**Рефрактометрический метод**

**определения содержания сульфата магния в растворе методом стандартов и добавок.**

**1 Область применения**

Настоящая методика распространяется на водные разбавленные растворы сульфата магния (MgSO4 ‧ 7H2O) и устанавливает метод определения массовой концентрации сульфата магния.

**2 Сущность метода**

Метод основан на явлении преломления, изменении прямолинейного распространения света при переходе из одной среды в другую, называемого рефракцией, она характеризуется показателем преломления nx =n0 +K \* Cx

Определение проводят на длине волны линии D спектра натрия (589,3 нм).

**3 Средства измерения, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы**

* Лабораторный рефрактометр АББЕ с абсолютной допускаемой погрешностью измерения ±0,0002, в диапазоне измерения n=1,2…1,7 или другой аналогичный.
* Лабораторные весы с погрешностью взвешивания не более 0,001 г
* Секундомер механический, цена делений 0,2 секунды
* Воронки, диаметр 20; 45 мм
* Пипетки градуированные вместимостью 10,00, 25,00 см3
* Пипетка Мора с одной меткой, вместимостью 25,00 см3
* Мерные колбы, вместимостью 200,00; 50,00 см3
* Стаканы лабораторные стеклянные
* Стаканы для взвешивания (бюксы) D 40 мм
* Палочки стеклянные
* Пипетки Пастера
* Сульфат магния семиводный (хч)
* Спирт этиловый
* Вода дистиллированная

**4 Подготовка к испытанию**

**4.1 Приготовление стандартного раствора**

Приготовить в мерной колбе 200 см3 20 %-го раствор сульфата магния. Плотности раствора в зависимости от температуры приведены в таблице А.1, приложения А. Принимаем температуру раствора равной температуре окружающей среды.

**4.2 Проверка юстировки прибора**

Провести проверку юстировки рефрактометра в соответствии с памяткой к прибору. Для этого нанести 2-3 капли дистиллированной воды на измерительную призму. Закрыть пластину так, чтобы вода распространилась по полной поверхности призмы без воздушных пузырьков и сухих мест. Выдержать не менее 30 секунд

**5 Определения содержания сульфата магния в анализируемом растворе (метод стандартов)**

**5.1 Приготовление градуировочных растворов**

Приготовить серию градуировочных растворов сульфата магния, для чего внести 7,50; 15,00; 20,00; 25,00 см3 раствора сульфата магния с массовой долей 20 % в мерную колбу на 50,00 см3, довести объемы растворов до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.

**5.2 Измерение показателей преломления градуировочных растворов**

Для измерения показателей преломления нанести 2-3 капли градуировочного раствора на измерительную призму рефрактометра. Закрыть пластину так, чтобы раствор распространился по полной поверхности призмы без воздушных пузырьков и сухих мест. Выдержать не менее 30 секунд прежде. Измерить показатель преломления не менее двух раз до получения сходимости результата в четвертом знаке после запятой

Измеренные показатели преломления записывают в виде таблицы.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| C% | n1 | n2 | nср |
| 3 |  |  |  |
| 6 |  |  |  |
| 8 |  |  |  |
| 10 |  |  |  |
| Сx |  |  |  |

**5.3 Построение калибровочного графика**

Установить градуировочную характеристику в виде зависимости измеренных и приведённых к температуре 20 oC значений показателя преломления градуировочных растворов от массовой доли сульфата магния в растворе. Данные обработать методом линейной регрессии с построением линии тренда с помощью ПО MS Excel.

**5.4 Порядок проведения измерений анализируемой пробы**

При выполнении измерений анализируемой пробы фиксировать температуру окружающей среды с термометра с допущением, что раствор находится в тепловом равновесии с окружающей средой и температура раствора равна температуре окружающей среды.

Для измерения показателей преломления **анализируемой пробы** нанести 2–3 капли раствора пробы на измерительную призму рефрактометра. Закрыть пластину так, чтобы раствор распространился по полной поверхности призмы без воздушных пузырьков и сухих мест. Выдержать не менее 30 секунд. Измерить показатель преломления каждого раствора в двух параллелях не менее двух раз, до получения сходимости результата в четвертом знаке после запятой

**5.5 Обработка результатов измерений**

* **Пересчет показателя преломления раствора с учетом температуры**

Показатель преломления зависит от температуры – снижается при нагревании и растёт при охлаждении раствора. Если определение показателя преломления выполнено при температуре, отличающейся от 20,0 °С, то необходимо привести измеренное значение показателя преломления раствора к температуре 20,0 oC по формуле для разбавленных водных растворов

, (1)

где 0,0001 - температурный коэффициент, °С-1;

 - показатель преломления раствора при 20 °С;

 - показатель преломления раствора при температуре измерения;

*t* – температура измерения, °С.

Таким образом, при изменении температуры на один градус показатель преломления разбавленного водного раствора изменяется приблизительно на 0,0001.

* **Расчет концентрации сульфата магния**

Массовую долю сульфата магния в анализируемой пробе рассчитать по формуле

(2)

где – массовая доля сульфата магния в анализируемой пробе, %;

*F* – рефрактометрический фактор сульфата магния, равный величине прироста показателя преломления при увеличении концентрации на 1 %, %-1;

**** – среднее арифметическое значение показателя преломления анализируемой пробы, приведённого к 20o C;

*n0* – значение показателя преломления дистиллированной воды;

Плотность сульфата магния принять равной 1 г/см3

* **Приемлемость результатов измерений**

За результат измерений массовой концентрации сульфата магния принимают среднеарифметическое значение Хср, г/см3, результатов двух параллельных определений X1 и X2 при выполнении условия:

где r - значение предела повторяемости, г/см3 взятое из таблицы 1.

* **Предел точности** (границы допускаемой абсолютной погрешности при доверительной вероятности Р =0,95) вычисляют по формуле

,

где Хср - среднеарифметическое значение массовой концентрации сульфата магния, г/см3.

ẟ – стандартное отклонение повторяемости % из таблицы [1](http://files.stroyinf.ru/data2/1/4293797/4293797540.htm#i245652)

* **Оформление результата**

Результат измерения представить в виде

Xср ± ∆, г/см3, при доверительной вероятности Р = 0,95, n = 2

Таблица 1

|  |  |
| --- | --- |
| Стандартное отклонение повторяемости ẟ, % | Предел повторяемости r, % |
| 10 | 8 |

**6 Определения содержания сульфата магния в растворе (метод добавок)**

**6 Определения содержания сульфата магния в растворе (метод добавок)**

**6.1 Приготовление проб**

В 3 мерные колбы вместимостью 50 см3 приливают по 25 см3 анализируемой пробы с массовой долей сульфата магния предположительно 6 % (плотность принять равной 1 г/см3). Затем в первую из трёх колб вносят 100 %-ную добавку сульфата магния, во вторую колбу вносят 150 %-ную добавку от пробы. В третью колбу добавку не вносят.

Затем все 3 колбы доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

**6.2 Измерение показателей преломления приготовленных растворов**

Измерить показатели преломления растворов в порядке возрастания содержания сульфата магния в растворе.

Для измерения показателей преломления нанести 2-3 капли раствора на измерительную призму рефрактометра. Закрыть пластину так, чтобы раствор распространился по полной поверхности призмы без воздушных пузырьков и сухих мест. Выдержать не менее 30 секунд прежде, чем приступить к непосредственному измерению показателя преломления согласно инструкции к прибору. Это позволит жидкости адаптироваться к температуре окружающей среды. Измерить показатель преломления каждого раствора в двух параллелях не менее двух раз до получения сходимости результата в четвертом знаке после запятой.

**6.3 Обработка результатов измерений**

* **Расчет концентрации сульфата магния**

Концентрацию сульфата магния в анализируемой пробе рассчитать по формуле

где *Сх* – массовая концентрация сульфата магния в анализируемой пробе, г/см3;

*С*∆  – массовая концентрация добавки сульфата магния в анализируемой пробе, г/см3;

*nх* – среднее арифметическое значение показателя преломления анализируемой пробы;

*n0* – значение показателя преломления дистиллированной воды;

*n*(*x+Δ*) – среднее арифметическое значение показателя преломления анализируемой пробы c добавкой.

При расчёте учесть разбавление.

* **Приемлемость результатов измерений**

За результат измерений массовой концентрации сульфата магния принимают среднеарифметическое значение Хср, г/см3, результатов двух параллельных определений для двух добавок X1 и X2 при выполнении условия:

где r - значение предела повторяемости, % взятое из таблицы 1.

* **Предел точности** (границы допускаемой абсолютной погрешности при доверительной вероятности Р =0,95) вычисляют по формуле

,

где Хср – среднеарифметическое значение массовой концентрации сульфата магния г/см3.

ẟ – стандартное отклонение повторяемости % из таблицы [1](http://files.stroyinf.ru/data2/1/4293797/4293797540.htm#i245652).

* **Оформление результатов измерений**

Результат измерения представить в виде

Xср ± ∆, г/см3 при доверительной вероятности Р = 0,95, n = 2.

Таблица 1

|  |  |
| --- | --- |
| Стандартное отклонение повторяемости ẟ,% | Предел повторяемости r, % |
| 10 | 8 |

**Приложение А**

**(справочное)**

Таблица А.1 - Плотность 20 %-го раствора сульфата магния в пределах температур от 18оС до 30оС

|  |  |
| --- | --- |
| Температура, оC | Плотность MgSO4 \*7H2 O, г/см3 |
| 18 | 1,1060 |
| 19 | 1,1055 |
| 20 | 1,1050 |
| 21 | 1,1045 |
| 22 | 1,1040 |
| 23 | 1,1035 |
| 24 | 1,1030 |
| 25 | 1,1025 |
| 26 | 1,1020 |
| 27 | 1,1015 |
| 28 | 1,1010 |
| 29 | 1,1005 |
| 30 | 1,1000 |

|  |  |
| --- | --- |
| Температура, оC | Плотность, г/см3 |
| 18 | 0,998595 |
| 19 | 0,998405 |
| 20 | 0,998204 |
| 21 | 0,997992 |
| 22 | 0,997770 |
| 23 | 0,997538 |
| 24 | 0,997296 |
| 25 | 0,997045 |
| 26 | 0,996783 |
| 27 | 0,996513 |
| 28 | 0,996233 |
| 29 | 0,995945 |
| 30 | 0,995647 |
|  | |

Таблица А.2 - Плотность дистиллированной воды в пределах температур

от 18о С до 30о С

Таблица А.3 - Показатель преломления дистиллированной воды в пределах температур от 18о С до 30о С

|  |  |
| --- | --- |
| Температура, оC | Показатель преломления n0 |
| 18 | 1,3332 |
| 19 | 1,3331 |
| 20 | 1,3330 |
| 21 | 1,3329 |
| 22 | 1,3328 |
| 23 | 1,3327 |
| 24 | 1,3326 |
| 25 | 1,3325 |
| 26 | 1,3324 |
| 27 | 1,3323 |
| 28 | 1,3322 |
| 29 | 1,3321 |
| 30 | 1,3320 |
|  | |