****

**Задание**

1. Приготовить стандартный раствор сульфата меди 1 мг/cм3
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 внеся 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:

CuSO4 + 4NH4OH = [Cu(NH3)4]SO4 + 4H2O

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 0,0005г.

2.4 Пипетки с одной меткой.

2.5 Пипетки градуированные.

2.6 Колбы мерные.

2.7 Цилиндры мерные.

2.8 Сульфат меди (CuSO4·5H2O)

2.9 Раствор аммиака с концентрацией 2н

2.10 Химические стаканы

2.11. Бюкс

**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 CuSO4·5H2O (свежекристаллизованного) массой 0,9842 г переносят в мерную колбу вместимостью 250 см3 100 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 50,00 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/см3. Затем во все 3 колбы постепенно добавляют 5,0 см3 2н водного раствора аммиака, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

**Раствор сравнения готовят следующим образом**: В мерную колбу вместимостью 100 см3 вносят 50,0 см3 дистиллированной воды, постепенно добавляют 5,0 см3 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 для проведения фотометрического измерения по раствору с самым высоким содержанием меди в растворе. Растворы устойчивы в течении часа.

**3. 5. Выбор условий измерений**

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 кювете на 50 мм

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 ОХ соответствует массовой концентрации ионов меди (II) в анализируемом растворе пробы Xs (в объёме мерной колбы).

Массовую концентрацию ионов меди (II) в пробе Х(меди), мг/cм3 рассчитывают, учитывая разведение исходной пробы.

**4. Приемлемость результатов измерений**

За результат измерений массовой концентрации меди принимают среднеарифметическое значение, мг/cм3, результатов двух параллельных определений 1 и 2 при выполнении условия

200/ 1+2/

Где r- значение предела повторяемости, %

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 (границы\* относительной погрешности при вероятности Р=0,95) ±δ,% |
| От 0,05 до 4,00 включ. | 22 | 24 | 25 |

1. **Оформление результатов измерений**

Результат округлить до второго десятичного знака.

Результат измерения представить в виде

± ∆, мг/cм3 при доверительной вероятности Р=0,95

– средняя концентрация меди в контрольной пробе

Δ= 0,01\*δ \* (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 (II) внутри диапазона (X ± ∆) мг/cм3, которая является удобной для введения добавок.