

## **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 см<sup>3</sup>
5. Конические колбы вместимостью 500 см<sup>3</sup>
6. Пипетка с делениями, вместимостью 5,00; 25,00 см<sup>3</sup>
7. Пипетка Мора, вместимостью 25,00 см<sup>3</sup>.
8. Химический стакан объем 50; 600 см<sup>3</sup>
9. Пробирки
10. Пипетки Пастера
11. Раствор соляной кислоты 2М
12. Стандартный раствор меди с концентрацией 2 мг/см<sup>3</sup>
13. Раствор аммиака с концентрацией 25%
14. Индикатор - метиловый оранжевый.
15. Воронка
16. Мерные цилиндры вместимостью 25,0; 50,0 см<sup>3</sup>, 100,0 см<sup>3</sup>.
17. Анализируемая проба

### **Переведение катионита в $H^+$ -форму**

1. Для этого через колонку пропускают  $200\text{ см}^3$   $2\text{ М}$  раствора соляной кислоты, одновременно сливают жидкость через носик колонки. Сливание прекращают, когда уровень кислоты станет на  $2\text{ см}$  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  $60\text{ см}^3$   $2\text{ М}$  раствора соляной кислоты и промывают колонку водой (около  $150\text{ см}^3$ ). 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  $620\text{ нм}$ , в кювете толщиной поглощающего слоя  $50\text{ мм}$ , относительно дистиллированной воды.

Для определения оптической плотности стандартного раствора в мерную колбу вместимостью 50,00 см<sup>3</sup>, добавляют 3,00 см<sup>3</sup> стандартного раствора меди с концентрацией 2 мг/см<sup>3</sup>, 15,0 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup>) 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/см<sup>3</sup>)

$C_{ст}$ - массовая концентрация стандартного раствора  $Cu^{2+}$  (мг/см<sup>3</sup>)

Массовую концентрацию меди мг/см<sup>3</sup> 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

$$\bar{x} \pm \Delta, \text{ мг/см}^3 \text{ при доверительной вероятности } P=0,95$$

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

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.