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

**1. Сущность метода.** Метод основан на измерении оптической плотности (А) синего раствора аммиаката меди (II), полученного в результате реакции Cu+2 + 4NH4OH ⇄ [Cu(NH3)4]2+ + 4H2O и использовании функциональной зависимости оптической плотности от концентрации Cu(II) согласно закону Бугера – Ламберта – Бера

А = εlс.

**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 CuSO4·5H2O (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 1мг/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 аликвотные 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 колбе , мг/см3, находят по градуировочному графику.

Массовую концентрацию меди в пробе анализируемой воды , мг/см3, рассчитывают по формуле

где – коэффициент разбавления пробы анализируемой воды при проведении измерений.

**6. Приемлемость результатов измерений**

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

**7. Оформление результатов измерений**

Результат измерения представляют в виде

, мг/см3 при доверительной вероятности Р = 0,95; n=2

где – среднее значение концентрации меди в анализируемой пробе,

(значение δ находят по таблице 1).

Таблица 1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Диапазон измерений массовой концентрации меди, мг/см3 | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в условиях повторяемости при Р = 0,95), r,% | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в условиях воспроизводимости при Р = 0,95), R% | Показатель точности (границыотносительной погрешности при вероятности Р = 0,95) ±δ,% |
| 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 Сохраняемую, 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.