

Тема 7.3 Расчет значений аналитического рефрактометрического фактора F с применением Q-критерия – 6 ч.

Изучите методику «Расчет значений аналитического рефрактометрического фактора F с применением Q-критерия»

Пропишите краткий алгоритм проведения анализа в следующем порядке:

1. Название анализа
2. Необходимое оборудование, материалы и реактивы
3. Последовательность проведения измерений
4. Обработка результатов
 - Расчет значений аналитического рефрактометрического фактора F
 - Расчет Q-теста

Литература:

1. Физико-химические методы анализа. Лабораторный практикум: учеб.-метод. пособие для студентов химико-технологических специальностей / Е. В. Радион [и др.]; под ред. Е. В. Радион. – Минск: БГТУ, 2010. – 110 с. – стр. 90 – 93.

Методика для проведения лабораторного занятия «Расчет значений аналитического рефрактометрического фактора F с применением Q-критерия»

Цель работы: определить значение аналитического рефрактометрического фактора F с использованием метода математической обработки данных Q-критерия.

1. Сущность метода

Для анализа гомогенной двухкомпонентной смеси используется линейная зависимость показателя преломления раствора от концентрации вещества в нем:

$$n_x = n_0 + F_{\omega} \quad (1)$$

где

n_x – показатель преломления раствора;

n_0 – показатель преломления растворителя (вода);

F_{ω} – аналитический рефрактометрический фактор;

ω – массовая доля вещества в растворе, %.

Уравнение данной зависимости устанавливается экспериментально путем определения показателя преломления ряда эталонных растворов. Для нахождения значения аналитического рефрактометрического фактора F готовят серию стандартных растворов и измеряют их показатели преломления.

По формуле

$$F = \frac{(n_x - n_0)}{\omega} \quad (2)$$

рассчитывают значения F и усредняют их.

2. Оборудование, реактивы.

Рефрактометр; технические весы с погрешностью взвешивания $\pm 0,01$ г; стаканы вместимостью 50 см³; мерный цилиндр на 10 см³; пипетка Пастера, стеклянная палочка, фильтровальная бумага; хлорид натрия, сухой, х.ч.

3. Подготовка к испытаниям

3.1 Измерение показателя преломления растворителя (дистиллированной воды).

Равномерно наносят на нижнюю призму рефрактометра несколько капель дистиллированной воды и аккуратно распределяют по поверхности призмы. Опускают верхнюю призму.

При наблюдении в окуляре должны быть видны:

внизу поля зрения – шкала для измерения показателя преломления, выше шкалы – полукруглое поле с перекрестием в центре и с границей света и тени (см. рисунок).

Если эта граница не видна в поле зрения, необходимо ее найти, повернув нижний маховик на правой стенке рефрактометра. Затем, вращая верхний маховик, надо добиться исчезновения окраски границы светотени, при этом граница будет наиболее четко видна. Для измерения показателя преломления перемещают границу светотени до совпадения с перекрестием с помощью нижнего маховика.

По верхней шкале снимают отсчет показателя преломления n_0 по положению вертикального штриха. Поднимают верхнюю призму рефрактометра и аккуратно осушают обе призмы фильтровальной бумагой.

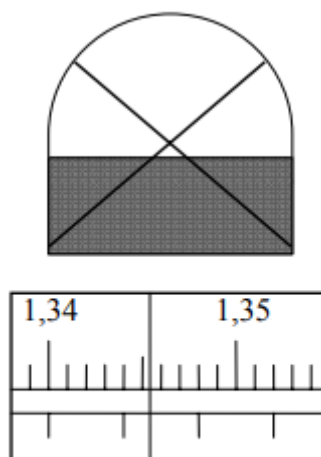


Схема поля зрения
в рефрактометре

3.2 Приготовление стандартных растворов

В химических стаканах на 50 см³ готовят 10 стандартных растворов с массовой долей растворенного вещества от 2 до 20% (см. таблицу 1).

Рассчитывают ориентировочные навески вещества для приготовления 10 г каждого раствора и заносят данные в таблицу 1.

4. Проведение испытаний

4.1 Измерение показателей преломления стандартных растворов

Измеряют температуру окружающей среды. С помощью рефрактометра измеряют показатели преломления стандартных растворов в порядке возрастания их массовых концентраций.

5. Обработка результатов

5.1 Пересчет показателя преломления раствора с учетом температуры

Для пересчета показателя преломления с учетом температуры используем формулу

$$n_D^{20} = n_D^t + 0,0001 \cdot (t - 20)$$

где 0,0001 - температурный коэффициент, °C⁻¹;

n_D^{20} - показатель преломления раствора при 20 °C;

n_D^t - показатель преломления раствора при температуре измерения;

t – температура измерения, °C.

5.2 Все расчеты и данные, полученные во время анализа, заносятся в таблицу 1.

Таблица 1

№	ω, %	m навески, г	m раствора, г	n_0	n_x	$n_x - n_0$	F	$F_{\text{сред}}$
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	2							
2	4							
3	6							
4	8							
5	10							
6	12							
7	14							
8	16							
9	18							
10	20							

n_0 и n_x сначала пересчитывают с учетом температуры

5.3 По формуле (2) рассчитывают значения F для каждого стандартного раствора и заносят в таблицу 1. Значения записывают с точностью до пятого знака после запятой.

5.4 Для исключения грубых промахов проводят Q-тест.

Располагают все 10 рассчитанных значений F по порядку от наименьшего до наибольшего.

Для первого и последнего результатов рассчитывают:

$$Q_n = \frac{F_n - F_{n-1}}{F_n - F_1}$$

Для $n = 1$:

$$Q_1 = \frac{F_2 - F_1}{F_{10} - F_1}$$

Для $n = 10$:

$$Q_{10} = \frac{F_{10} - F_9}{F_{10} - F_1}$$

Больший из этих показателей Q сравнивают с табличными значениями (таблица 2) при заданном числе значений $n = 10$ и доверительной вероятности $P = 0,90 = 90\%$.

Таблица 2

Численные значения Q-критерия при $P = 0,90$

n	3	4	5	6	7	8	9	10
$Q_{\text{табл}}$	0,94	0,76	0,64	0,56	0,51	0,47	0,44	0,41

Если рассчитанные значения Q оказываются больше табличного значения $Q_{\text{табл}}$:

$$Q_n > Q_{\text{табл}}$$

то результаты F_n считаются грубыми промахами и исключаются из ряда полученных данных.

Если результат F_i или F_n отбрасывают, Q-тест повторяют для $n-1$ значений.

Так продолжают, пока не будут отброшены все грубые ошибки определений. Для оставшихся результатов снова рассчитывают Q-критерий используется для выявления промахов в выборках с числом определений $3 \leq n \leq 10$.

В результате окончательный ряд параллельно полученных значений F окажется однородным и не будет отягощен грубыми промахами.

5.5 После этого находят среднее арифметическое $F_{\text{сред}}$ оставшихся значений.

Данные для оформления лабораторного занятия

1. Температура снятия показаний – 25°C.

2. Таблица показаний:

№	ω , %	n_0	n_x
1	2	1,3325	1,3357
2	4		1,3388
3	6		1,3419
4	8		1,3450
5	10		1,3482

6	12		1,3513
7	14		1,3544
8	16		1,3575
9	18		1,3605
10	20		1,3635