

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова»

Многопрофильный колледж



УТВЕРЖДАЮ
Директор
С.А. Махновский
22 сентября 2016 г.

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ
ПРАКТИЧЕСКИХ И ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ**

по учебной дисциплине

**ОП.12 Химические и физико-химические методы анализа
для студентов специальности**

специальности 44.02.06 Профессиональное обучение (по отраслям).
Обработка металлов давлением
(углубленной подготовки)

Магнитогорск, 2016

ОДОБРЕНО:

Предметно-цикловой комиссией
Обработки металлов давлением
Председатель О.В.Шелковникова
Протокол № 1 от 14.09.2016

Методической комиссией МпК
Протокол №1 от 22.09.2016 г.

Составитель:

преподаватель ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И.Носова» МпК

Н.А.Петровская

Методические указания по выполнению практических и лабораторных работ разработаны на основе рабочей программы учебной дисциплины «Химические и физико-химические методы анализа».

Содержание практических и лабораторных работ ориентировано на подготовку обучающихся к освоению профессионального модуля ПМ.04 Участие в организации технологического процесса

Содержание

1 ВВЕДЕНИЕ	4
2 МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ	6
Практическая работа №1	6
Практическая работа №2	7
Лабораторная работа №1	10
Лабораторная работа №2	11
Практическая работа № 3	13
Лабораторная работа №3	14
Лабораторная работа №4	15
Практическая работа №4	16
Практическая работа № 5	18
Лабораторная работа № 5	20
Практическая работа №6	21
Практическая работа №7	24

1 ВВЕДЕНИЕ

Важную часть теоретической и профессиональной практической подготовки студентов составляют практические занятия и лабораторные работы. Являясь частью изучения учебной дисциплины, они призваны, экспериментально подтвердить теоретические положения и формировать общие и профессиональные компетенции, практические умения.

Ведущей дидактической целью *практических занятий* является формирование практических умений - профессиональных (умений выполнять определенные действия, операции, необходимые в последующем в профессиональной деятельности) или учебных (умений решать задачи по математике, физике, химии, информатике и др.), необходимых в последующей учебной деятельности по естественнонаучным, общепрофессиональным дисциплинам.

Ведущей дидактической целью *лабораторных работ* является экспериментальное подтверждение и проверка существенных теоретических положений (законов, зависимостей).

Состав и содержание практических и лабораторных работ направлены на реализацию действующих федеральных государственных образовательных стандартов среднего профессионального образования.

В соответствии с рабочей программой учебной дисциплины «ХИМИЧЕСКИЕ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА» предусмотрено проведение практических и лабораторных работ.

В результате их выполнения, обучающийся должен:

уметь:

- проводить физико-химический анализ металлов и оценивать его результаты;
- использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии;

Содержание практических и лабораторных работ ориентировано на подготовку студентов к освоению профессионального модуля основной профессиональной образовательной программы по специальности и овладению профессиональными компетенциями:

ПК.4.1. Участвовать в планировании деятельности первичного структурного подразделения

ПК.4.2. Участвовать в разработке и внедрении технологических процессов

ПК.4.3. Разрабатывать и оформлять техническую документацию

ПК.4.4. Обеспечивать соблюдение технологической и производственной дисциплины

ПК.4.5. Обеспечивать соблюдение техники безопасности

В процессе освоения дисциплины у студентов должны формироваться общие компетенции:

ОК1 Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес.

ОК2 Организовывать собственную деятельность, определять методы решения профессиональных задач, оценивать их эффективность и качество.

ОК3 Оценивать риски и принимать решения в нестандартных ситуациях

ОК4 Осуществлять поиск, анализ и оценку информации, необходимой для постановки и решения профессиональных задач, профессионального и личностного развития.

ОК5 Использовать информационно-коммуникационные технологии для совершенствования профессиональной деятельности.

ОК6 Работать в коллективе и команде, взаимодействовать с руководством, коллегами и социальными партнерами.

ОК.08 Самостоятельно определять задачи профессионального и личностного развития, заниматься самообразованием, осознанно планировать повышение квалификации.

ОК9 Осуществлять профессиональную деятельность в условиях обновления ее целей, содержания, смены технологий.

ОК11 Строить профессиональную деятельность с соблюдением правовых норм, ее регулирующих.

Выполнение студентами *практических работ* по учебной дисциплине «ХИМИЧЕСКИЕ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА» направлено на:

- обобщение, систематизацию, углубление, закрепление, развитие и детализацию полученных теоретических знаний по конкретным темам учебной дисциплины;

- формирование умений применять полученные знания на практике, реализацию единства интеллектуальной и практической деятельности;

- формирование и развитие умений: наблюдать, сравнивать, сопоставлять, анализировать, делать выводы и обобщения, самостоятельно вести исследования, пользоваться различными приемами измерений, оформлять результаты в виде таблиц, схем, графиков;

- приобретение навыков работы с различными приборами, аппаратурой, установками и другими техническими средствами для проведения опытов;

- развитие интеллектуальных умений у будущих специалистов: аналитических, проектировочных, конструктивных и др.;

- выработку при решении поставленных задач профессионально значимых качеств, таких как самостоятельность, ответственность, точность, творческая инициатива.

Выполнение студентами *лабораторных работ* по учебной дисциплине «ХИМИЧЕСКИЕ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА» направлено на:

- обобщение, систематизацию, углубление, закрепление, развитие и детализацию полученных теоретических знаний по конкретным темам учебной дисциплины;

- формирование умений применять полученные знания на практике, реализацию единства интеллектуальной и практической деятельности;

- формирование и развитие умений: наблюдать, сравнивать, сопоставлять, анализировать, делать выводы и обобщения, самостоятельно вести исследования, пользоваться различными приемами измерений, оформлять результаты в виде таблиц, схем, графиков;

- приобретение навыков работы с различными приборами, аппаратурой, установками и другими техническими средствами для проведения опытов;

- развитие интеллектуальных умений у будущих специалистов: аналитических, проектировочных, конструктивных и др.;

- выработку при решении поставленных задач профессионально значимых качеств, таких как самостоятельность, ответственность, точность, творческая инициатива.

Продолжительность выполнения практической, лабораторной работы составляет не менее двух академических часов и проводится после соответствующей темы, которая обеспечивает наличие знаний, необходимых для ее выполнения.

2 МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Тема 1.3.

Обработка результатов анализа методом математической статистики

Практическая работа №1

Ознакомление с условиями точных измерений при выполнении анализа, обработка результатов анализа путем решения расчетных задач методом математической статистики.

Цель работы:

Ознакомление с условиями точных измерений при выполнении анализа, обработка результатов анализа путем решения расчетных задач методом математической статистики.

Выполнив работу, Вы будете:

уметь:

- проводить физико-химический анализ металлов и оценивать его результаты;
- использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии;

Порядок выполнения работы:

1. Изучить методические указания к данной практической и лабораторной работе.
2. Определить продукты реакции
3. Выполнить отчет о проделанной работе.

Ход работы:

Регистрация и измерение величины аналитического сигнала (АС)

АС определяемого вещества обычно сопутствуют АС, мешающие анализу других веществ, которые не были отделены или недостаточно полно были устранены на предыдущем этапе. АС мешающих веществ называют **фоном (шумом)**. Метод анализа или его условия должны быть подобраны таким образом, чтобы АС определяемого вещества отчетливо выделялся из фона (шума). Желательно, чтобы метод анализа обеспечивал линейную зависимость интенсивности АС от количества определяемого вещества.

Расчет результата анализа

По результатам количественного измерения интенсивности АС (А) рассчитывают количество (n), массу (m) или концентрацию (с) определяемого вещества в пробе с помощью **уравнения связи**:

$A = K \cdot n(m,c)$. Таким уравнением связи, например в титриметрии, является закон эквивалентов, позволяющий по измеренному объему стандартного раствора реагента, пошедшего на титрование, рассчитать содержание анализируемого вещества. Закон Фарадея является уравнением связи в кулонометрическом титровании, по которому массу вещества в растворе можно найти по задаваемой при анализе величине тока и измеренной величине времени титрования.

Математическую функцию, выражающую зависимость А от n(m,c), называют **градуировочной**, а ее графическое изображение **-градуировочным графиком**.

В уравнении связи коэффициент пропорциональности К называют **чувствительностью (коэффициентом чувствительности)** метода. Чем больше К, тем меньшую величину содержания можно установить этим методом. Если градуировочная функция линейная, то К находится как тангенс угла наклона градуировочного графика к оси абсцисс. При

нелинейной функции чувствительность находят как первую производную от А при значениях n(m,c), отвечающих участку градуировочного графика, близкого к линейному:

$$K = \frac{dA}{dn} \text{ или } K = \frac{\Delta A}{\Delta n} = \frac{A_2 - A_1}{n_2 - n_1}$$

При проведении расчета результатов анализа необходимо очень внимательно выполнять вычисления. Математическая погрешность, допущенная в числовых значениях, равносильна ошибке в анализе.

Числовые значения подразделяют на точные и приближенные. К точным, например, можно отнести число выполненных анализов, порядковый номер элемента в таблице Менделеева, к приближенным - измеренные значения массы или объема.

Значащими цифрами приближенного числа называют все его цифры, кроме нулей, стоящих слева от запятой, и нулей, стоящих справа после запятой. Нули, стоящие в середине числа, являются значащими. Например, в числе 427,205 - 6 значащих цифр; 0,00365 - 3 значащие цифры; 244,00 - 3 значащие цифры.

Точность вычислений определяется ГОСТ, ОСТ или ТУ на анализ. Если погрешность вычислений не оговорена заранее, то следует иметь в виду, **что концентрация вычисляется до 4-ой значащей цифры после запятой, масса - до 4-го десятичного знака после запятой, массовая доля (процентное содержание) - до сотых долей.**

Каждый результат анализа не может быть точнее, чем это позволяют измерительные приборы (поэтому в массе, выраженной в граммах, не может быть больше 4-5 знаков после запятой, т.е. больше точности аналитических весов 10-4-10-5 г).

Форма представления результата:

1. Название и цель работы.
2. Написать схемы уравнений реакций.
3. Сделать вывод о проделанной работе.

Тема 1.4.

Гравиметрический и титриметрический методы анализа

Практическая работа №2

Вычисления в химических методах анализа

Цель работы:

Вычисления в химических методах анализа

Выполнив работу, Вы будете:

уметь:

- проводить физико-химический анализ металлов и оценивать его результаты;
- использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии;

Порядок выполнения работы:

Изучить методические указания к данной практической и лабораторной работе.

Определить продукты реакции

Выполнить отчет о проделанной работе.

Ход работы:

Расчеты, связанные с приготовлением и разбавлением растворов.

Из курса неорганической химии известно, что концентрация растворов может быть процентной, молярной, нормальной и моляльной.

В практике количественного анализа часто приходится проводить вычисления, связанные с переходом от одной концентрации к другой.

Пример 1. Вычислить молярную и нормальную концентрацию 12-процентного раствора серной кислоты H_2SO_4 .

Решение. Для перехода от одной концентрации к другой необходимо использовать табличные данные и найти плотность 12-процентного раствора H_2SO_4 ($\rho = 1,08$). Затем определяют объем 100 г раствора по формуле:

$$m = V \cdot \rho; \quad V = \frac{m}{\rho} = \frac{100}{1,08} = 92,599(\text{мл})$$

и вычисляют, сколько граммов H_2SO_4 содержит 1 л 12-процентного раствора серной кислоты:

92,59мл раствора содержит 12г H_2SO_4
1000мл - хг H_2SO_4

$$X = \frac{12 \times 100}{92,59} = 129(\text{г})$$

Пример 2. Сколько миллилитров хлороводородной кислоты $\rho = 1,19$ следует взять, чтобы приготовить 10 л 0,1 н. раствора хлороводородной кислоты HCl ?

Решение. Сначала находим, сколько граммов хлороводородной кислоты следует иметь, чтобы получить 1 л 0,1 н. раствора:

$$g\text{-экв } HCl = 36,46:1 = 36,46 (\text{г})$$

Поскольку требуется 0,1 н. раствор, следовательно, для приготовления 1л нужно взять 0,1 г-экв (36,46:10), т.е. 3,646 г, для приготовления 10 л

$$m = 3,646 * 10 = 36,46 (\text{г})$$

По таблице находим содержание HCl , при $\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$ оно будет 38,30%. Составляем соотношение:

$$\frac{m}{\rho} = \frac{95,2}{1,19} = 80 (\text{мл})$$

Следовательно, для приготовления 10 л примерно 0,1 н. раствора нужно взять 80 мл хлороводородной кислоты ($\rho = 1,19$), отмерив ее мерным цилиндром, и довести водой до объема 10 л.

Пример 3. Сколько нужно добавить воды к 100 мл 0,8 н. раствора хлороводородной кислоты HCl , чтобы получить 0,2 н.раствор?

Решение. Известно, что произведение объема раствора на его нормальность равно числу грамм-эквивалентов данного соединения в этом объеме, поэтому в данном случае можно применить равенство:

$$N_1 * V_1 = N_2 * V_2$$
$$V_2 = \frac{N_1 * V_1}{N_2} = \frac{0,8 * 100}{0,2} = \frac{80}{0,2} = 400 (\text{мл})$$

Сколько же нужно добавить воды к 100 мл 0,8 н.раствора, чтобы получить 0,2 н. раствор?

$$V_{H_2O} = V_2 - V_1 = 400 - 100 = 300 (\text{мл})$$

Пример 4. Какие количества 90-процентного и 10-процентного раствора серной кислоты нужно взять, чтобы получить 800г 40-процентного раствора?

Решение. Находим сначала отношение:

$$m_A : m_B = 30 : 50$$

$$C - B = 40 - 10 = 30$$

$$A - C = 90 - 40 = 50$$

После этого делим 800 на две части пропорционально этому отношению:

$$m_A = \frac{800 \times 30}{30 + 50} = \frac{24000}{80} = 300 \text{ (г)}$$

$$m_B = \frac{800 \times 50}{30 + 50} = \frac{40000}{80} = 500 \text{ (г)}$$

Следовательно, следует взять 300 г 90-процентного и 500 г 10-процентного раствора.

2. Расчеты, связанные с вычислением результатов титрования.

Расчеты при выражении концентрации через нормальную концентрацию. Для проведения аналитических вычислений этим методом (через растворы с определенной нормальностью) применяют два способа: способ титрования и способ отдельных навесок.

В зависимости от того, каким способом проводится анализ/, ход расчета будет различным.

Расчеты при применении способа титрования. В данном случае применяют уже известное уравнение:

$$V_1 * N_1 = V_2 * N_2$$

Пример. Вычислить нормальную концентрацию и титр раствора гидроксида натрия NaOH, если при титровании им навески 0,1590 г (х.ч.) щавелевой кислоты $H_2C_2O_4 - 2H_2O$ (растворенной в произвольном количестве воды) пошло 24,60 мл гидроксида натрия.

Решение. Запишем уравнение реакции:



$$\vartheta_{H_2C_2O_4} = \frac{126,06}{2} = 63,03 \text{ (г)}$$

Навеска $H_2C_2O_4 - 2H_2O$ – 0,1590 г будет составлять $\frac{0,1590}{63,03}$ г-эquiv/л.

С другой стороны, обозначив нормальность раствора гидроксида через N_{NaOH} , получим:

$$N_{NaOH} = \frac{24,60}{1000} \text{ (г-эquiv/л)}$$

Количество грамм-эквивалентов гидроксида натрия по правилу эквивалентов равно количеству грамм-эквивалентов щавелевой кислоты $H_2C_2O_4 - 2H_2O$, или

$$N_{NaOH} = \frac{24,60}{1000} = \frac{0,1590}{63,03}$$

Откуда

$$N_{NaOH} = \frac{1000 * 0,1590}{24,60 * 63,03} = 0,1026$$

$$T_{NaOH} = \frac{N_{NaOH} * \vartheta_{NaOH}}{1000} = 0,004104 \text{ (г /мл)}$$

3. Расчеты при выражении концентрации через титр рабочего раствора.

Пример. Рассчитать, сколько гидроксида натрия содержится в 500 мл раствора, если титрование 20 мл этого раствора идет 20,80 хлороводородной кислоты, титр которой равен 0,002022 г/мл.

Решение. Уравнение реакции:



Сколько хлороводородной кислоты содержится в 20,80 мл раствора?

$$m_{HCl} = 20,80 * 0,002022 = 0,04206 \text{ (г)}$$

По уравнению на 1-эquiv NaOH идет 1 г-эquiv HCl и, следовательно, на 39,99 г NaOH расходуется 36,46 г HCl

>> у г NaOH >> 0,04206 г HCl

$$y = \frac{39,99 \cdot 0,04206}{36,46} = 0,04508 \text{ (г)}$$

$$m_{\text{NaOH}} = \frac{Y_{\text{NaOH}} V_{\text{общ}}}{V} = T * V_{\text{общ}} = \frac{0,04508 * 500}{20} = 1,1270 \text{ (г)}$$

4. Расчеты при выражении концентрации через титр по определенному веществу.

Этот способ расчета очень удобен при определении количества вещества в анализируемом растворе при массовых анализах. Титром по определяемому веществу называют кол-во граммов определяемого вещества, эквивалентное 1 мл рабочего раствора.

Общая формула:

$$T = \frac{H * \Xi}{1000}$$

Пример 1. Сколько уксусной кислоты находится в растворе, если титрование 25 мл его, растворенного в мерной колбе на 500 мл, пошло 20,50 мл 0,1145 н. растворе гидроксида натрия?

Решение. а) Находим титр NaOH по СНЗСООН:

$$T_{\text{NaOH/CH}_3\text{COOH}} = \frac{0,01145 * 60,05}{1000} = 0,006875 \text{ (г/мл)}$$

б) Определяем общее количество уксусной кислоты:

$$m_{\text{NaOH/CH}_3\text{COOH}} = T_{\text{NaOH/CH}_3\text{COOH}} * V_{\text{NaOH}} \frac{V_{\text{мерн. колб.}}}{V_{\text{пипетки}}} = 0,006875 * 20,50 * \frac{500}{25} = 2,820 \text{ (г)}$$

Пример 2. Титр раствора нитрата серебра AgNO₃ равен 0,01702 г/мл. Определить его титр по хлориду натрия. Найти нормальность раствора нитрата серебра.

$$H_{\text{AgNO}_3} = \frac{T * 1000}{\Xi_{\text{AgNO}_3}} = \frac{0,01702 * 1000}{169,9} = 0,1002 \text{ (г- экв / л)}$$

$$T_{\text{AgNO}_3/\text{NaCl}} = \frac{H_{\text{AgNO}_3} * \Xi_{\text{AgNO}_3}}{1000} = \frac{0,1002 * 58046}{1000} = 0,005856 \text{ (г/мл)}$$

Лабораторная работа №1

Определение массовой доли влаги в пробе кристаллогидрата хлорида бария.

Выполнив эту работу, Вы научитесь пользоваться аналитическими весами, выполнять основные операции весового анализа.

Внимание!

При выполнении работы будьте осторожны, аккуратны и внимательны. Выполняйте все правила работы с электронагревательными приборами, стеклом, ртутным термометром.

Оборудование и материалы:

Аналитические весы, теххимические весы, сушильный шкаф, бюксы, термометр, эксикатор, щипцы, исследуемые образцы (уголь, торф, соль, хлеб и пр.).

Выполнение работы

Определите процентное содержание аналитической влаги в образце (угля, торфа, соли, хлебобулочного изделия и пр.).

1. Возьмите в чистый доведенный до постоянной массы бюкс диаметром 35-40 мм навеску исследуемого вещества на аналитических весах с точностью до 0,001 г. Величина навески ~2 г. толщина слоя навески в бюксе не должна быть больше 5 мм.

2. Открытый бюкс помещают в нагретый до 105⁰С сушильный шкаф и выдерживают в течение 1 часа.

3. Вынимают бюкс из сушильного шкафа щипцами, помещают в эксикатор и в нем охлаждают.
4. Взвешивают охлажденный бюкс на аналитических весах с точностью 0,001 г.
5. Проводят контрольную просушку в течение 30 минут, снова охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Контрольные просушки повторяют до тех пор, пока убыль массы образца будет 0,001 г или меньше.
6. Рассчитайте процент аналитической влаги в образце по формуле:

$$W(\%) = \frac{q_1 - q_2}{q_1} \cdot 100\%.$$

Тест для самоконтроля:

1. Сформулируйте сущность весового анализа, подставив недостающие слова в выражение: «Сущность весового анализа – ..., ... ⁽¹⁾ измерение ... ⁽²⁾ компонента или продукта реакции».
2. Укажите основную операцию в весовом анализе.
3. Перечислите по порядку операции весового анализа при определении золы или сухого вещества.
4. Перечислите по порядку операции весового анализа при определении влаги в образце.
5. Перечислите по порядку операции весового анализа при определении компонента, который выделяется из образца с помощью аналитической реакции.
6. Каким требованиям должна удовлетворять аналитическая реакция в весовом анализе?
7. Укажите точность взвешивания на аналитических весах.
8. Перечислите шесть основных правил взвешивания.
9. Что такое навеска?
10. Укажите важнейшее условие осаждения компонента.
11. Каково важнейшее условие полного осаждения компонента.
12. Перечислите четыре необходимых условия осаждения кристаллических осадков.
13. Перечислите четыре необходимых условия осаждения аморфных осадков.
14. Изобразите схему прибора для фильтрования с указанием составных частей.
15. Что такое декантация?
16. Назовите основное правило промывания осадка на фильтре.
17. Укажите, как определяют окончание промывания осадка:
 - а) промывают 2-3 раза;
 - б) промывают 1 час;
 - в) проверяют полноту промывания от маточного раствора.
18. Какую особенность должны иметь фильтры, используемые в весовом анализе?
19. В чем прокаливают осадки?
20. Какова предварительная подготовка тигля к анализу?
21. Каково назначение эксикатора?
22. Что такое «постоянная масса» осадка?
23. Укажите преимущества и недостатки весового метода анализа.

Лабораторная работа №2

Определение нормальной концентрации раствора гидроксида натрия методом кислотно-основного титрования

Выполнив эту работу, Вы научитесь работать с мерной посудой, титровать, проводить определения методом нейтрализации, готовить рабочие растворы.

Внимание!

Выполняя работу, будьте аккуратны, осторожны и внимательны при работе с кислотами и щелочами, стеклом; соблюдайте правила безопасной работы.

Оборудование и материалы: мерные колбы, воронки, бойки, фиксаж серной кислоты H_2SO_4 , дистиллированная вода (д. H_2O), промывалка, карандаш по стеклу, конические колбы, мерные пипетки градуированные и неградуированные, капельница, спиртовой раствор фенолфталеина, бюретка, технохимические весы с разновесками, стакан химический стеклянный, сухой КОН (едкое кали), стеклянная палочка.

Выполнение работы

1. Получите задание у преподавателя.
2. Приготовьте стандартный (установочный) раствор серной кислоты из фиксажа. Для этого в предварительно тщательно вымытую мерную колбу (200 или 250 мл) перенесите количественно с помощью воронки и бойка содержимое ампулы фиксажа H_2SO_4 , долейте д. H_2O до метки, перемешайте. Подпишите на колбе формулу и концентрацию раствора.
3. В каждую из трех чистых конических колб отберите аликвоту (10 или 15 мл) мерной пипеткой исследуемого раствора, добавьте дистиллированной воды примерно до объема 100 мл, прилейте по несколько капель спиртового раствора индикатора фенолфталеина.
4. Если в исследуемом растворе нужно определить содержание щелочи, то чистую бюретку заполните приготовленным стандартным раствором H_2SO_4 до нулевой отметки и оттитруйте все аликвоты исследуемого раствора по исчезновению малиновой окраски, отметьте объемы кислоты, пошедшей на титрование.
5. Если в исследуемом растворе нужно определить содержание кислоты, то сначала нужно приготовить рабочий титрованный раствор щелочи. Для этого в пластмассовой посуде готовят раствор КОН примерной концентрации. На технических весах отвешивают 0,56 г сухого КОН и растворяют в стакане в 100 мл д. H_2O при перемешивании стеклянной палочкой. Сливают раствор в полиэтиленовую банку, подписывают. Заполняют бюретку этим раствором щелочи и оттитровывают им по фенолфталеину 2 аликвоты по 10 мл стандартного раствора кислоты H_2SO_4 .

Рассчитывают нормальность рабочего раствора щелочи по формуле:

$$N_{щ} = \frac{N_k \cdot V_k}{V_{щ}}; \text{ или}$$
$$T_{\text{КОН}} = \frac{N_k \cdot V_k \cdot \mathcal{E}_{M(\text{КОН})}}{V_{\text{КОН}} \cdot 1000} = \frac{N_k \cdot V_k \cdot 56}{V_{\text{КОН}} \cdot 1000}.$$

6. Когда рабочий раствор щелочи приготовлен, и концентрация его установлена, возьмите три аликвоты по 10 мл исследуемого раствора в конические колбы, разбавьте д. H_2O до ~100 мл, добавьте 2-3 капли раствора фенолфталеина и оттитруйте раствором щелочи до появления устойчивой малиновой окраски. Отметьте пошедшие на титрование объемы.

7. Процентное содержание компонента рассчитайте по формуле:

$$X(\%)_{\text{к-ты}} = \frac{N_p \cdot V_p^{cp} \cdot \mathcal{E}_{M(\text{к-ты})}}{1000 \cdot 10} \cdot 100\%;$$
$$X(\%)_{\text{щелочи}} = \frac{N_p \cdot V_p^{cp} \cdot \mathcal{E}_{M(\text{щелочи})}}{1000 \cdot 10} \cdot 100\%.$$

8. Рассчитайте процент относительной ошибки:

$$\% \text{отн. ошибки} = \frac{X^{np} - X^{теор}}{X^{теор}} \cdot 100\% .$$

Форма представления результата:

- Название и цель работы.
- Написать схемы уравнений реакций.
- Сделать вывод о проделанной работе.

Тема 1.5.**Характеристика физико-химических методов анализа, их классификация, преимущества перед другими методами, область применения****Практическая работа № 3**Устройство и принцип действия фотоколориметров**Цель работы:**

Изучить устройство и принцип действия фотоколориметров

Выполнив работу, Вы будете:

уметь:

- проводить физико-химический анализ металлов и оценивать его результаты;
- использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии;

Порядок выполнения работы:

Изучить методические указания к данной практической и лабораторной работе.

Выполнить отчет о проделанной работе.

Ход работы:

Особенности принципа действия фотоколориметра Применяемый во время исследований **принцип действия фотоколориметра** основан на том, что более окрашенный раствор способен поглотить существенно большее количество проходящего через него света при определенной длине волны. Поэтому данное устройство специально предназначается для определения концентраций анализируемых веществ в различных химических растворах. При проведении соответствующих исследований прибор необходимо тщательно настроить на излучение с определенной длиной волны, поскольку различные вещества, которые могут содержаться в изучаемой среде, способны поглощать по-разному световые волны с неоднородной длиной. Поэтому принцип действия фотоколориметра в процессе работы предполагает применение различных светофильтров. Причем каждый из них обладает свойством преобразовывать в излучение с заранее определенной длиной волны поступающий световой поток. Таким образом, прибор вполне способен поочередно определить в одной и том же растворе или изучаемой среде концентрацию различных веществ. Надо только подобрать и постепенно менять соответствующие светофильтры. Возможность использования фотоколориметра по принципу действия Выше обозначенный *принцип действия фотоколориметра* делает его использование достаточно актуальным в сельском хозяйстве, пищевой, металлургической, нефтеперерабатывающей, химической и ряде других отраслей промышленности. Можно отметить также широкое применение прибора в различных промышленных и учебных

химических лабораторных учреждениях для проведения разного рода анализов, преимущественно природоохранительного и гигиенического характера. Обусловленность популярности устройства напрямую связана с тем, что принцип действия фотоколориметра (который называют также иногда объективным или фотоэлектрическим колориметром) позволяет упростить и ускорить процесс произведения измерений и позволяет осуществлять их с достаточным уровнем точности. Который, к слову, ощутимо выше, чем при использовании, к примеру, визуальных колориметров.

Особенности эксплуатации с учетом принципа действия фотоколориметра

Перед началом работы с прибором, необходимо тщательно изучить эксплуатационные документы и понять принцип действия фотоколориметра и назначение органов его управления. В процессе работы не следует допускать попадания на корпус прибора каких-либо органических растворителей, исключение делается только для этилового спирта. Процесс исследований должен осуществляться в условиях, которые не выходят за обозначенные пределы рабочих для применения условий. Не допускается нахождение вблизи прибора во время его работы присутствие мощных источников магнитных и/или электрических полей, мощных источников света и нагревательных устройств, это может нарушить принцип действия фотоколориметра. На прибор также не должны попадать прямые солнечные лучи. Рабочие поверхности измерительных кювет необходимо перед каждой серией измерений тщательно протереть эфирно-спиртовой смесью, а при установке кювет на место запрещается дотрагиваться до рабочих участков на оптических поверхностях пальцами. Кюветы должны храниться только в плотно закрытых контейнерах, а жидкость в них перед началом исследований наливается посредством пипетки.

Лабораторная работа №3

Проверка закона Бугера - Ламберта - Бера

Цель работы:

Проверка закона Бугера-Ламберта-Бера

Выполнив работу, Вы будете:

уметь:

- проводить физико-химический анализ металлов и оценивать его результаты;
- использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии;

Порядок выполнения работы:

Изучить методические указания к данной лабораторной работе.

Выполнить отчет о проделанной работе.

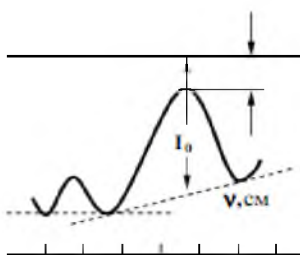
Ход работы:

Расчет коэффициента поглощения слюды проводится методом базовой линии с использованием закона Бугера - Ламберта - Бера.

$$I = I_0 e^{-kd},$$

Для снижения погрешностей рекомендуется работать в пределах пропускания 20-60%. При большем поглощении необходимо уменьшать толщину образца слюды. Для измерения интенсивности фона (I_0) на длине волны пика полосы (I) пользуются базовой линией как линией отсчета. Прямая базовая линия проводится для аналитической

полосы через ее крайние точки, где уже нет поглощения, или как касательная в спектральной кривой по краям полосы, как показано на рис.



Проведение базовой линии (пунктир); нулевая линия - сплошная прямая

$$I = I_0 e^{-kd} ; I/I_0 = e^{-kd} ; \ln(I/I_0) = kd = D ; k = D/d$$

(D - оптическая плотность,

d - толщина кристалла,

I_0 - интенсивность падающего излучения на образец;

I - интенсивность прошедшего)

1. Приготовить образцы слюд различной толщины.
2. Снять ИК-спектры приготовленных образцов.
3. Провести интерпретацию полос полученного спектра.
4. Выбрать характеристические частоты полосы поглощения, провести базовую линию в максимуме полосы поглощения. Рассчитать коэффициент поглощения. Данные занести в табл. 7.1.
5. Построить график $D=f(d)$ для различных толщин (d) кристалла с целью проверки справедливости закона Бугера-Ламберта-Бера.
6. Провести анализ полученных результатов.

Величина коэффициента поглощения в максимуме полосы

Минерал	d , см	ν , см ⁻¹	I_0	I	k , см ⁻¹
Флогопит					
Мусковит					

Форма представления результата:

Название и цель работы.

Написать схемы уравнений реакций.

Сделать вывод о проделанной работе.

Тема 1.5 Характеристика физико-химических методов анализа, их классификация преимущества перед другими методами, область применения

Лабораторная работа №4

Определение pH растворов различной концентрации

Цель работы:

Определение pH растворов различной концентрации

Выполнив работу, Вы будете:

уметь:

- пользоваться аналитическими весами, выполнять основные операции весового анализа.

Порядок выполнения работы:

Изучить методические указания к данной лабораторной работе.

Определить продукты реакции

Выполнить отчет о проделанной работе.

Ход работы

1. Сделайте расчёт и приготовьте определённое количество раствора заданной процентной концентрации (название соли каждому студенту отдельно сообщается преподавателем, также рекомендуется изменить количество и процентное содержаниеготавливаемых растворов).

Вычисленное количество соли отвесьте на весах. Необходимое количество воды отмерьте измерительным цилиндром и вылейте в колбу. Всыпьте отвешенную соль в воду и размешивайте до полного растворения. Приготовьте этикетку и наклейте на колбу.

2. Сделайте расчёт и приготовьте определенное количество миллилитров раствора заданной молярной концентрации (каждому студенту преподаватель даёт заранее подготовленное задание).

3. В 50мл. воды растворите 3 г. Хлористого калия. Вычислите процентную концентрацию полученного раствора. Слейте раствор в бутылочку и наклейте этикетку. (Задание выдаётся индивидуально).

4. В 100мл. воды растворите 1 г. Едкого натра. Вычислите молярную концентрацию полученного раствора. Слейте раствор в бутылочку и наклейте этикетку. (Задание выдаётся индивидуально).

Форма предоставления результата

1. Название и цель работы.
2. Выполнить расчет необходимых реактивов для приготовления растворов.
3. Сделать вывод о проделанной работе.

Тема 2.1.

Химическое равновесие и теория электролитической диссоциации.

Практическая работа №4

Составление уравнений электролитической диссоциации

Цель работы:

Составление уравнений электролитической диссоциации

Выполнив работу, Вы будете:

уметь:

- проводить физико-химический анализ металлов и оценивать его результаты;
- использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии;

Порядок выполнения работы:

Изучить методические указания к данной практической и лабораторной работе.

Определить продукты реакции

Выполнить отчет о проделанной работе.

Ход работы:

Процесс разрушения или распада электролита на ионы называется электролитической диссоциацией. Составные части распавшихся молекул или кристаллов представляют собой частицы, имеющие заряд. Их называют ионы. Растворы веществ, молекулы или кристаллы которых способны распадаться на ИОНЫ (диссоциировать), могут проводить электрический ток. Именно поэтому их называют электролитами. Часто процесс электролитической диссоциации называют просто: диссоциация.

1. Диссоциация сильных электролитов

При диссоциации кислот их молекулы распадаются всегда на положительно заряженные ионы водорода H и отрицательно заряженные ионы кислотных остатков.

Рассмотрим уравнение диссоциации кислоты сильного электролита. (видео урок)

При диссоциации оснований их молекулы распадаются всегда на положительно заряженные ионы металла и отрицательно заряженные гидроксид-ионы (ОН⁻).

2. При диссоциации солей их молекулы распадаются всегда на положительно заряженные ионы металла и отрицательно заряженные ионы кислотных остатков.

3. Составление уравнения диссоциации соли, в которой кислотный остаток состоит из одного элемента (хлорид (Cl), сульфиды (S)), отличается от тех уравнений, в которых молекулы солей имеют в кислотном остатке два элемента.

4. Диссоциация слабых электролитов

диссоциация многоосновных кислот слабых электролитов на ионы происходит постепенно (ступенчато). При этом на каждой стадии диссоциации образуется один ион водорода H и отрицательно заряженные ионы кислотных остатков. Вторая стадия диссоциации $\text{HCO}_3^- \leftrightarrow \text{H}^+ + \text{CO}_3^{2-}$.

Число стадий диссоциации кислоты — слабого электролита равно числу атомов водорода H в его молекуле.

Диссоциация слабых электролитов многокислотных оснований на ионы происходит постепенно (ступенчато). При этом на каждой стадии диссоциации образуется 1 гидроксид-ион (ОН⁻).

Такие основания, как правило, содержат несколько групп ОН. Рассмотрим уравнение диссоциации основания — слабого электролита Mg(OH)_2

Первая стадия диссоциации



Число стадий диссоциации основания — слабого электролита равно числу групп ОН в его молекуле. (видео урок)

Уравнения диссоциации солей слабых электролитов на ионы записывают в одну стадию.

При этом образуются положительно заряженные ИОНЫ металла и отрицательно заряженные ионы кислотного остатка.

Форма представления результата:

Название и цель работы.

Написать схемы уравнений реакций.

Сделать вывод о проделанной работе.

Тема 2.2.

Окислительно-восстановительные реакции

Практическая работа № 5

Составление окислительно-восстановительных реакций методом электронного баланса

Цель работы:

Составление окислительно-восстановительных реакций методом электронного баланса

Выполнив работу, Вы будете:

уметь:

- проводить физико-химический анализ металлов и оценивать его результаты;
- использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии;

Порядок выполнения работы:

Изучить методические указания к данной практической и лабораторной работе.

Определить продукты реакции

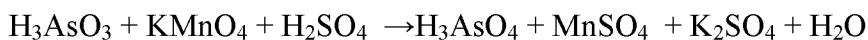
Выполнить отчет о проделанной работе.

Ход работы:

По методу электронного баланса сравнивают степени окисления атомов в исходных и конечных веществах, причем число электронов отданных восстановителем, должно равняться числу электронов, присоединенных окислителем.

1) Метод электронного баланса

+3 +7 +5 +2



Из схемы реакции видно, что степень окисления атома мышьяка до реакции +3, после +5, степень окисления марганца изменилась от +7 до +2.

Отражаем это изменение степени окисления в электронных уравнениях.

Восстановитель $\text{As}^{+3} - 2\text{e}^- = \text{As}^{+5}$ 5 процесс окисления

Окислитель $\text{Mn}^{+7} + 5\text{e}^- = \text{Mn}^{+2}$ 2 процесс восстановления

ОВР, протекающие в водных растворах, расплавах и других ионизирующих растворителях, уравнивают методом электронно-ионного баланса. При составлении полуреакций используются ионы и (или) молекулы, присутствующие в растворе. Если вещество нерастворимо – оно записывается в недиссоциированном виде. Если атомы, у которых изменяются CO , входят в состав сразу нескольких частиц, то используются те частицы, концентрация которых преобладает. Например, в водном растворе слабой кислоты H_2S присутствуют анионы и $-\text{HS}^-$ $-\text{S}^{2-}$, причём $[\text{H}_2\text{S}] \gg [\text{HS}^-] \gg [\text{S}^{2-}]$. Поэтому, из всех частиц, содержащих серу, для уравнивания используем H_2S .

Алгоритм метода:

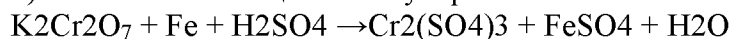
1. Найти частицы, атомы которых меняют CO , и составить полуреакции с их участием. При этом необходимо учитывать электролитическую диссоциацию и влияние pH среды (сильные электролиты диссоциируют полностью, слабые кислоты – только в щелочной среде, слабые основания – только в кислой).
2. Уравнивать полуреакции, добиваясь:
 - материального баланса. Для достижения материального баланса в водных растворах можно использовать молекулы H_2O , кроме того, в кислой среде -

катионы H^+ , в щелочной – анионы, в нейтральной – или $H-OH^+$, или $-OH$ (табл.2).

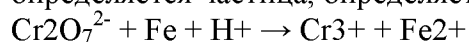
- баланса по зарядам (равенства суммарных зарядов всех ионов и электронов в левой и правой частях уравнения). Для этого к левой части полуреакции добавляют или вычитают из неё необходимое количество электронов.
3. Умножить полуреакции на коэффициенты, добиваясь выполнения условия: число отданных электронов (в полуреакции окисления) равно числу принятых электронов (в полуреакции восстановления).
 4. Сложить обе полуреакции, в результате чего получится запись уравнения в ионной форме.
 5. Добавить к левой и правой частям ионного уравнения одинаковое количество противоионов
 6. Метод полуреакций (электронно – ионный метод) применяют для реакций, протекающих в растворах. Электронно-ионные уравнения точнее отражают истинные изменения веществ в процессе окислительно-восстановительной реакции и облегчают составление уравнений этих процессов в ионно-молекулярной формуле. Ионно - электронный метод (метод полуреакций) – основан на составлении отдельных ионных уравнений полуреакций – процессов окисления и восстановления – с последующим их суммированием в общее ионное уравнение.

Главные этапы:

1) записывается общая молекулярная схема

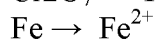
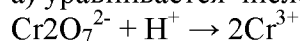


2) составляется ионная схема реакции. При этом сильные электролиты представлены в виде ионов, а слабые электролиты, осадки и газы – в молекулярном виде. В схеме определяется частица, определяется характер среды (H^+ , H_2O или OH^-)

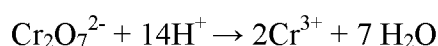


3) Составляются уравнения 2-х полуреакций.

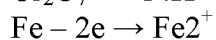
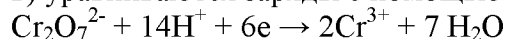
а) уравнивается число всех атомов, кроме водорода и кислорода



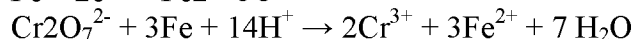
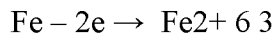
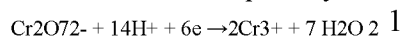
б) уравнивается кислород с использованием молекул H_2O или связывания его в H_2O



в) уравниваются заряды с помощью прибавления электронов



4) уравнивается общее число участвующих электронов путем подбора дополнительных множителей по правилу наименьшего кратного, и суммируются уравнения обеих полуреакций.



5) записываются уравнения в молекулярной форме, с добавлением ионов, не участвующих в процессе окисления- восстановления.



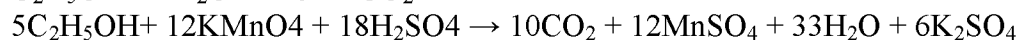
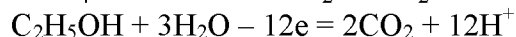
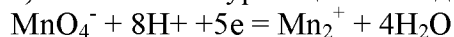
Пример 1.

Методом полуреакций составьте а) уравнение реакции окисления этилового спирта перманганатом калия в сильноокислой среде: $C_2H_5OH + KMnO_4 + H_2SO_4 \rightarrow$; б) уравнение реакции взаимодействия

глюкозы с перманганатом калия в кислой среде: $C_6H_{12}O_6 + KMnO_4 + H_2SO_4 \rightarrow$.

Решение: Перманганат калия в кислой среде проявляет свойства сильного окислителя. Органические вещества, как правило, являются восстановителями, при взаимодействии с сильными окислителями окисляются до CO_2 .

а) составим полуреакции и найдем коэффициенты:



б) аналогично составим полуреакцию с участием глюкозы:

Форма представления результата:

Название и цель работы.

Написать схемы уравнений реакций.

Сделать вывод о проделанной работе.

Тема 2.3.

Взаимодействия металлов (сырья), металлических порошков с газами и другими веществами

Лабораторная работа № 5

Определение содержания хрома в стали

Цель работы: Определение содержания хрома в стали

Выполнив работу, Вы будете:

уметь:

- проводить физико-химический анализ металлов и оценивать его результаты;
- использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии;

Порядок выполнения работы:

Изучить методические указания к данной практической и лабораторной работе.

Определить продукты реакции

Выполнить отчет о проделанной работе.

Ход работы:

- Фотокolorиметрическое определение концентрации вещества в растворе методом сравнения оптической плотности исследуемого и стандартного растворов.
- Экстракционно-фотометрическое определение малых количеств хрома с дифенилкарбазидом
- Методы прямого спектрального анализа
- Эмиссионная фотометрия пламени
- Атомно-абсорбционный метод
- Методы прямого спектрального анализа

Спектральный анализ — совокупность методов качественного и количественного определения состава объекта, основанная на изучении спектров взаимодействия материи с излучением, включая спектры электромагнитного излучения, акустических волн, распределения по массам и энергиям элементарных частиц и др. Атомы каждого химического элемента имеют строго определённые резонансные частоты, в результате чего именно на этих частотах они излучают или поглощают свет. Это приводит к тому, что в спектроскопе на спектрах видны линии (тёмные или светлые) в определённых местах, характерных для каждого вещества. Интенсивность линий зависит от количества

вещества и его состояния. В количественном спектральном анализе определяют содержание исследуемого вещества по относительной или абсолютной интенсивностям линий или полос в спектрах. Оптический спектральный анализ характеризуется относительной простотой выполнения, отсутствием сложной подготовки проб к анализу, незначительным количеством вещества (10—30 мг), необходимого для анализа на большое число элементов. Атомарные спектры (поглощения или испускания) получают переводением вещества в парообразное состояние путём нагревания пробы до 1000—10000 °С. В качестве источников возбуждения атомов при эмиссионном анализе токопроводящих материалов применяют искру, дугу переменного тока; при этом пробу помещают в кратер одного из угольных электродов. Для анализа растворов широко используют пламя или плазму различных газов.

Форма представления результата:

Название и цель работы.

Написать схемы уравнений реакций.

Сделать вывод о проделанной работе

Тема 3.1

Эмиссионный спектральный анализ.

Практическая работа №6

Ознакомление с устройством, принципом действия и эксплуатации экспресс - анализаторов

Цель работы:

Ознакомление с устройством, принципом действия и эксплуатации экспресс - анализаторов

Выполнив работу, Вы будете:

уметь:

- проводить физико-химический анализ металлов и оценивать его результаты;
- использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии;

Порядок выполнения работы:

Изучить методические указания к данной практической и лабораторной работе.

Определить продукты реакции

Выполнить отчет о проделанной работе.

Ход работы:

Кулонометрические методы

Кулонометрический метод анализа основан на измерении количества электричества, израсходованного в ходе электрохимической реакции определяемого вещества. Если протекает какая-либо электрохимическая реакция, то по количеству электричества, израсходованного на эту реакцию, и числу электронов n , принимающих в ней участие,

можно определить содержание исходного вещества g в соответствии с законом Фарадея по формуле:

$$g = (AQ)/(Fn) = (AQ) / (96485n)$$



Рис. 5. Схемы кулонометрических методов анализа: а) — для измерения количества электричества; б) — для измерения количества электричества, израсходованного на электрохимическую реакцию.

где Q — количество электричества, равное произведению силы тока на длительность его прохождения через раствор; A — атом-масса вещества; F — постоянная Фарадея.

На этом основан прямой кулонометрический метод, в котором расчет ведут по продолжительности электролиза.

В этом случае не требуется построения градуировочных графиков и применения стандартных растворов, что выгодно отличает его от других физико-химических методов анализа.

Косвенный кулонометрический метод (кулонометрического титрования) основан на получении (генерировании) реагирующих с определяемым веществом ионов в самом титруемом растворе. Прямой кулонометрический анализ обычно осуществляют при постоянном потенциале рабочего электрода, а косвенный — при постоянной силе тока, проходящего через электролитическую ячейку. Схема кулонометрического анализа при постоянном потенциале представлена на рис. 5, а. Ток от аккумуляторной батареи при помощи потенциометра при определенном потенциале, контролируемом вольтметром, подается на кулонометрическую ячейку. Количество электричества, прошедшего через кулонометрическую ячейку, определяется кулонометром. В кулонометрической ячейке происходит восстановление определяемого иона. Сила тока, протекающем в цепи, по мере уменьшения концентрации определяемого иона снижается и в момент его полного восстановления становится близкой к нулю. Это указывает на окончание процесса восстановления определяемого иона. Определив кулонометром количество электричества, израсходованного на восстановление, по формуле (18) рассчитывают количество определяемого вещества в кулонометрической ячейке.

Принципиальная схема для кулонометрического титрования при постоянной силе тока для определения, например, содержания хрома, приведена на рис. 5, б. В кулонометрическую ячейку для титрования наливают анализируемый раствор бихромата калия и раствор хлорида железа. Катод опускают непосредственно в раствор, а анод — в пористый сосуд, содержащий раствор хлорида калия. От аккумуляторной батареи при помощи регулировочного реостата через раствор пропускается постоянный ток, контролируемый амперметром. При этом в анализируемом растворе на катоде происходит восстановление трехвалентного железа до двухвалентного, которое сразу же окисляется до трехвалентного бихроматом, находящимся в растворе. Указанный процесс протекает до тех пор, пока весь шестивалентный хром не восстановится до трехвалентного. В этот момент в растворе появятся избыточные ионы двухвалентного железа, которые легко обнаружить по потенциометрическим методом.

Количество электричества, расходуемого на титрование, равно произведению силы тока на длительность его протекания. Таким образом, в этом виде кулонометрического анализа титрование проводят веществом, которое образуется (генерируется) в титруемом растворе в результате реакций восстановления или окисления и взаимодействует с анализируемыми ионами.

Кулонометрический метод титрования положен в основу, например, широко применяемых экспресс-анализаторов для определения содержания углерода и серы в металле. Схема работы экспресс-анализатора для анализа углерода приведена на рис. 6. Навеску металла (0,5 г), помещенную в фарфоровую лодочку, сжигают в трубчатой печи при 1300—1350 С в потоке чистого кислорода, расход которого регулируется автоматически от 0,2 до 2 л/мин. При этом весь углерод окисляется до CO_2 . Непрерывный поток кислорода уносит из печи CO_2 в электролитическую ячейку 2 датчика экспресс-анализатора. Здесь CO_2 поглощается слабощелочным поглотительным раствором 3 (рН~10,2), вызывая повышение концентрации ионов водорода H^+ . Это изменяет рН среды, фиксируемой через электроды 4, 5 и рН-метр 6. Изменение э. д. с. электродной системы рН-метра приводит к изменению силы тока на выходе усилителя рН-метра, в результате чего специальный регулятор 7, соединенный с выходом рН-метра, автоматически включает источник стабилизированного генераторного тока 8.

Генераторный ток протекает через анод 10, катод 9 и проницаемую для тока перегородку 11 (целлофановую пленку). При этом ионы H^+ разряжаются на катоде с образованием молекулярного водорода. Генераторный ток протекает до тех пор, пока не будут нейтрализованы ионы H^+ и э. д. с. рН-метра, а также сила тока на выходе рН-метра не достигнет первоначального значения (0,2 мА). Количество электричества, затраченного на титрование (возвращение к исходному значению рН), однозначно связано с количеством поглощенного углекислого газа, а следовательно количеством углерода в анализируемой пробе металла. Количество электричества определяется автоматическим интегрированием силы тока титрования специальным кулонометром - интегратором тока 13, на выходе которого включены неоновые цифровые лампы, показывающие процентное содержание углерода в анализируемой пробе.

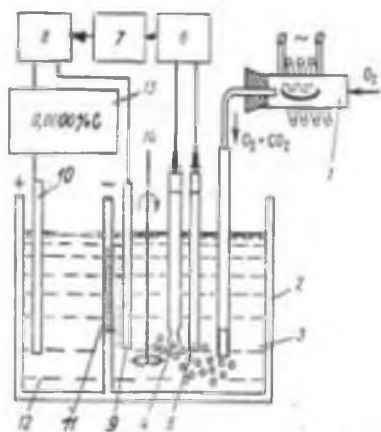
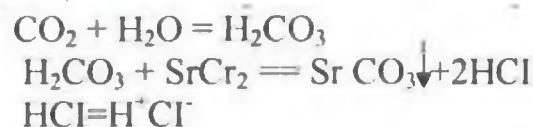


Рис. 3. Схема работы цифрового анализатора для кулонометрического определения содержания углерода в металле

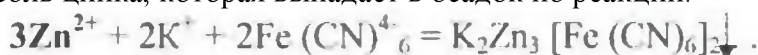
При поглощении углекислого газа поглотительным раствором, в состав которого входят хлористый калий, протекают следующие реакции:



В результате протекания указанных реакций и происходит повышение концентрации ионов H^+ в поглотительном растворе, который для более полного поглощения углекислого газа перемешивается мешалкой 14.

При протекании генераторного тока на катоде, опущенном в поглотительный раствор, протекает реакция $2H^+ + 2e = H_2 \uparrow$, а на аноде,

изготовленном из цинка, реакция $Zn - 2e = Zn^{2+}$. Анод погружен во вспомогательный раствор 72, в состав которого входят хлористый калий и ферроцианид калия. Ионы цинка, взаимодействуя с ферроцианидом калия, образуют комплексную соль цинка, которая выпадает в осадок по реакции:



Основные технические характеристики экспресс-анализаторов АН-29 и АН-160:

Диапазон определяемых концентраций углерода, %	АН-29	АН-160
Расход кислорода, г/мин	0,03—2,0	0,001—0,2
Генераторный ток, А	0,6—0,8 0,38—0,42	0,6—0,8 0,38—0,42
Холостой счет прибора, %/мин.....	0,01—0,002	0,0002—0,0003
Чувствительность, число импульсов генераторного тока на 0,1	0,03—0,04 60	0,006—0,008 60—120

мА рН-метра		
Продолжительность анализа, с	60	60-120

В настоящее время на металлургических заводах широко используют отечественные экспресс-анализаторы для определения содержания углерода (типа АН-29, АН-160) и серы (типа АС-7012, АС-7412).

Форма представления результата:

Название и цель работы.

Написать схемы уравнений реакций.

Сделать вывод о проделанной работе

Тема 3.2.

Рентгеноструктурный анализ.

Практическая работа №7

Ознакомление с устройством, принципом действия рентгеноскопа

Цель работы:

Ознакомление с устройством, принципом действия рентгеноскопа

Выполнив работу, Вы будете:

уметь:

- проводить физико-химический анализ металлов и оценивать его результаты;
- использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии;

Порядок выполнения работы:

Изучить методические указания к данной практической работе.

Определить продукты реакции

Выполнить отчет о проделанной работе.

Ход работы:

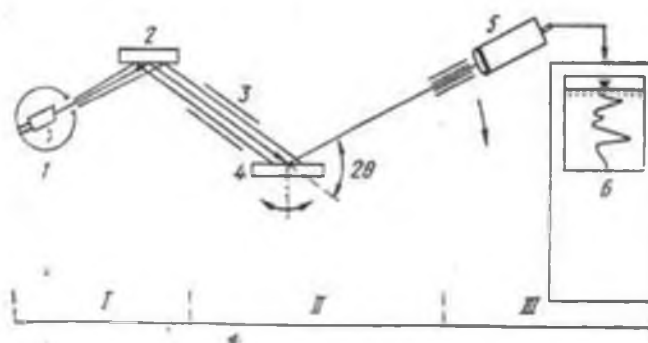


Рис. 41. Схема установки для рентгеноспектрального анализа:
 I — возбуждение; II — разложение в спектр; III — регистрация;
 1 — рентгеновская трубка; 2 — проба; 3 — излучения флуоресценции;
 4 — кристалл-анализатор; 5 — детектор; 6 — регистрирующий измерительный прибор

В общем случае схему рентгеноспектрального анализа можно представить следующим образом; 1) возбуждение рентгеновского характеристического излучения элементов, образующих пробу; 2) разложение рентгеновского излучения в спектр (выделение аналитических линий элементов); 3) регистрация и измерение

интенсивности рентгеновского характеристического излучения элементов. В связи с этим все рентгеновские спектрометрические системы имеют общие компоненты:

1) источник возбуждения характеристического излучения элементов пробы; 2) диспергатор — устройство для выделения аналитических сигналов элементов; 3) детектор с соответствующим электронным устройством (рис. 41).

Методы возбуждения рентгеновского характеристического излучения включают: *электронную бомбардировку; рентгеновское излучение*

(флюоресцентное возбуждение), излучение радиоактивных изотопов.

Для электронного возбуждения характерна высокая эффективность, однако вследствие сильного разогрева образца под воздействием электронного пучка (до нескольких сот градусов) возможны селективное испарение элементов и другие химические изменения в образце. К недостаткам электронного возбуждения относятся интенсивный фон и необходимость работать под вакуумом. Отмеченные недостатки проявляются слабее при возбуждении характеристического рентгеновского излучения пробы остро сфокусированным электронным пучком (электронный микронд). В этом случае перегрева образца не происходит из-за интенсивного теплоотвода с микронного участка.

Недостатков, характерных для возбуждения электронами, лишено флюоресцентное возбуждение. Этот метод выдвинулся на передний план после того, как была разработана совершенная техника регистрации слабого флюоресцентного рентгеновского излучения. Источником первичного возбуждающего излучения служат рентгеновские трубки. Первичное излучение

подбирают таким образом, чтобы энергия его квантов была заведомо выше энергии квантов характеристического рентгеновского излучения самого тяжелого элемента пробы. В то же время следует учитывать, что коротковолновое жесткое рентгеновское излучение очень слабо поглощается пробой, поэтому возбуждение флюоресценции средних и легких элементов будет малоэффективно.

Возбуждение рентгеновского характеристического излучения проб посредством излучения радиоактивных изотопов используется в рентгенорадиометрическом анализе. Достоинствами метода являются компактность аппаратуры и строго монохроматическое излучение источника. Основной недостаток — низкая интенсивность первичного излучения.

Разложение рентгеновского излучения в спектр. Выделение излучения требуемой длины волны. В современных рентгеноспектральных установках используют два способа разложения излучения на составляющие: 1) дисперсия по длине волны (дифракция на монокристаллах); 2) дисперсия по энергии. В рентгеновских спектрометрах с дисперсией по длине волны диспергирующим элементом служит кристалл-анализатор., действующий аналогично дифракционной решетке в оптической спектрометрии. Угол дифракции рентгеновского луча θ с длиной волны λ от кристалла-анализатора, имеющего межплоскостное расстояние d , определяется уравнением Вульфа — Брэгга:

$$2d \sin \theta = n\lambda$$

В зависимости от диапазона длин волн используют кристаллы с различными значениями межплоскостных расстояний: кварц, кальцит,

флюорит, дигидрофосфат аммония и др. Способ дисперсии по длине волны обладает тем достоинством, что позволяет выделить любую заданную спектральную линию плавной настройкой. Недостатком является большая потеря интенсивности излучения при отражении от кристалла. В оптимальных условиях интенсивность отраженного луча составляет от 5 до 20 % падающего на монокристалл монохроматического излучения.

В случае энергетической дисперсии детекторами излучения служат

полупроводниковые кристаллы. При поглощении рентгеновских квантов таким кристаллом в нем возникают электрические импульсы, связанные с энергией квантов. Усиленные импульсы попадают на многоканальный анализатор. Обработка импульсов, представление и запоминание обеспечиваются приборами записи сигналов, импульсным спектрометром и ЭВМ. Энергетическое разрешение может осуществляться также с помощью пропорциональных и сцинтилляционных счетчиков.

Достоинством дисперсии рентгеновского излучения по энергии является возможность разрешения очень слабых сигналов рентгеновского излучения. Метод удобен для контроля производственных процессов.

Детекторы рентгеновских лучей.

Рентгеновское излучение можно зарегистрировать, наблюдая какой-либо из эффектов его взаимодействия с веществом. Такими эффектами являются: образование скрытого изображения на фотопластинке, ионизация газа, возбуждение фосфора, дающего видимый свет, фотопроводимость, вызванная действием рентгеновских лучей на полупроводниковые кристаллы.

Регистрация фотографическим способом в рентгеноспектральных приборах сейчас практически не применяется. В то же время широко используются в рентгеновских спектрометрах, газонаполненные детекторы — счетчики Гейгера, пропорциональные счетчики. Они преобразуют энергию рентгеновских квантов в электрические импульсы. На каждый поглощенный квант детектор дает импульс. В пропорциональных счетчиках амплитуда импульса связана с энергией рентгеновского кванта. При использовании такого детектора с амплитудным селектором он может быть применен для выделения и регистрации излучения требуемых длин волн. Количественный анализ легких элементов по линиям характеристического рентгеновского спектра затруднен вследствие резкого ослабления длинноволновых линий в окне счетчика. Дальнейший прогресс анализа стал возможным после разработки проточных счетчиков. Окна для рентгеновского излучения делают в них настолько тонкими, что утечка газа неизбежна. Счетчики могут успешно работать, если через них непрерывно пропускается газовый поток.

Действие сцинтилляционных счетчиков основано на возникновении свечения при поглощении рентгеновских квантов флюоресцирующим материалом. В них наблюдается пропорциональность между величиной (амплитудой) импульса и энергией регистрируемого кванта. В коротковолновой области спектра целесообразно использовать сцинтилляционные счетчики, а длинноволновой — пропорциональные.

При поглощении рентгеновских квантов полупроводниковым детектором в нем возникают электрические импульсы, обработка которых проводится с помощью многоканальных анализаторов. Полупроводниковые детекторы дают возможность регистрировать очень слабые сигналы, что позволяет снизить абсолютный предел обнаружения элементов. Кроме того, это позволяет использовать для возбуждения излучения элементов радиоактивные изотопы.

Рентгеновские спектрометры. Отечественные и зарубежные приборостроительные предприятия производят широкий ассортимент аппаратуры, предназначенной для проведения рентгеноспектрального анализа. Выбор прибора определяется конкретной аналитической задачей. К факторам, которые следует принимать во внимание, относятся: сложность проб по химическому составу, тип и количество проб, стоимость элементопределения, метрологические характеристики и другая информация, которую надо получить об образцах.

По своему назначению спектрометры делятся на коротковолновые, длинноволновые и всеволновые. Спектрометры, имеющие несколько каналов, установленных для одновременной регистрации определенных длин волн, называют

квантометрами. По способу выделения аналитической линии спектральные приборы делят на кристалльные и бескристалльные.

Рентгенорадиометрический анализ.

Рентгенорадиометрический анализ нашел применение в практике горно-обогатительных и металлургических предприятий. Этому способствовали разработка высокоэффективных детекторов слабого флуоресцентного рентгеновского излучения, а также промышленный выпуск широкого набора радиоактивных изотопов с относительно невысокой ценой и подходящим периодом полураспада. Наиболее часто используются изотопы, испускающие γ -кванты в результате захвата ядром орбитального электрона, например ^{50}Re , $^{109}\text{C} \pm$. Радиоактивное излучение от источника падает на образец и индуцирует в нем флуоресцентное излучение. Это излучение измеряется пропорциональным счетчиком и результат измерения обрабатывается на ЭВМ, включенной в блок электроники прибора. В качестве окончательного результата на цифровой индикатор (дисплей) выдаются данные по содержанию химических элементов в образце с их символьными обозначениями.

Рентгенорадиометрические анализаторы предназначены для анализа объектов на элементы от $Z=12$ до $Z=92$. Градуировка приборов осуществляется по стандартным образцам. Современные конструкции анализаторов позволяют получать одновременно данные по 1—6 элементам.

Приборы могут применяться для экспрессного анализа в условиях нестационарных лабораторий, в том числе для массового анализа проб на промышленных предприятиях.

Локальный анализ. Локальный рентгеноспектральный анализ используется для идентификации включений в сплавах и минералах, изучения диффузионных зон, распределения элементов по поверхности и т. д. Важным обстоятельством является то, что метод даёт возможность работать с предельно малыми объемами исследуемого вещества (порядка нескольких кубических микрометров).

Рентгеноспектральный микроанализатор основан на возбуждении рентгеновского характеристического излучения с помощью остро сфокусированного электронного пучка и последующей регистрации разделенного по длинам волн рентгеновского излучения. Локальность анализа, т. е. диаметр исследуемой площади, 1—2 $\mu\text{м}$. Приборы позволяют вести визуальное наблюдение за исследуемым образцом с полезным увеличением $\times 450$, при этом перекрестие микроскопа совпадает с участком образца, облучаемым электронами. При анализе неметаллических образцов на исследуемую поверхность необходимо напылять электропроводящие слои толщиной 1 нм.

Форма представления результата:

Название и цель работы.

Написать схемы уравнений реакций.

Сделать вывод о проделанной работе