



ВСЕРОССИЙСКОЕ
ЧЕМПИОНАТНОЕ
ДВИЖЕНИЕ
ПО ПРОФЕССИОНАЛЬНОМУ
МАСТЕРСТВУ

Задание

1. Приготовить градуировочные растворы.
2. Выбрать оптимальную длину волны для проведения измерений.
3. Подготовить анализируемую пробу
4. Провести определение оптической плотности градуировочных растворов и анализируемой пробы.
5. Концентрацию меди(II) определить, построив градуировочную зависимость оптической плотности от концентрации. Градуировочные графики строить с использованием ПО MS EXCEL.
6. Проводить проверку приемлемости результатов параллельных определений.
7. Результат определения массовой концентрации меди(II) представить с учетом погрешности определения.
8. Все расчеты представить в виде протокола с обязательным приложением графиков.

Фотометрический метод определения меди(II) в любых водах методом градуировочного графика

1. Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности (А) сине-фиолетового раствора аммиаката меди(II), полученного в результате реакции



и использовании функциональной зависимости оптической плотности от концентрации Cu(II) согласно закону Бугера–Ламберта–Бера $A = \varepsilon lC$.

2. Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

2.1 Спектрофотометр

2.2 Набор кювет

2.3 Пипетки градуированные 1,00; 2,00; 5,00; 10,00 см³

2.4 Колбы мерные 50,00 см³

2.5 Цилиндры мерные 10,0 см³

2.6 Стандартный раствор, содержащий 1 мг Cu(II) в 1 см³

2.7 Раствор аммиака 5 %

3. Выполнение работы

Построение градуировочного графика.

В ряд мерных колб вместимостью 50,00 см³ помещают отмеренные 0,00; 0,10; 0,20; 0,40; 1,00; 2,00; 3,00 см³ стандартного раствора меди с концентрацией 1 мг/см³, что соответствует содержанию меди 0,00; 0,008; 0,004; 0,02; 0,04; 0,06 мг/см³, прибавляют по 10 см³ раствора аммиака, после чего растворы доводят водой до метки и тщательно перемешивают. Выдерживают растворы не менее 10 минут, после чего измеряют оптические плотности относительно «нулевого» раствора не менее двух раз. Измеряют оптические плотности полученных растворов в кюветах с толщиной слоя 50 мм при выбранной длине волны.

Выбор длины волны.

Раствор, имеющий наиболее интенсивную окраску фотометрируют относительно «нулевого» раствора при длине волны от 490 до 670 нм поочередно с шагом 30 нм, записывают результаты измерений в виде таблицы. Для дальнейшей работы выбирают длину волны, соответствующую наибольшему светопоглощению исследуемого раствора.

Строят градуировочный график для определения содержания меди с помощью программы Excel. График считать приемлемым при R^2 не менее 0,99.

4. Определение содержания меди(II) в исследуемом растворе.

Анализируют две аликвотные порции.

Для приготовления анализируемой пробы меди(II) 5,00 см³ исследуемого раствора помещают в мерную колбу емкостью 50,00 см³, приливают 10 см³ аммиака, доводят водой до метки и тщательно перемешивают. Выдерживают анализируемую пробу не менее 10 минут, после чего измеряют оптическую плотность относительно «нулевого» раствора не менее двух раз.

Измерения проводят в кювете с толщиной слоя 50 мм, при выбранной длине волны.

5. Обработка результатов

Содержание ионов меди в колбе C_x , мг/см³, находят по градуировочному

графику.

Массовую концентрацию меди в пробе анализируемой воды X_{Cu} , мг/см³, рассчитывают по формуле

$$X_{Cu(II)} = C_x \cdot f$$

где f – коэффициент разбавления пробы анализируемой воды при проведении измерений.

6. Приемлемость результатов измерений

За результат измерений массовой концентрации меди принимают среднеарифметическое значение \bar{X} , мг/см³, результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 , относительное расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (таблица 1).

7. Оформление результатов измерений

Результат измерения представляют в виде

$(\bar{X} \pm \Delta)$, мг/см³ при доверительной вероятности $P = 0,95$; $n = 2$

где \bar{X} – среднее значение концентрации меди в анализируемой пробе,

$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X}$ (значение δ находят по таблице 1).

Таблица 1

Диапазон измерений массовой концентрации меди мг/см ³	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученных в условиях повторяемости при $P = 0,95$) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 0,95$) R %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$) $\pm\delta$, %
От 0,05 до 0,60 включительно	10	18	15

Округление погрешности проводить в соответствии с ГОСТ Р 8.736-2011 Измерения прямые многократные. 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.