**Определение концентрации меди (II) фотометрическим методом и предварительным концентрированием методом ионообменной хроматографии**

Для определения меди используется фотометрический метод. Ионообменная хроматография позволяет осуществить процессы выделения и концентрирования ионов из разбавленных растворов. Пробу, в которой необходимо определить медь пропускают через ионообменную колонку (концентрируют), затем фотометрируют. Метод фотометрирования основан на образовании комплексного соединения ионов меди с аммиаком, обладающего сине-фиолетовой окраской.

**Аппаратура и реактивы:**

* 1. Хроматографическая колонка
  2. Спектрофотометр
  3. Набор кювет
  4. Колба мерная 250,00; 50,00 см3
  5. Конические колбы вместимостью 500 см3
  6. Пипетка с делениями, вместимостью 5,00; 25,00 см3
  7. Пипетка Мора, вместимостью 25,00 см3.
  8. Химический стакан объем 50; 600 см3
  9. Пробирки
  10. Пипетки Пастера
  11. Раствор соляной кислоты 2М
  12. Стандартный раствор меди с концентрацией 2 мг/см3
  13. Раствор аммиака с концентрацией 25%
  14. Индикатор - метиловый оранжевый.
  15. Воронка
  16. Мерные цилиндры вместимостью 25,0; 50,0 см3, 100,0 см3.
  17. Анализируемая проба

**Переведение катионита в Н+-форму**

* + - * 1. Для этого через колонку пропускают 200 см3 2 М раствора соляной кислоты, одновременно сливают жидкость через носик колонки. Сливание прекращают, когда уровень кислоты станет на 2 см выше зерен катионита в колонке. Постепенно промывают колонку дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому.

**Проведение ионного обмена**

* + 1. Анализируемый раствор, объемом 25,00 см3  пропускают через колонку. Скорость прохождения раствора 1-2 капли в секунду. Жидкость в колонке поддерживают на одном уровне, подливая дистиллированную воду. Фильтрат собирают в коническую колбу или стакан. Промывание продолжают до исчезновения кислой реакции по метиловому оранжевому. Полученный фильтрат утилизируют в слив.

1. После этого в колонку вносят 60 см3 2 М раствора соляной кислоты и промывают колонку водой (около 150 см3). Фильтрат из колонки собирают в мерную колбу вместимостью 250,00 см3  и доводят до метки.

Хроматографическую колонку можно использовать многократно, не проводя регенерацию, так как при элюировании меди (II) соляной кислотой катионит переходит в Н+ форму. Анализ пробы проводят два раза (анализ начинать с п 2).

**Фотометрическое определение меди в исследуемой пробе**

Анализируют две полученные пробы.

В мерную колбу вместимостью 50,00 см3 отбирают пипеткой 25,00 см3  полученного раствора в п.3 , добавляют 15,0 см3  раствора аммиака, доводят раствор до метки. Выдерживают пробу 5-10 минут (комплекс устойчив в течение часа). Измеряют оптическую плотность растворов Ах  при длине волны 620 нм, в кювете толщиной поглощающего слоя 50 мм, относительно дистиллированной воды.

Для определения оптической плотности стандартного раствора в мерную колбу вместимостью 50,00 см3, добавляют 3,00 см3 стандартного раствора меди с концентрацией 2 мг/см3, 15,0 см3  раствора аммиака и доводят до метки водой. Выдерживают раствор 5-10 минут. Измеряют оптическую плотность Аст в условиях, указанных для анализируемой пробы.

Массовую концентрацию меди (мг/см3) вычисляют по формуле

где: Ах- оптическая плотность анализируемого раствора

Аст –среднее значение оптической плотности для двух стандартных растворов

Сх –массовая концентрация анализируемого раствора Сu 2+ (мг/см3 )

Сст- массовая концентрация стандартного раствора Сu2+ (мг/см3 )

Массовую концентрацию меди мг/см3 в анализируемом растворе рассчитывают с учетом произведённых разбавлений.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух измерений, допустимое относительное расхождение между которыми не превышает 25%.

Результат представляют в виде

x̅ ± ∆, мг/см3 при доверительной вероятности Р=0,95

∆= x̅ \*0,25

Округляют результат в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Методы обработки результатов измерений. Основные положения. Приложение Е.

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.