

Задание модуль А

1. Определить содержание меди фотометрическим методом в пробе.
2. Подобрать необходимую длину волны.

Фотометрический метод определения меди в питьевой воде.

ГОСТ 4388-72 Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации меди.

Сущность метода

Метод основан на взаимодействии ионов двухвалентной меди с диэтилдитиокарбаматом натрия в слабоаммиачном растворе с образованием диэтилдитиокарбамата меди, окрашенного в желто-коричневый цвет. В разбавленных растворах диэтилдитиокарбамат меди образует коллоидные растворы, для большей устойчивости которых добавляют крахмал.

Средства измерений вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

- Спектрофотометр любой модели
- Кюветы с толщиной слоя 50 мм
- Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 29227, вместимостью: пипетки мерные 1-2 см³ с делениями 0,01 см³ и 5 см³ с делениями 0,1 см³
- Колбы мерные, объемом 100,00 см³
- Цилиндры мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 10 см³
- Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336
- Аммиак водный по ГОСТ 3760, 25 %-ный раствор
- Медь сернокислая ГСО по ГОСТ 4165
- Натрия N,N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864
- Кислота соляная 1:1 по ГОСТ 3118
- Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, 0,25% раствор

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации чистые для анализа (ч.д.а.).

Подготовка к анализу

Вода дистиллированная, не содержащая меди, перегнанная дважды в стеклянном приборе, используется для приготовления растворов и разбавления проб воды.

Приготовление 0,1 %-ного раствора диэтилдитиокарбамата натрия

1 г диэтилдитиокарбамата натрия растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, фильтруют и доводят объем раствора до 1 дм³ дистиллированной водой. Хранят в склянке из темного стекла в темном месте.

Приготовление водного раствора аммиака

Раствор готовят разбавлением 25 %-ного раствора аммиака дистиллированной водой в соотношении 1:4

Приготовление основного стандартного раствора сернокислой меди с концентрацией 100,00 мг/дм³

25,00 см³ стандартного раствора ГСО с концентрацией 1г/дм³ разбавить в мерной колбе объемом 250,00 см³.

Приготовление рабочего стандартного раствора сернокислой меди с концентрацией 10,00 мг/дм³

Рабочий раствор готовят разбавлением основного раствора в 10 раз. 10,00 см³ раствора с концентрацией 100,00 мг/дм³ вносят в мерную колбу на 100,00 см³ и доводят до метки. Раствор готовят в день применения.

Приготовление градуировочных растворов для определения меди.

Градуировка прибора.

В семь мерных колб, вместимостью 100,00 см³ вносят 50 см³ дистиллированной воды, затем 0,0; 0,2; 0,4; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 см³ раствора меди массовой концентрацией 10,00 мг/дм³, в одну колбу раствор меди не вносят. Затем последовательно прибавляют 10 см³ раствора аммиака, 2 см³ раствора крахмала и 10 см³ раствора натрия N-N-диэтилдитиокарбамата. После добавления каждого реактива производят перемешивание, доводят раствор до метки дистиллированной водой, выдерживают 10 минут.

Массовая концентрация меди в стандартных растворах шкалы соответственно будет равна 0,02; 0,04; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6 мг/дм³.

Раствор не содержащий меди, является раствором сравнения для градуировки, в соответствии с руководством по эксплуатации прибора и компьютерной обработки информации.

Растворы готовят в день применения. Готовят две серии стандартных растворов.

Выбор светофильтра

Раствор имеющий наиболее интенсивную окраску фотометрируют относительно раствора сравнения при длинах волн от 400 нм до 610 нм поочередно с шагом 30 нм. Записывая результаты измерения в виде таблицы. Для дальнейшей работы выбирают длину волны соответствующую наибольшему светопоглощению исследуемого раствора.

Замеры градуировочных растворов проводят 2 раза при выбранной длине волны в порядке возрастания концентрации в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

Измерения проводят в соответствии с руководством по эксплуатации прибора при выбранных длине волны и толщине кюветы. Растворы шкалы устойчивы в течении одного часа.

Порядок проведения анализа

Анализируют две параллельные пробы.

В мерную колбу вместимостью 100,00 см³ вносят 50,00 см³ анализируемой пробы, затем последовательно прибавляют 10 см³ раствора аммиака, 2 см³ раствора крахмала и 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия. После добавления каждого реактива производят перемешивание. Интенсивность полученной окраски измеряют фотометрически. Измеряют по 2 раза оптическую плотность двух аликвот обработанной пробы анализируемой воды A_{λ} при выбранной длине волны, используя раствор сравнения в кюветах с толщиной поглощающего слоя 50 мм. Пробы выдерживают 10 минут.

Обработка результатов измерения

Массовую концентрацию меди (X), мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{C * 100}{V}$$

где C-концентрация меди, найденная по результатам определения, мг/дм³

V-объем пробы, взятый для анализа, см³.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения (сходимость) между которыми не должны превышать $\pm 25\%$. Результат округляют до второго десятичного знака.

Допускаемые расхождения результатов (A) в процентах вычисляют по формуле:

$$A = \frac{2(X_1 - X_2)}{X_1 + X_2} * 100 \%$$

Где X₁-больший результат из двух параллельных определений

X₂-меньший результат из двух параллельных определений.

Оформление результатов измерений

Суммарная погрешность (Δ) определения меди не превышает $\pm 25\%$ при доверительной вероятности 0,95.

Результат измерения представить в виде

$\bar{x} \pm \Delta$, мг/дм³ при доверительной вероятности $P=0,95$

Задание модуль D

Определить общую жесткость воды по предложенной методике

Приготовить:

1. Раствор Трилона Б, объем $0,25 \text{ дм}^3$
2. Буферный раствор, объем $0,1 \text{ дм}^3$