

Тема 3.3. Метод измерений массовой доли нерастворимого в воде остатка. Купорос медный – 8 ч.

Изучите ГОСТ 19347-2014 Купорос медный. Технические условия. Пункт 7.11 Метод измерений массовой доли нерастворимого в воде остатка

Пропишите краткий алгоритм проведения анализа в следующем порядке:

1. Название анализа
2. Необходимое оборудование, материалы и реактивы
3. Последовательность проведения измерений
4. Обработка результатов
5. Результат анализа записать в соответствии с пунктом 7.11.2
6. Провести анализ в соответствии с выстроенной последовательностью.

Источники:

1. ГОСТ 19347-2014 Купорос медный. Технические условия.
2. Методика в соответствии с ГОСТ 19347-2014 Купорос медный. Технические условия

Метод измерений массовой доли нерастворимого в воде остатка (методика в соответствии с ГОСТ 19347-2014 Купорос медный. Технические условия)

1. Сущность метода

Метод основан на измерении массовой доли нерастворимого в воде остатка гравиметрическим методом.

2. Область применения

В настоящем пункте установлено измерение массовой доли нерастворимого в воде остатка в диапазоне от 0,020% до 0,250% гравиметрическим методом.

3. Характеристики показателей точности измерений

Показатель точности измерений массовой доли нерастворимого в воде остатка соответствует характеристикам, приведенным в таблице 1 (при $P = 0,95$).

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Значения показателя точности, пределов повторяемости и воспроизводимости измерений массовой доли нерастворимого в воде остатка при доверительной вероятности $P=0,95$
(в %)

Диапазон измерений массовой доли нерастворимого в воде остатка	Показатель точности измерений $\pm\Delta$	Пределы (абсолютные значения)	
		повторяемости $r (n = 2)$	Воспроизводимости R
От 0,020 до 0,060 включ.	0,015	0,010	0,021
Св. 0,060	0,025	0,018	0,035

4. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

- печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева до 1000°C;
- шкаф сушильный лабораторный;
- весы специального класса точности - по ГОСТ 24104;
- колбы Кн-1-250-29/32 ТХС - по ГОСТ 25336;
- стаканы В-1-250 ТХС - по ГОСТ 25336;
- воронки для фильтрования лабораторные - по ГОСТ 25336;
- тигли фарфоровые - по ГОСТ 9147;
- эксикатор 2-140 - по ГОСТ 25336;
- пипетки не ниже 2-го класса точности - по ГОСТ 29227;
- мензурки 50, 100 - по ГОСТ 1770.
- воду дистиллированную - по ГОСТ 6709;
- кислоту серную - по ГОСТ 4204, разбавленную 1:10;
- барий хлористый - по ГОСТ 4108, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³;
- бумагу индикаторную универсальную;
- фильтры обеззоленные или аналогичные.

5. Выполнение измерений

Навеску медного купороса массой 10,0000 г помещают в коническую колбу или стакан вместимостью 250 см³, приливают от 100 до 200 см³ воды, растворяют при перемешивании.

pH раствора должен быть не более 2-3 (по универсальной индикаторной бумаге). Если pH=4-5, к раствору приливают от 0,5 до 1,0 см³ серной кислоты, разбавленной 1:10.

Раствор фильтруют через фильтр "белая лента" и промывают осадок горячей водой до исчезновения в промывной воде сульфат-иона (проба с раствором хлористого бария).

Фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный фарфоровый тигель, осторожно озоляют, затем прокаливают в муфельной печи при температуре 600°C в течение 30-40 мин.

Тигель с прокаленным остатком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Прокаливание остатка и взвешивание тигля повторяют до получения постоянной массы. Результаты взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

6. Обработка результатов измерений

Массовую долю нерастворимого в воде остатка X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}$$

где

m_1 - масса тигля с остатком, г;

m_2 - масса тигля, г;

m - масса навески медного купороса, г.

7. Проверка приемлемости, вычисление окончательного результата измерений и оформление результатов измерений

7.1 Процедура проверки приемлемости результатов параллельных определений предусматривает сравнение абсолютного расхождения между наибольшим X_{max} и наименьшим X_{min} результатами единичных измерений (определений) r_k , выполненными в соответствии с методикой измерений, с пределом повторяемости r . Значения предела повторяемости для $n=2$ приведены в таблице 1.

Если выполняется условие

$$r_k = X_{max} - X_{min} \leq r,$$

то за результат измерений принимают среднеарифметическое значение \bar{X} .

7.2 Расхождение между результатами измерений не должно превышать предел воспроизводимости. При выполнении этого условия в качестве окончательного результата измерений принимают среднеарифметическое значение \bar{X} .

8. Оформление результатов измерений

За результат измерений принимают среднеарифметическое значение \bar{X} параллельных определений.

Результаты измерений представляют в виде

$$\bar{X} \pm \Delta \text{ (при доверительной вероятности } P=0,95),$$

где

\bar{X} – результат измерений, %;

$\pm \Delta$ – характеристика погрешности измерений, %. Значения $\pm \Delta$ приведены в таблице 1.