**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 0,01см3 и 5 см3 с делениями 0,1 см3

- Колбы мерные, объемом 100,00 см3

- Цилиндры мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 10см3

- 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

- Сегнетовая соль

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 2 см3 сегнетовой соли, 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 вместимость 100,00 см3 вносят 50,00 см3 анализируемой пробы, затем последовательно прибавляют 2 см3 сегнетовой соли, 10 см3 раствора аммиака, 2 см3 раствора крахмала и 10 см3 раствора диэтилдитиокарбамата натрия. После добавления каждого реактива производят перемешивание, доводят раствор до метки дистиллированной водой. Пробы выдерживают 10 минут.

Интенсивность полученной окраски измеряют фотометрически. Измеряют по 2 раза оптическую плотность двух аликвот обработанной пробы анализируемой воды АS при выбранной длине волны, используя раствор сравнения в кюветах с толщиной поглощающегося слоя 50 мм.

**Обработка результатов измерения**

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

где С - 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 ±25%. Результат округляют до второго десятичного знака.

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

%

где Х1 - больший результат из двух параллельных определений

Х2 - меньший результат из двух параллельных определений.

**Оформление результатов измерений**

Суммарная погрешность (∆) определения меди не превышает ±25% при доверительной вероятности 0,95.

Результат измерения представить в виде

x̅± ∆, мг/дм3 при доверительной вероятности Р=0,95