

СПЕКТРОФОТОМЕТРИСКО ОПРЕДЕЛУВАЊЕ НА БАКАР ВО  
ОТПАДНИ ВОДИ И НЕЛЕГИРАНИ ЧЕЛИЦИ

Л. Ралева и Т. Стафилов

Институт за рударство и металургија, Рудници  
и железарница "Скопје", Скопје

Разработена е спектрофотометриска метода за определување на бакар во отпадни води со висока концентрација на железо и во нелегирани челици. Определувањето се врши со екстракција на бакарот со цинк дибензилдитиокарбамат во  $CCl_4$ . Елиминирањето на влијанието на железото се врши со додавање на тиогликолна киселина.

УВОД

Тиокарбаматите имаат широка примена за спектрофотометриско определување на бакарот. Од 1952 година отпочнато е и со примена на цинк дибензилдитиокарбаматот ( $Zn$  ДБДТК) /1-3/. Предноста на примената на овој реагенс е во можноста за негова примена во силно кисели средини, неговата селективност и во тоа што застапеноста на други елементи со пониски концентрации не пречи на определувањето. Присуството на железото во повисока концентрација влијае на определувањето со зголемување на вредноста на апсорбацијата. Неговото елиминирање се врши со таложење со амонијак /4, 5/ или со екстракција со различни соединенија /6, 7/. Во оваа работа како средство за елиминирање на влијанието на железото користена е тиогликолната киселина.

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЕН ДЕЛ

Спектрофотометриските испитувања се вршени на спектрофотометар *Pye Unicam*, Модел SP6-550 и на колориметар *Iskra*, Модел MA 9507.

Постапка за отпадни води. Се зема  $10\text{ cm}^3$  проба од отпадна вода во колба од  $100\text{ cm}^3$  и се дополнува со  $HCl$  со концентрација од  $1\text{ mol dm}^{-3}$ . Потоа, пробата се префрла во одделителна инка. Се додава  $1\text{ cm}^3$  тиогликолна киселина, се промешува и по 1-2 минути се додава  $5\text{ cm}^3$  0,01% раствор од  $Zn$  ДБДТК во  $CCl_4$ . Се добива темно жолто обоен комплекс на  $Cu$  ДБДТК. Се екстрахира 2 минути. Потоа

се одвојува слојот со  $\text{CCl}_4$ , се филтрира и фотометрира на спектрофотометарот, на бранова должина од 440 nm или на колориметарот преку син филтер.

Постапка за нелегирани челици. Се зема 1 g проба од челик во чаша, се раствора со 20  $\text{cm}^3$  смеша од  $\text{HCl}$  и  $\text{HNO}_3$  (3+1) и се упарува до суво. Сувиот остаток се раствора со 20  $\text{cm}^3$  раствор од  $\text{HCl}$  ( $1 \text{ mol dm}^{-3}$ ). Потоа пробата се префрла во колба од 100  $\text{cm}^3$  и се дополнува со истиот раствор од  $\text{HCl}$ . Од овој раствор се зема определен волумен и се применува истата постапка опишана за отпадни води.

#### РЕЗУЛТАТИ И ДИСКУСИЈА

Како што е познато /1-3/, Zn ДБДТК дава со бакарот темно жолто обоен комплекс, кој се екстрахира во  $\text{CCl}_4$ , со бранова должина на максимумот на апсорпционата лента од 440 nm. Овој комплекс се формира во раствори со ниска вредност на pH. Затоа овој реагенс беше применет и за определување на бакар во отпадни води со висока концентрација на железо и во проби од нелегирани челици. Испитувањата покажаа дека е потребно екстракцијата да се врши во присуство на  $\text{HCl}$  со концентрација од  $1 \text{ mol dm}^{-3}$ . Комплексот е стабилен и бојата не се менува 1 час /1/.

И двата вида на испитувани проби имаат висока концентрација на железо кое влијае на определувањето на бакарот. Испитувањата покажаа дека присуството на маса од 100 mg на Fe во пробата која се зема за екстракција, влијае на самата апсорбација на Si ДБДТК. За елиминирање на ова влијание додавана е тиогликолната киселина која врши редукција на Fe(III) во Fe(II) со кој гради стабилен комплекс и го спречува неговото влијание на Si ДБДТК. Со додавање само на 1  $\text{cm}^3$  тиогликолна киселина во пробата, може да се елиминира влијанието на 1000 mg Fe (Табела I).

За проверка на методата, извршено е определување на бакар по предложената постапка, во проби од отпадни води по методата на адииции (Табела II) и во проби од референтни стандарди од нелегирани челици (Табела III).

Од овие резултати се гледа дека предложената метода дава задоволителни резултати при определувањето на бакарот во испитуваните проби.

Табела I

Определена апсорбанција на проби со  $Cu$  во присуство на различни маси на железо по предложената постапка:

Додадена маса на $Fe$ $mg$	Додадена маса на $Cu$ $\mu g$	A
0	8	0,180
100	8	0,180
250	8	0,180
500	8	0,181
1000	8	0,180

Табела II

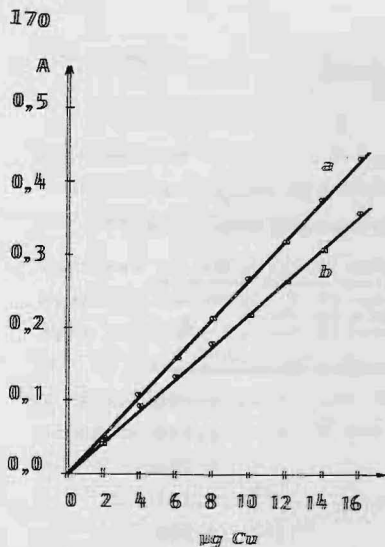
Опредеување на  $Cu$  по предложената постапка во отпадни води (концентрација на  $Fe$   $69 mg dm^{-3}$ )

$Cu$ , определено $mg dm^{-3}$	$Cu$ , додадено $mg$	$Cu$ , пресметано $mg dm^{-3}$	$Cu$ , најдено $mg dm^{-3}$
2,4	0,0	-	-
2,4	2,0	4,4	4,3
2,4	4,0	6,4	6,3

Табела III

Определување на бакар по предложената постапка во референтни стандардни проби од нелегирани челици

Проба	$Cu$ (%), според сертификат	$Cu$ (%), најдено
n 405	0,015	0,013
n 155	0,083	0,083
n 158 b	0,100	0,101



Сл. 1. Калибрациони дијаграми за определување на бакар со спектрофотометар (а) и колориметар (б).

Калибрационите дијаграми се припремени по истите постапки со тоа што наместо проба, се зема раствор од бакар со точно позната концентрација. На Сл. 1 прикажани се калибрационите дијаграми за определување на бакар со спектрофотометар (а) и со колориметар (б). Линеарната зависност помеѓу апсорбацијата и масата на  $\text{Cu}$  важи во интервалот од 0-16  $\mu\text{g Cu}$ . Моларниот апсорпционен коефициент изнесува  $1,7 \cdot 10^4$ .

#### ЛИТЕРАТУРА

1. R. I. Martens, R. E. Gaithens, Jr., *Anal. Chem.* **24**, 991 (1952).
2. I. Stone, R. Ettinger, C. Gantz, *Anal. Chem.* **25**, 893 (1953).
3. D. C. Abbott, J. R. Harpis, *Analyst*, **87**, 497 (1962).
4. K. Ohls, G. Riemer, *Fresenius Z. Anal. Chem.* **317**, 780 (1984).
5. B. L. Goudish, *Microchim. Acta*, **2**, 229 (1977).
6. I. Natchev, D. Filipov, *Dokl. Bulg. Akad. Nauk*, **24**, 757 (1971).
7. И. В. Пятницкий, Т. А. Слободнеж, *Укр. Хим. Ж.* **40**, 1333 (1974).

#### SUMMARY

##### SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF COPPER IN WASTE WATERS AND UNALLOYED STEELS

R. Raleva and T. Stafilov

Institute of Mining and Metallurgy, Mines and Ironworks  
"Skopje", 91000 Skopje, Yugoslavia

A spectrophotometric method for determination of copper in waste waters and unalloyed steels has been worked out. The determination was performed by extraction of copper by zinc dibenzylthiocarbamate in  $\text{CCl}_4$ . Elimination of influence of Fe was performed by adding of thioglycolic acid.