



ВСЕРОССИЙСКОЕ
ЧЕМПИОНАТНОЕ
ДВИЖЕНИЕ
ПО ПРОФЕССИОНАЛЬНОМУ
МАСТЕРСТВУ

Задание

1. Приготовление стандартного раствора сульфата меди 1 мг/см^3
2. Провести подготовку пробы разбавлением.
3. Провести определение меди (II) в анализируемом растворе фотометрическим методом с применением метода внесения добавок и способа графической обработки результатов определения. Концентрации внесенных добавок рассчитывать относительно заявленного значения массовой концентрации меди (II) в анализируемой пробе.
4. Привести результат определения в виде интервала с учетом погрешности определения.
5. В случае, если заявленная в задании концентрация меди (II) не попадает в данный интервал, повторить определение, рассчитав и внося добавки, выбрав концентрацию внутри полученного диапазона.
6. Концентрацию меди (II) определять, построив градуировочную зависимость оптической плотности от концентраций добавок. Градуировочные графики строить с использованием ПО MS EXCEL.
7. Проводить проверку приемлемости результатов параллельных определений.
8. Результат определения массовой концентрации меди (II) представить с учетом погрешности определения.
9. Все расчеты представить в виде протокола с обязательным приложением графиков.

Фотометрический метод определения меди (II) в любых водах

1. Сущность метода

Определение меди основано на реакции образования тетрааммиаката меди сине-фиолетового цвета:



и последующем измерении оптической плотности на фотоколориметре (КФК-3, КФК-2, спектрофотометр и др.)

2. Средства измерений вспомогательное оборудование, реактивы

2.1 Спектрофотометр.

2.2 Набор кювет.

2.3 Весы лабораторные, погрешность 0,0001г.

2.4 Пипетки с одной меткой.

2.5 Пипетки градуированные.

2.6 Колбы мерные.

2.7 Цилиндры мерные.

2.8 Сульфат меди ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

2.9 Раствор аммиака с концентрацией 2н

2.10 Часы песочные 10 мин

3. Подготовка к проведению измерений

3.1 Подготовка посуды

Всю стеклянную посуду моют водой с применением моющих средств, затем промывают раствором азотной кислоты, разбавленной водой в соотношении объемов 1:1, водопроводной водой, несколько раз ополаскивают дистиллированной водой и сушат.

Посуда подготовлена заранее.

3.2 Приготовление водного раствора аммиака с концентрацией 2н

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 290 см³ концентрированного раствора аммиака, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор приготовлен заранее.

3.3. 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).

3.4. Порядок проведения измерений

Готовят две параллельные серии растворов.

В 3 мерные колбы вместимостью 100 см³ приливают по 50 см³ анализируемой пробы с массовой концентрацией ионов меди предположительно 0,2 мг/см³. Затем в первую из трех колб вносят 100 %-ную добавку ионов меди (II), во вторую колбу вносят 150 %-ную добавку ионов

меди. Концентрации добавок рассчитывают с учётом разбавления пробы в мерной колбе. В третью колбу добавку не вносят. В качестве добавки используют рассчитанные аликвоты раствора меди (II) с массовой концентрацией 1 мг/см^3 . Затем во все 3 колбы постепенно добавляют $5,0 \text{ см}^3$ 2н водного раствора аммиака, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор сравнения готовят следующим образом: В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят $50,0 \text{ см}^3$ дистиллированной воды, постепенно добавляют $5,0 \text{ см}^3$ 2н водного раствора аммиака, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Выдерживают растворы не менее 10 минут, после чего измеряют оптические плотности растворов относительно раствора сравнения не менее двух раз для каждого раствора.

Предварительно подобрав длину волны и кювету для проведения фотометрического измерения по раствору с самым высоким содержанием меди в растворе. Растворы устойчивы в течении часа.

3. 5. Выбор светофильтра

Приготовленный раствор (п. 3.4) с самым высоким содержанием меди фотометрируют относительно холостой пробы, при длинах волн от 490 нм до 700 нм поочередно с шагом 30 нм . Записывая результаты измерения в виде таблицы. Для дальнейшей работы выбирают оптимальную длину волны.

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

По полученным значениям в программе MS Excel строят графики зависимостей оптической плотности растворов от значений массовой концентрации ионов меди (II), **соответствующей введённой добавке.**

График является приемлемым, если значение коэффициента корреляции составляет не менее $0,99$.

Модуль значения абсциссы в точке пересечения графика с осью OX соответствует массовой концентрации ионов меди (II) в анализируемом растворе пробы X_s (в объёме мерной колбы).

Массовую концентрацию ионов меди (II) в пробе $X_{\text{(меди)}}$, мг/дм^3 рассчитывают, учитывая разведение исходной пробы.

4. Приемлемость результатов измерений

За результат измерений массовой концентрации меди принимают среднеарифметическое значение, \bar{C}_x мг/дм³, результатов двух параллельных определений \bar{X}_1 и \bar{X}_2 при выполнении условия

$$200/\bar{X}_1 - \bar{X}_2/ \leq r/ \bar{X}_1 + \bar{X}_2/$$

Где r- значение предела повторяемости, %

Результат округлить до второго десятичного знака.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой концентрации меди мг/см ³	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в условиях повторяемости при P=0,95) r,%	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в условиях воспроизводимости при P=0,95) R%	Показатель точности (границы* относительной погрешности при вероятности P=0,95) ±δ,%
От 0,05 до 4,00 включ.	22	24	25

10. Оформление результатов измерений

Результат измерения представить в виде

$\bar{X} \pm \Delta$, мг/дм³ при доверительной вероятности P=0,95

\bar{X} – средняя концентрация меди в контрольной пробе

$\Delta = 0,01 * \delta * \bar{X}$ (δ из таблицы 1).

Если предполагаемый результат (0,2 мг/см³) не входит в полученный диапазон, то измерения следует повторить, выбрав в качестве опорного значения массовую концентрацию меди (Π) внутри диапазона ($\bar{X} \pm \Delta$) мг/дм³, которая является удобной для введения добавок.