициент разбавления пробы анализируемой воды при проведении измерений.

6. Приемлемость результатов измерений

За результат измерений массовой концентрации меди принимают среднеарифметическое значение \bar{X} , мг/см³, результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 , относительное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (табл. 1).

7. Оформление результатов измерений

Результат измерения представляют в виде

$$(\bar{X} \pm \Delta), \text{ мг/см}^3 \text{ при доверительной вероятности } P = 0,95; n=2$$

где \bar{X} – среднее значение концентрации меди в анализируемой пробе,

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X} \text{ (значение } \delta \text{ находят по таблице 1).}$$

Таблица 1

Диапазон измерений массовой концентрации меди, мг/см ³	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения)	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$) $\pm \delta, \%$
---	--	---	--

	между двумя результатами измерений, полученных в условиях повторяемости при $P = 0,95$), $r, \%$	двумя результатами измерений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 0,95$), $R \%$	
От 0,05 до 0,60 включ.	10	18	15

Округление погрешности проводить в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011 Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения. Приложение Е.2.

Приложение Е

Правила округления при обработке результатов измерений

Е.1 Точность результатов измерений и точность вычислений при обработке результатов измерений должны быть согласованы с требуемой точностью получаемой оценки измеряемой величины.

Е.2 Погрешность оценки измеряемой величины следует выражать не более чем двумя значащими цифрами

Две значащие цифры в погрешности оценки измеряемой величины сохраняют:

- при точных измерениях;
- если первая значащая цифра не более трех.

Е.3 Число цифр в промежуточных вычислениях при обработке результатов измерений должно быть на две больше, чем в окончательном результате.

Е.4 Сохраняющую, значащую цифру в погрешности оценки измеряемой величины при округлении увеличивают на единицу, если отбрасываемая цифра не указываемого младшего разряда больше либо равна пяти, и не изменяют, если она меньше пяти.