

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 H^+ -форму

1. Для этого через колонку пропускают 200 см^3 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

3. Анализируемый раствор, объемом $25,00\text{ см}^3$ 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.

3. После этого в колонку вносят 60 см^3 2 М раствора соляной кислоты и промывают колонку водой (около 150 см^3). Фильтрат из колонки собирают в мерную колбу вместимостью $250,00\text{ см}^3$ и доводят до метки.

Хроматографическую колонку можно использовать многократно, не проводя регенерацию, так как при элюировании меди (II) соляной кислотой катионит переходит в H^+ 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 $50,00\text{ см}^3$ отбирают пипеткой $25,00\text{ см}^3$ полученного раствора в п.3, добавляют $15,0\text{ см}^3$ раствора аммиака, доводят раствор до метки. Выдерживают пробу $5-10$ минут (комплекс устойчив в течение часа). Измеряют оптическую плотность растворов A_x 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 $A_{ст}$ в условиях, указанных для анализируемой пробы.

Массовую концентрацию меди (мг/см³) вычисляют по формуле

$$\frac{A_x}{A_{ст}} = \frac{C_x}{C_{ст}}$$

где: A_x - оптическая плотность анализируемого раствора

$A_{ст}$ –среднее значение оптической плотности для двух стандартных растворов

C_x –массовая концентрация анализируемого раствора Cu^{2+} (мг/см³)

$C_{ст}$ - массовая концентрация стандартного раствора Cu^{2+} (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

$\bar{x} \pm \Delta$, мг/см³ при доверительной вероятности $P=0,95$

$\Delta = \bar{x} * 0,25$

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

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.