

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

Многопрофильный колледж



**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ДЛЯ ЛАБОРАТОРНЫХ И ПРАКТИЧЕСКИХ ЗАНЯТИЙ
УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЫ
ОП.08 Химические и физико-химические методы анализа**

для обучающихся специальности

22.02.05 Обработка металлов давлением

Магнитогорск, 2022

ОДОБРЕНО

Предметно-цикловой комиссией
«Металлургии и обработки металлов давлением»
Председатель О.В.Шелковникова
Протокол № 10 от 22.06.2022 г

Методической комиссией МпК
Протокол № 6 от 29.06.2022 г.

Разработчик (и):

преподаватель ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова» Многопрофильный колледж
Н.А Петровская

Методические указания по выполнению практических и лабораторных занятий разработаны на основе рабочей программы учебной дисциплины «ХИМИЧЕСКИЕ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА».

Содержание практических и лабораторных занятий ориентировано на подготовку обучающихся к освоению профессионального (ых) модуля (ей) программы подготовки специалистов среднего звена по специальности 22.02.05 Обработка металлов давлением

СОДЕРЖАНИЕ

1 ВВЕДЕНИЕ	4
2 МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ.....	7
Практическое занятие №1.....	7
Практическое занятие №2,3.....	8
Лабораторное занятие №1.....	12
Лабораторное занятие №2.....	14
Лабораторное занятие №3.....	15
Практическое занятие №4.....	17
Лабораторное занятие №4.....	20
Лабораторное занятие №5.....	22
Практическое занятие №5.....	23
Практическое занятие №6.....	24
Лабораторное занятие №6.....	27
Лабораторное занятие №7.....	28
Лабораторное занятие №8.....	31
Практическое занятие №7.....	37
Практическое занятие № 8.....	40

1 ВВЕДЕНИЕ

Важную часть теоретической и профессиональной практической подготовки обучающихся составляют практические и лабораторные занятия.

Состав и содержание практических и лабораторных занятий направлены на реализацию Федерального государственного образовательного стандарта среднего профессионального образования.

Ведущей дидактической целью практических и лабораторных занятий является формирование профессиональных практических умений (умений выполнять определенные действия, операции, необходимые в последующем в профессиональной деятельности) или учебных практических умений, необходимых в последующей учебной деятельности.

В соответствии с рабочей программой учебной дисциплины «Химические и физико-химические методы анализа» предусмотрено проведение практических занятий.

В результате их выполнения, обучающийся должен:

уметь:

- У 1.1.10 проводить физико-химический анализ металлов и оценивать его результаты;
- У 1.1.11 использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии;
- Уо01.01 задачу и/или проблему в профессиональном и/или социальном контексте;
- Уо02.01 определять задачи для поиска информации;
- Уо04.01 организовывать работу коллектива и команды;
- Уо05.01 грамотно излагать свои мысли и оформлять документы по профессиональной тематике на государственном языке, проявлять толерантность в рабочем коллективе
- Уо06.01 описывать значимость своей специальности;
- Уо07.01 соблюдать нормы экологической безопасности;
- Уо09.01 понимать общий смысл четко произнесенных высказываний на известные темы (профессиональные и бытовые), понимать тексты на базовые профессиональные темы;

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

- ПК 1.1. Планировать производство и организацию технологического процесса в цехе обработки металлов давлением.
- ПК 1.2. Планировать грузопотоки продукции по участкам цеха.
- ПК 1.3. Координировать производственную деятельность участков цеха с использованием программного обеспечения, компьютерных и коммуникационных средств.
- ПК 1.4. Организовывать работу коллектива исполнителей.
- ПК 1.5. Использовать программное обеспечение по учёту и складированию выпускаемой продукции.
- ПК 1.6. Рассчитывать и анализировать показатели эффективности работы участка, цеха.
- ПК 1.7. Оформлять техническую документацию на выпускаемую продукцию.
- ПК 1.8. Составлять рекламации на получаемые исходные материалы.
- ПК 2.1. Выбирать соответствующее оборудование, оснастку и средства механизации для ведения технологического процесса.
- ПК 2.2. Проверять исправность и оформлять техническую документацию на технологическое оборудование.
- ПК 2.3. Производить настройку и профилактику технологического оборудования.
- ПК 2.4. Выбирать производственные мощности и топливно-энергетические ресурсы для ведения технологического процесса.
- ПК 2.5. Эксплуатировать технологическое оборудование в плановом и аварийном режимах.

- ПК 2.6. Производить расчеты энергосиловых параметров оборудования.
- ПК 3.1. Проверять правильность назначения технологического режима обработки металлов давлением.
- ПК 3.2. Осуществлять технологические процессы в плановом и аварийном режимах.
- ПК 3.3. Выбирать виды термической обработки для улучшения свойств и качества выпускаемой продукции.
- ПК 3.4. Рассчитывать показатели и коэффициенты деформации обработки металлов давлением.
- ПК 3.5. Рассчитывать калибровку рабочего инструмента и формоизменение выпускаемой продукции.
- ПК 3.6. Производить смену сортимента выпускаемой продукции.
- ПК 3.7. Осуществлять технологический процесс в плановом режиме, в том числе используя программное обеспечение, компьютерные и телекоммуникационные средства.
- ПК 3.8. Оформлять техническую документацию технологического процесса.
- ПК 3.9. Применять типовые методики расчета параметров обработки металлов давлением.
- ПК 4.1. Выбирать методы контроля, аппаратуру и приборы для контроля качества продукции.
- ПК 4.2. Регистрировать и анализировать показатели автоматической системы управления технологическим процессом.
- ПК 4.3. Оценивать качество выпускаемой продукции.
- ПК 4.4. Предупреждать появление, обнаруживать и устранять возможные дефекты выпускаемой продукции.
- ПК 4.5. Оформлять техническую документацию при отделке и контроле выпускаемой продукции.
- ПК 5.1. Организовывать и проводить мероприятия по защите работников от негативного воздействия производственной среды.
- ПК 5.2. Проводить анализ травмоопасных и вредных факторов на участках цехов обработки металлов давлением.
- ПК 5.3. Создавать условия для безопасной работы.
- ПК 5.4. Оценивать последствия технологических чрезвычайных ситуаций и стихийных явлений на безопасность работающих.
- ПК 5.5. Оказывать первую медицинскую помощь пострадавшим.

А также формированию общих компетенций:

- ОК01.Выбирать способы решения задач профессиональной деятельности применительно к различным контекстам
- ОК02.Использовать современные средства поиска, анализа и интерпретации информации и информационные технологии для выполнения задач профессиональной деятельности
- ОК 04.Эффективно взаимодействовать и работать в коллективе и команде
- ОК 05.Осуществлять устную и письменную коммуникацию на государственном языке Российской Федерации с учетом особенностей социального и культурного контекста
- ОК06.Проявлять гражданско-патриотическую позицию, демонстрировать осознанное поведение на основе традиционных общечеловеческих ценностей, в том числе с учетом гармонизации межнациональных и межрелигиозных отношений, применять стандарты антикоррупционного поведения
- ОК 07.Содействовать сохранению окружающей среды, ресурсосбережению, применять знания об изменении климата, принципы бережливого производства, эффективно действовать в чрезвычайных ситуациях
- ОК 09.Пользоваться профессиональной документацией на государственном и иностранном языках

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

Практическое занятие №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;

Материальное обеспечение:

Оборудование учебного кабинета:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- таблицы.

Оборудование лаборатории:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- методические указания для практических работ;
- методические указания для лабораторных работ;
- методические указания для самостоятельной работы;
- химическое оборудование;
- химические реактивы;
- учебное пособие, справочники по аналитической химии.

Технические средства обучения:

- Аудио-, видео-, проекционная аппаратура.

Задание:

1. Получить задание у преподавателя.
2. Изучить теоретическую часть задания.
3. Оформить практическое занятие в тетрадях.

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 - 5 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.

Критерии оценки:

1. «5» (отлично): выполнены все задания, студент четко и без ошибок ответил на все контрольные вопросы.
2. «4» (хорошо): выполнены все задания; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.
3. «3» (удовлетворительно): выполнены все работы с замечаниями; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.

4. «2» (не зачтено): студент не выполнил или выполнил неправильно задания; студент ответил на контрольные вопросы с ошибками или не ответил на контрольные вопросы

Тема 1.4.

Гравиметрический и титриметрический методы анализа Практическое занятие № 2,3

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;

Материальное обеспечение:

Оборудование учебного кабинета:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- таблицы.

Оборудование лаборатории:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- методические указания для практических работ;
- методические указания для лабораторных работ;
- методические указания для самостоятельной работы;
- химическое оборудование;
- химические реактивы;
- учебное пособие, справочники по аналитической химии.

Технические средства обучения:

- Аудио-, видео-, проекционная аппаратура.

Задание:

1. Получить задание у преподавателя.
2. Изучить теоретическую часть задания.
3. Оформить практическое занятие в тетрадах.

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:

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

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

$$\begin{array}{rcl} 92,59 \text{ мл раствора} & \text{содержит} & 12 \text{ г } \text{H}_2\text{SO}_4; \\ 1000 \text{ мл} & - & x \text{ г } \text{H}_2\text{SO}_4. \end{array}$$

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

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:

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

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

$$m = 3,646 \times 10 = 36,46 (\text{г})$$

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:

$$\begin{aligned} H_1 \cdot V_1 &= H_2 \cdot V_2 \\ V_2 &= \frac{H_1 \cdot V_1}{H_2} = \frac{0,8 \times 100}{0,2} = \frac{80}{0,2} = 400 (\text{мл}) \end{aligned}$$

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

$$V_{\text{H}_2\text{O}} = V_2 - V_1 = 400 - 100 = 300 (\text{мл})$$

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

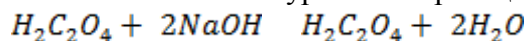
В зависимости от того, каким способом проводится анализ/, ход расчета будет различным.

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

$$V_1 * H_1 = V_2 * H_2$$

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:



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

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

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

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

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

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

Откуда

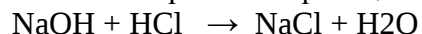
$$H_{NaOH} = \frac{1000 * 0,1590}{24,60 * 63,03} = 0,1026$$

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

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 мл 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-экв NaOH идет 1 г-экв HCl и, следовательно,

на 39,99 г NaOH расходуется 36,46 г HCl

$$>> \text{ у г NaOH } >> 0,04206 \text{ г HCl}$$

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

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

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. раствора гидроксида натрия?

Решение. а) Находим титр NaOH по CH_3COOH :

$$T_{NaOH / CH_3COOH} = \frac{0,01145 * 60,05}{1000} = 0,006875 \text{ (г/мл)}$$

б) Определяем общее количество уксусной кислоты:

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

Пример 2. Титр раствора нитрата серебра AgNO_3 равен 0,01702 г/мл. Определить его титр по хлориду натрия. Найти нормальность раствора нитрата серебра.

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

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

Форма представления результата:

Название и цель работы.

Написать схемы уравнений реакций.

Сделать вывод о проделанной работе

Критерии оценки:

- 1.«5» (отлично): выполнены все задания, студент четко и без ошибок ответил на все контрольные вопросы.
2. «4» (хорошо): выполнены все задания; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.
3. «3» (удовлетворительно): выполнены все работы с замечаниями; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.
- 4.«2» (не зачтено): студент не выполнил или выполнил неправильно задания; студент ответил на контрольные вопросы с ошибками или не ответил на контрольные вопросы.

Лабораторное занятие №1 Определение массовой доли влаги в пробе кристаллогидрата хлорида бария.

Цель работы: Определить массовую долю заданного вещества.

Выполнив работу, Вы будете:

уметь:

- работать на аналитических весах, проводить взвешивание веществ в бюксах;
- использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии;

Материальное обеспечение:

Оборудование учебного кабинета:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- таблицы.

Оборудование лаборатории:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- методические указания для лабораторных занятий;
- методические указания для самостоятельной работы;
- химическое оборудование;
- химические реактивы;
- учебное пособие, справочники по аналитической химии.

Технические средства обучения:

- Аудио-, видео-, проекционная аппаратура.

Задание:

1. Получить задание у преподавателя.
2. Изучить теоретическую часть задания.
3. Оформить лабораторное занятие в тетрадях.

Порядок выполнения работы:

Изучить методические указания к данной лабораторной работе.

Определить продукты реакции

Выполнить отчет о проделанной работе.

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, хлебоулочного 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⁾ ⁽²⁾ измерение ... 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.

Форма представления результата:

Название и цель работы.

Написать схемы уравнений реакций.

Сделать вывод о проделанной работе

Критерии оценки:

- 1.«5» (отлично): выполнены все задания, студент четко и без ошибок ответил на все контрольные вопросы.
2. «4» (хорошо): выполнены все задания; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.
3. «3» (удовлетворительно): выполнены все работы с замечаниями; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.
- 4.«2» (не зачтено): студент не выполнил или выполнил неправильно задания; студент ответил на контрольные вопросы с ошибками или не ответил на контрольные вопросы.

Лабораторное занятие №2

Определение общей жесткости воды методом комплексонометрии.

Цель работы: Определять концентрацию заданного раствора.

Выполнив работу, Вы будете:

уметь:

- работать с мерной посудой, выполнять основные операции приготовления концентрированных растворов.
- использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии;

Материальное обеспечение:

Оборудование учебного кабинета:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- таблицы.

Оборудование лаборатории:

- рабочее место преподавателя;

- рабочее место студента;
- методические указания для практических работ;
- методические указания для лабораторных работ;
- методические указания для самостоятельной работы;
- химическое оборудование;
- химические реактивы;
- учебное пособие, справочники по аналитической химии.

Технические средства обучения:

- Аудио-, видео-, проекционная аппаратура.

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

Задание:

1. Получить задание у преподавателя.
2. Изучить теоретическую часть задания.
3. Оформить лабораторное занятие в тетрадях.

Порядок выполнения работы:

1. Изучить методические указания к данному лабораторному занятию.
2. Определить продукты реакции
3. Выполнить отчет о проделанной работе.

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.

Ход 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:

$$N_{\text{щ}} = \frac{N_k \cdot V_k}{V_{\text{щ}}}; \text{ или}$$

$$T_{\text{KOH}} = \frac{N_k \cdot V_k \cdot \mathcal{E}_{\text{M(KOH)}}}{V_{\text{KOH}} \cdot 1000} = \frac{N_k \cdot V_k \cdot 56}{V_{\text{KOH}} \cdot 1000}.$$

6. Когда рабочий раствор щелочи приготовлен, и концентрация его установлена, возьмите три аликвоты по 10 мл исследуемого раствора в конические колбы, разбавьте д.Н₂О 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:

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

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

8. Рассчитайте процент относительной ошибки:

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

Форма представления результата:

Название и цель работы.

Написать схемы уравнений реакций.

Сделать вывод о проделанной работе.

Критерии оценки:

1.«5» (отлично): выполнены все задания, студент четко и без ошибок ответил на все контрольные вопросы.

2.«4» (хорошо): выполнены все задания; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.

3.«3» (удовлетворительно): выполнены все работы с замечаниями; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.

4.«2» (не зачтено): студент не выполнил или выполнил неправильно задания; студент ответил на контрольные вопросы с ошибками или не ответил на контрольные вопросы.

Лабораторное занятие №3

Способы приготовления точных растворов заданной концентрации.

Цель работы: Определять концентрацию заданного раствора.

Выполнив работу, Вы будете:

уметь:

- работать с мерной посудой, выполнять основные операции приготовления концентрированных растворов.

- использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии;

Материальное обеспечение:

Оборудование учебного кабинета:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- таблицы.

Оборудование лаборатории:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- методические указания для практических работ;
- методические указания для лабораторных работ;
- методические указания для самостоятельной работы;

- химическое оборудование;
- химические реактивы;
- учебное пособие, справочники по аналитической химии.

Технические средства обучения:

- Аудио-, видео-, проекционная аппаратура.

Задание:

- Получить задание у преподавателя.
- Изучить теоретическую часть задания.
- Оформить лабораторное занятие в тетрадях.

Порядок выполнения работы:

- Изучить методические указания к данному лабораторному занятию.
- Определить продукты реакции
- Выполнить отчет о проделанной работе.

Ход работы: Вы научитесь работать с мерной посудой, титровать, проводить определения методом нейтрализации, готовить рабочие растворы.

Приготовление раствора с заданной массовой долей соли

Получите у преподавателя задание и рассчитайте, сколько граммов соли и миллилитров воды потребуется для приготовления раствора заданной концентрации. Покажите расчеты преподавателю и получите разрешение на проведение опыта.

Взвесьте на технохимических весах нужную массу соли и высыпьте ее в коническую колбу на 250 мл. Отмерьте цилиндром необходимый объем воды и влейте его в колбу с солью. Перемешивайте содержимое колбы до полного растворения соли.

Перелейте в цилиндр приготовленный раствор. При помощи ареометра измерьте его плотность $\rho_{\text{экс.}}$. Найдите по таблице 9.1 плотность раствора $\rho_{\text{таб.}}$, соответствующую заданной концентрации.

Вычислите относительную ошибку опыта:

$$\varepsilon \% = \frac{|\rho_{\text{таб.}} - \rho_{\text{экс.}}|}{\rho_{\text{таб.}}} \cdot 100\%$$

Рассчитайте молярную концентрацию, молярную концентрацию эквивалента, моляльную концентрацию и титр приготовленного раствора.

Результаты опыта и расчетов сведите в таблицу 9.2.

Таблица 9.2 – Результаты опыта

Формула соли	$V_{\text{р-ра, мл}}$	w%	Масса соли, г	$V_{\text{воды, мл}}$	$\rho_{\text{таб.}}, \text{г/см}^3$	$\rho_{\text{экс.}}, \text{г/см}^3$	$C(X)$	$C(1/zX)$	$b(X)$	$T(X)$

1 Приготовление раствора с заданной массовой долей из более концентрированного раствора

В качестве более концентрированного раствора используется раствор, приготовленный в опыте .

Получите у преподавателя задание. Определите плотность заданного раствора по таблице 9.1. Рассчитайте объем более концентрированного раствора соли и объем воды, необходимые для приготовления раствора заданной концентрации, в соответствии с *Примером 2* в разделе 9.3.

Покажите расчеты преподавателю и получите разрешение на выполнение опыта.

Отмерьте цилиндром рассчитанный объем более концентрированного раствора соли и долейте водой до необходимого объема.

Приготовленный раствор тщательно перемешайте, переливая из цилиндра в колбу и обратно. При помощи ареометра измерьте плотность раствора $r_{\text{экс.}}$. Вычислите относительную ошибку опыта аналогично опыту. Результаты опыта сведите в таблицу

Результаты опыта занести в таблицу:

$w\%$		$V, \text{мл}$			$r, \text{г/см}^3$		
Исходного раствора	Заданного раствора	Исходного раствора	Заданного раствора	Воды	Исходного раствора	Заданного раствора	
						$r_{\text{таб.}}$	$r_{\text{экс.}}$

Примеры решения задач

Рассчитать массу CuSO_4 и объем воды, необходимые для приготовления 130 мл 8% раствора этой соли. Рассчитать молярную, моляльную, нормальную концентрации и титр раствора. Значения плотности взять из таблицы.

Форма представления результата:

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

Критерии оценки:

- 1.«5» (отлично): выполнены все задания, студент четко и без ошибок ответил на все контрольные вопросы.
2. «4» (хорошо): выполнены все задания; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.
3. «3» (удовлетворительно): выполнены все работы с замечаниями; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.
- 4.«2» (не зачтено): студент не выполнил или выполнил неправильно задания; студент ответил на контрольные вопросы с ошибками или не ответил на контрольные вопросы.

Тема 1.5.

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

Практическое занятие № 4

Устройство и принцип действия фотоколориметров

Цель работы:

Проверка устройства и принципа действия фотоколориметра.

Выполнив работу, Вы будете:

уметь:

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

Материальное обеспечение:

Оборудование учебного кабинета:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- таблицы.

Оборудование лаборатории:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- методические указания для практических работ;
- методические указания для лабораторных работ;
- методические указания для самостоятельной работы;
- химическое оборудование;
- химические реактивы;
- учебное пособие, справочники по аналитической химии.

Технические средства обучения:

- Аудио-, видео-, проекционная аппаратура.

Задание:

1. Получить задание у преподавателя.
2. Изучить теоретическую часть задания.
3. Оформить практическое занятие в тетрадях.

Порядок выполнения работы:

Изучить методические указания к данной практической и лабораторной работе.

Определить продукты реакции

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 существенного 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.

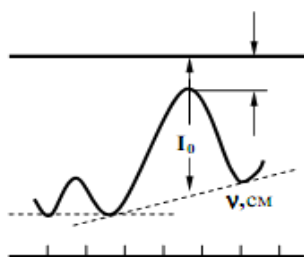
Особенности эксплуатации с учетом принципа действия фотоколориметра

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.

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 слюды 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.

Критерии оценки:

- 1.«5» (отлично): выполнены все задания, студент четко и без ошибок ответил на все контрольные вопросы.
2. «4» (хорошо): выполнены все задания; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.
3. «3» (удовлетворительно): выполнены все работы с замечаниями; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.
- 4.«2» (не зачтено): студент не выполнил или выполнил неправильно задания; студент ответил на контрольные вопросы с ошибками или не ответил на контрольные вопросы.

Лабораторное занятие № 4 Проверка закона Бугера-Ламберта-Бера.

Цель работы:

Проверка закона Бугера-Ламберта-Бэра.

Выполнив работу, Вы будете:

уметь:

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

Материальное обеспечение:

Оборудование учебного кабинета:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- таблицы.

Оборудование лаборатории:

- рабочее место преподавателя;

- рабочее место студента;
- методические указания для практических работ;
- методические указания для лабораторных работ;
- методические указания для самостоятельной работы;
- химическое оборудование;
- химические реактивы;
- учебное пособие, справочники по аналитической химии.

Технические средства обучения:

- Аудио-, видео-, проекционная аппаратура.

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

Задание:

1. Получить задание у преподавателя.
2. Изучить теоретическую часть задания.
3. Оформить лабораторное занятие в тетрадях.

Порядок выполнения работы:

Изучить методические указания к данному лабораторному занятию.

Определить продукты реакции

Выполнить отчет о проделанной работе.

Ход работы:

Метод анализа, основанный на избирательном поглощении световой энергии частицами, молекулами или ионами вещества в растворе носят название *абсорбционной спектроскопии*.

Различают: спектрофотометрический, фотоколориметрический и колориметрический методы адсорбционного анализа. Эти методы анализа применяются главным образом для определения малых количеств вещества. Колориметрия – физико-химический метод, основанный на зависимости интенсивности окраски раствора от концентрации окрашенного вещества.

Интенсивность окраски связана с интенсивностью света прошедшего через раствор и её зависимость от концентрации, от толщины слоя и интенсивности падающего света выражается законом Ламберта-Бугера - Бэра.

$$I = I_0 \cdot 10^{-Ecl}$$

где I – интенсивность света, прошедшего через раствор; I_0 – интенсивность света, падающего на раствор; C – концентрация раствора; l – толщина слоя; E – коэффициент свтопоглощения.

Логарифмируем выражение закона Ламберта-Бера

$$\lg I = \lg I_0 + \lg 10^{-Ecl}$$

$$\lg I = \lg I_0 - Ecl$$

$$\lg I_0 - \lg I = Ecl$$

$$\lg \frac{I_0}{I} = Ecl$$

$$\lg D = D$$

D – оптическая плотность раствора (логарифм отношения интенсивности падающего света к интенсивности света, прошедшего через раствор.) Колориметрия.

В основу конструкции прибора положен принцип уравнивания интенсивности двух световых потоков при помощи щелевой диафрагмы.

1. Лампа 16В включается через стабилизатор напряжения.
2. Теплозащитные стекла.
3. Фокусирующие линзы.
4. Зеркала.

5. Светофильтры, повышающие чувствительность и точность метода, подавая на раствор, лучи такой длины, которые лучше всего поглощаются данным раствором.
6. Кюветы с растворами.
7. Оптические клинья, регулирующие левый световой поток.
8. Щелевая диафрагма, которая связана с отсчетным барабаном.
9. Фотоэлемент.
10. Гальванометр.

При работе с фотоэлектроколориметром ФЭК-М измерение оптической плотности производят при помощи левого или правого барабанов.

$$\lg \frac{I_0}{I} = D$$

Измерение при помощи правого барабана производят в тех случаях, когда оптическая плотность раствора не превышает 0,5 и требуется точность измерений.

Измерения при помощи левого барабана производят в случае высоких и низких оптических плотностей.

Точность измерений на левом барабане ниже по сравнению с точностью измерений правого барабана, но она вполне достаточна для проведения рядовых анализов.

Методика работы по левому барабану:

1. Устанавливаем левый барабан в положение, соответствующие «0» оптической плотности. При этом щелевая диафрагма оказывается полностью открытой.

2. На пути левого светового потока устанавливают кювету с растворителем, на пути правого с исследуемым раствором. Кюветы (одинаковой рабочей длины) устанавливают в кюветодержатели на одинаковом расстоянии от входного отверстия.

3. Компенсируют фототоки, устанавливая стрелку гальванометра на нуль, пользуясь оптическими клиньями. Для этого рукоятку гальванометра переводят на малую чувствительность (положение 1) и при помощи оптического клина грубой настройки вводят стрелку гальванометра на

4. Поставив выключатель в положение «0», на пути правого светового потока ставят кювету с растворителем. В виду того, что освещенность правого фотоэлемента после этого возросла, для уравнивания освещенности необходимо закрыть диафрагму.

5. Включают гальванометр на чувствительность «1» и, вращая измерительный барабан, возвращают стрелку гальванометра в нулевое положение. Затем гальванометр переключают на чувствительность «2» и уточняют измерения.

Отсчет оптической плотности производят по шкале левого барабана. Измерения следует повторить три раза, подводя стрелку гальванометра к нулю то слева, то справа. Из полученных отсчетов вычисляют среднее значение оптической плотности.

Параллельно с анализом исследуемого раствора ведут анализ стандартного образца.

$$C_x = \frac{D_x * C_{C.O}}{D_{C.O}}$$

Методика работы по правому барабану:

В оба световых потока ставят кюветы с холостым раствором. Устанавливают правый барабан на «0», оптическими клиньями доводят стрелку гальванометра до «0». Отключают гальванометр.

В правый световой поток кювету с исследуемым раствором. Включают гальванометр. Вращением рукоятки правого барабана доводят стрелку гальванометра до «0».

Отсчет оптической плотности производят по красной шкале правого барабана.

Форма предоставления результата

1. Название и цель работы.

2. Произвести расчет с использованием закона Бугера -Ламберта-Бера.
3. Сделать вывод о проделанной работе.

Критерии оценки:

- 1.«5» (отлично): выполнены все задания, студент четко и без ошибок ответил на все контрольные вопросы.
2. «4» (хорошо): выполнены все задания; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.
3. «3» (удовлетворительно): выполнены все работы с замечаниями; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.
- 4.«2» (не зачтено): студент не выполнил или выполнил неправильно задания; студент ответил на контрольные вопросы с ошибками или не ответил на контрольные вопросы.

Лабораторное занятие № 5 Определение pH растворов различной концентрации.

Выполнив эту работу, Вы научитесь пользоваться аналитическими весами, выполнять
о **Цель работы:** Определять pH раствора заданной концентрации.

Выполнив работу, Вы будете:

уметь:

- работать с мерной посудой, выполнять основные операции приготовления концентрированных растворов.
 - использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии;
- основные операции весового анализа.

Материальное обеспечение:

Оборудование учебного кабинета:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- таблицы.

Оборудование лаборатории:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- методические указания для практических работ;
- методические указания для лабораторных работ;
- методические указания для самостоятельной работы;
- химическое оборудование;
- химические реактивы;
- учебное пособие, справочники по аналитической химии.

Технические средства обучения:

- Аудио-, видео-, проекционная аппаратура.

Задание:

1. Получить задание у преподавателя.
2. Изучить теоретическую часть задания.
3. Оформить лабораторное занятие в тетрадях.

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.

Критерии оценки:

- 1.«5» (отлично): выполнены все задания, студент четко и без ошибок ответил на все контрольные вопросы.
2. «4» (хорошо): выполнены все задания; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями
3. «3» (удовлетворительно): выполнены все работы с замечаниями; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.
- 4.«2» (не зачтено): студент не выполнил или выполнил неправильно задания; студент ответил на контрольные вопросы с ошибками или не ответил на контрольные вопросы.

Тема 2.1.

Химическое равновесие и теория электролитической диссоциации.

Практическое занятие № 5

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;

Материальное обеспечение:

Оборудование учебного кабинета:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- таблицы.

Оборудование лаборатории:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;

- методические указания для практических работ;
- методические указания для лабораторных работ;
- методические указания для самостоятельной работы;
- химическое оборудование;
- химические реактивы;
- учебное пособие, справочники по аналитической химии.

Технические средства обучения:

- Аудио-, видео-, проекционная аппаратура.

Задание:

1. Получить задание у преподавателя.
2. Изучить теоретическую часть задания.
3. Оформить практическое занятие в тетрадях.

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

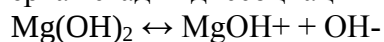
диссоциация многоосновных кислот слабых электролитов на ионы происходит постепенно (ступенчато). При этом на каждой стадии диссоциации образуется один ион водорода H и отрицательно заряженные ионы кислотных остатков. Вторая стадия диссоциации $\text{HCO}_3^- \leftrightarrow \text{H}^+ + \text{CO}_3^{2-}$.

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 $\text{Mg}(\text{OH})_2$

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.

Критерии оценки:

1.«5» (отлично): выполнены все задания, студент четко и без ошибок ответил на все контрольные вопросы.

2. «4» (хорошо): выполнены все задания; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями

3. «3» (удовлетворительно): выполнены все работы с замечаниями; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.

4.«2» (не зачтено): студент не выполнил или выполнил неправильно задания; студент ответил на контрольные вопросы с ошибками или не ответил на контрольные вопросы.

Тема 2.2.

Окислительно-восстановительные реакции

Практическое занятие № 6.

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;

Материальное обеспечение:

Оборудование учебного кабинета:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- таблицы.

Оборудование лаборатории:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- методические указания для практических работ;
- методические указания для лабораторных работ;
- методические указания для самостоятельной работы;
- химическое оборудование;
- химические реактивы;
- учебное пособие, справочники по аналитической химии.

Технические средства обучения:

- Аудио-, видео-, проекционная аппаратура.

Задание:

1. Получить задание у преподавателя.
2. Изучить теоретическую часть задания.
3. Оформить практическое занятие в тетрадях.

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 $-\text{HS}^-$ – 2S , причём $[\text{H}_2\text{S}] \gg [\text{HS}^-] \gg [\text{S}^{2-}]$. Поэтому, из всех частиц, содержащих серу, для уравнивания используем H_2S .

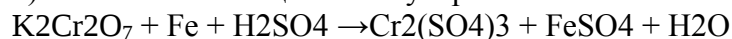
Алгоритм метода:

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 $\text{H}-\text{OH}^+$, или $-\text{OH}^-$ (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

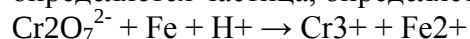
6. Метод полуреакций (электронно – ионный метод) применяют для реакций, протекающих в растворах. Электронно-ионные уравнения точнее отражают истинные изменения веществ в процессе окислительно-восстановительной реакции и облегчают составление уравнений этих процессов в ионно-молекулярной формуле. Ионно – 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

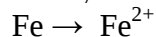
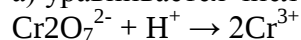


2) составляется ионная схема реакции. При этом сильные электролиты представлены в виде ионов, а слабые электролиты, осадки и газы – в молекулярном виде. В схеме определяется частица, определяется характер среды (H^+ , H_2O или OH^-)

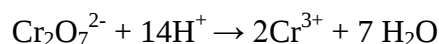


3) Составляются уравнения 2-х полуреакций.

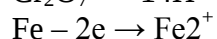
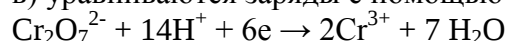
а) уравнивается число всех атомов, кроме водорода и кислорода



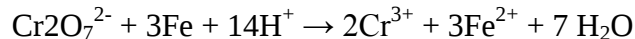
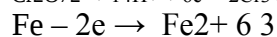
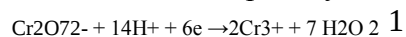
б) уравнивается кислород с использованием молекул H_2O или связывания его в H_2O



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.



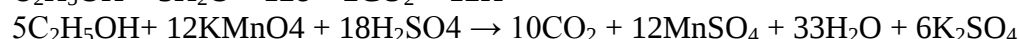
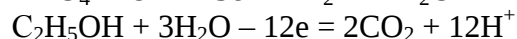
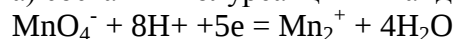
Пример 1.

Методом полуреакций составьте а) уравнение реакции окисления этилового спирта перманганатом калия в сильноокислой среде: $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} + \text{KMnO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow$; б) уравнение реакции взаимодействия

глюкозы с перманганатом калия в кислой среде: $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6 + \text{KMnO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow$.

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.

Критерии оценки:

- 1.«5» (отлично): выполнены все задания, студент четко и без ошибок ответил на все контрольные вопросы.
2. «4» (хорошо): выполнены все задания; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями
3. «3» (удовлетворительно): выполнены все работы с замечаниями; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.
- 4.«2» (не зачтено): студент не выполнил или выполнил неправильно задания; студент ответил на контрольные вопросы с ошибками или не ответил на контрольные вопросы

Тема 2.3.**Взаимодействия металлов (сырья), металлических порошков с газами и другими веществами****Лабораторное занятие № 6****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;

Материальное обеспечение:

Оборудование учебного кабинета:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- таблицы.

Оборудование лаборатории:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- методические указания для практических работ;
- методические указания для лабораторных работ;
- методические указания для самостоятельной работы;
- химическое оборудование;
- химические реактивы;
- учебное пособие, справочники по аналитической химии.

Технические средства обучения:

- Аудио-, видео-, проекционная аппаратура.

Задание:

1. Получить задание у преподавателя.
2. Изучить теоретическую часть задания.
3. Оформить лабораторное занятие в тетрадях.

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

Критерии оценки:

- 1.«5» (отлично): выполнены все задания, студент четко и без ошибок ответил на все контрольные вопросы.
2. «4» (хорошо): выполнены все задания; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями
3. «3» (удовлетворительно): выполнены все работы с замечаниями; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.
- 4.«2» (не зачтено): студент не выполнил или выполнил неправильно задания; студент ответил на контрольные вопросы с ошибками или не ответил на контрольные вопросы.

Лабораторное занятие № 7

Определение содержания серы 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;

Материальное обеспечение:

Оборудование учебного кабинета:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- таблицы.

Оборудование лаборатории:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- методические указания для практических работ;
- методические указания для лабораторных работ;
- методические указания для самостоятельной работы;
- химическое оборудование;
- химические реактивы;
- учебное пособие, справочники по аналитической химии.

Технические средства обучения:

- Аудио-, видео-, проекционная аппаратура.

Задание:

1. Получить задание у преподавателя.
2. Изучить теоретическую часть задания.
3. Оформить практическое занятие в тетрадях

Порядок выполнения работы:

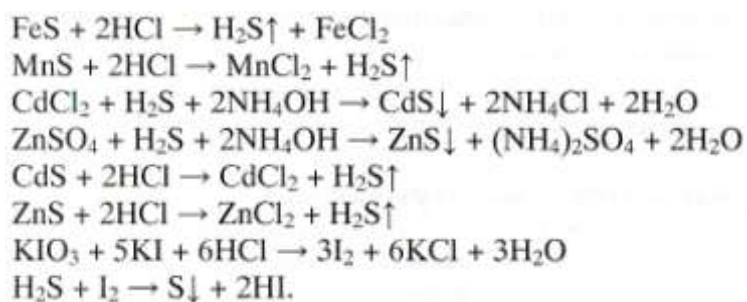
Изучить методические указания к данной практической и лабораторной работе.

Определить продукты реакции

Выполнить отчет о проделанной работе.

Ход работы

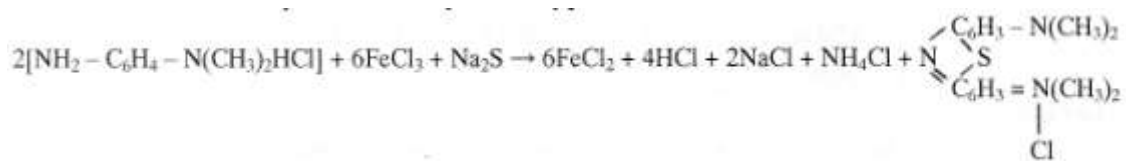
Методы отгонки. Пробу растворяют в специальной колбе в соляной кислоте, а выделяющийся при этом сероводород количественно поглощают аммиачным раствором хлористого кадмия или сернокислого цинка. Сульфид кадмия или цинка растворяют в соляной кислоте, а выделившийся сероводород тотчас же титруют раствором иодид-иодата в присутствии крахмала. При этом происходят следующие реакции:



Титрование проводят до появления синей окраски. Метод дает заниженные результаты вследствие того, что в процессе растворения навески в соляной кислоте частично образуется летучий продукт $(\text{CH}_3)_2\text{S}$. Метод не применим к определению серы в легированных сталях и чугунах.

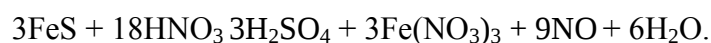
Фотоколориметрический метод. Наиболее точным для определения малых количеств ($1 \cdot 10^{-4} \%$) серы является фотоколориметрический метод с применением сернокислого диметил-п-фенилендиамина. В этом случае навеску металла растворяют в ортофосфорной кислоте в присутствии металлического хрома для восстановления сульфат-иона в сульфид-ион. Ортофосфорная кислота исключает образование $(\text{CH}_3)_2\text{S}$ и

обеспечивает вместе с хромом количественное выделение серы в виде сероводорода. После отгонки и поглощения H_2S раствором щелочи определение заканчивают фотометрическим методом по измерению интенсивности окраски метиленовой сини, образовавшейся в результате взаимодействия сероводорода с трехвалентным железом и сернокислым или солянокислым диметил-п-фенилендиамин. Образование метиленовой сини может быть выражено следующим уравнением:

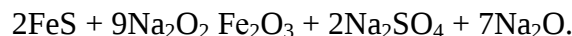


Метод применим к определению серы в ряде металлов, чугунов, сталей и ферросплавов. Определению серы мешает вольфрам и избыток фосфат-ионов.

Весовой метод. Определение серы в рудах, концентратах, огнеупорах и шлаках часто производят весовым методом. Для этого навеску вещества растворяют в азотной кислоте, в царской водке или в смеси соляной кислоты и брома. При этом сульфид-ион окисляется до серной кислоты:



Если же навеска в указанных кислотах частично или полностью не растворима, то ее сплавляют с окислительным плавнем, обычно с перекисью натрия. В процессе сплавления сера окисляется в серную кислоту, которая образует одновременно растворимую натриевую соль:

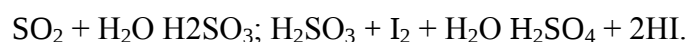


В растворе, полученном после разложения навески кислотой или после выщелачивания плава и соответствующей его обработки, осаждают серу в виде сернокислого бария. Содержание серы определяют по массе BaSO_4 . Недостатком метода является большая его продолжительность.

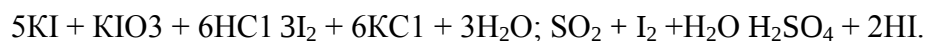
Йодометрический метод. Этот метод является основным экспрессным, маркировочным и арбитражным способом определения серы в сталях, сплавах, металлах, рудах и многих других материалах. Сущность его заключается в том, что при сжигании навески металла в струе кислорода при температуре 1300-1400 происходит сгорание серы с образованием двуокиси серы:



Двуокись серы поглощается водой, образуя сернистую кислоту, которую определяют титрованием йодом по уравнению:



По количеству израсходованного на титрование йода определяют количество серы. Часто титрование сернистой кислоты производят иодатом калия. Это удобно тем, что титр раствора иодата калия более устойчив, чем титр раствора йода. В этом случае образующуюся SO_2 поглощают раствором KI , содержащим HCl , и титруют затем раствором KIO_3 до появления синей окраски:



Индикатором в этом методе служит крахмал. Имеются и другие варианты

определения серы объемным йодометрическим методом.

Содержание серы в некоторых сплавах, а также соответствующая навеска для

сжигания, применяемые плавни и температура сжигания даны в таблице 1.

Форма представления результата:

Название и цель работы.

Написать схемы уравнений реакций.

Сделать вывод о проделанной работе

Критерии оценки:

1.«5» (отлично): выполнены все задания, студент четко и без ошибок ответил на все контрольные вопросы.

2. «4» (хорошо): выполнены все задания; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями

3. «3» (удовлетворительно): выполнены все работы с замечаниями; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.

4.«2» (не зачтено): студент не выполнил или выполнил неправильно задания; студент ответил на контрольные вопросы с ошибками или не ответил на контрольные вопросы

Лабораторное занятие № 8

Определение содержания углерода 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;

Материальное обеспечение:

Оборудование учебного кабинета:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- таблицы.

Оборудование лаборатории:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- методические указания для практических работ;
- методические указания для лабораторных работ;
- методические указания для самостоятельной работы;
- химическое оборудование;
- химические реактивы;
- учебное пособие, справочники по аналитической химии.

Технические средства обучения:

- Аудио-, видео-, проекционная аппаратура.

Задание:

1. Получить задание у преподавателя.

2. Изучить теоретическую часть задания.
3. Оформить практическое занятие в тетрадях

Порядок выполнения работы:

Изучить методические указания к данной практической и лабораторной работе.

Определить продукты реакции

Выполнить отчет о проделанной работе.

Ход работы: Присутствие углерода в сплавах отражается на свойствах металлов. С увеличением содержания углерода понижается температура плавления металла, расплавленный металл отличается текучестью, хорошо заполняет форму при получении отливок. При содержании углерода более 2% повышаются прочность и твердость металла, но понижается пластичность, он не поддается ковке и прокату. Углерод в виде графита делает сплав мягким и удобным для механической обработки, но уменьшает прочность и повышает коррозионность металла.

Углерод в сплавах может находиться в следующих четырех формах: в виде свободного (элементарного) углерода - графита и аморфного углерода; в связанном состоянии в форме карбидов различных элементов - карбида железа Fe_3C , карбида марганца MnC , карбидов хрома Cr_3C_2 , Cr_5C_2 , Cr_4C и Cr_7C_3 , карбидов вольфрама WC , W_2C , $\text{W}_2\text{C} \cdot 3\text{Cr}_3\text{C}$ и др.; в виде твердого раствора; в газообразной форме - в виде окислов углерода и углеводородов.

Обычно углерод во всех этих формах определяют одновременно и находят общее содержание его.

Углерод в металлах, чугунах, сталях и ферросплавах находится главным образом в связанном состоянии и лишь в сыром и ковком чугуне, а также в сталях некоторых сортов он содержится и в свободном виде. Поэтому определение общего углерода в большинстве случаев характеризует содержание связанного углерода и углерода в твердом растворе.

Общее содержание углерода определяют методом сжигания навески анализируемого металла или сплава в атмосфере кислорода в трубчатых печах при температуре 1250--

1400°. При сжигании навески весь углерод окисляется в двуокись углерода CO_2 :

свободный углерод $\text{C} + \text{O}_2 \rightarrow \text{CO}_2$;

связанный углерод $4\text{Fe}_3\text{C} + 13\text{O}_2 \rightarrow 4\text{CO}_2 + 6\text{Fe}_2\text{O}_3$

$\text{Mn}_3\text{C} + 3\text{O}_2 \rightarrow \text{CO}_2 + \text{Mn}_3\text{O}_4$

$4\text{Cr}_3\text{C}_2 + 17\text{O}_2 \rightarrow 8\text{CO}_2 + 6\text{Cr}_2\text{O}_3$;

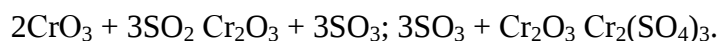
газообразный углерод $\text{CH}_4 + 2\text{O}_2 \rightarrow \text{CO}_2 \uparrow + 2\text{H}_2\text{O}$

Металлическое железо при этом окисляется в Fe_3O_4 , а частично Fe_2O_3 :

$3\text{Fe} + 2\text{O}_2 \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4$; $4\text{Fe} + 3\text{O}_2 \rightarrow 2\text{Fe}_2\text{O}_3$

Одновременно с углеродом окисляется содержащаяся в пробе сера до двуокиси и частично до трехокиси серы: $4\text{FeS} + 7\text{O}_2 \rightarrow 2\text{Fe}_2\text{O}_3 + 4\text{SO}_2$; $2\text{SO}_2 + \text{O}_2 \rightarrow 2\text{SO}_3$.

Окислы серы мешают определению углерода, т.к. одновременно с двуокисью углерода они будут поглощаться щелочью. Поэтому их предварительно отделяют пропусканием образующегося газа через раствор хромового ангидрида или хромата свинца в серной кислоте, при этом SO_2 окисляется до SO_3 с последующим образованием сернокислого хрома:

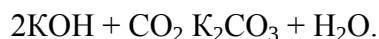


Для понижения температуры плавления анализируемой пробы и ускорения процесса окисления к навеске перед ее сжиганием прибавляют так называемые плавни. Чаще всего это чистые металлы или их окислы (железо, медь, олово, свинец и др.). Действие их может быть выражено следующими реакциями:



Плавни каталитически ускоряют окисление углерода кислородом, являясь переносчиками кислорода. Объем образовавшейся двуокиси углерода после поглощения окислов серы определяют газообъемным, весовым, объемным или потенциометрическим методами.

Сущность газообъемного метода заключается в том, что образующаяся двуокись углерода вместе с избытком кислорода направляется в газоизмерительную бюретку, где измеряется объем газа. Затем газ пропускают через раствор щелочи, где происходит поглощение:



После этого газ возвращают в бюретку и снова измеряют объем. Разница между первым и вторым измерениями дает объем выделившейся CO_2 при сжигании навески металла. По объему CO_2 находят массу углерода и выражают ее в процентах к взятой навеске.

Общее содержание углерода газообъемным методом в ферросплавах определяют на установке, схема которой приведена на рисунках 1 и 2.

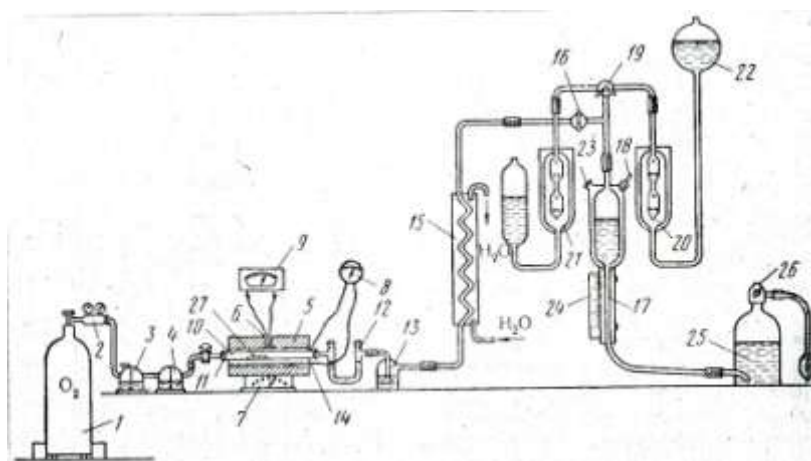


Рис. 1. Схема установки для определения общего содержания углерода абсорбционно-газообъемным методом.

1 - баллон с кислородом; 2 - редукционный вентиль; 3 - газопромывная склянка с раствором едкого натра; 4 - газопромывная склянка со стеклянной или обычной ватой; 5 - горизонтальная трубчатая печь; 6 - термопара; 7 - реостат; 8 - амперметр; 9 - гальванометр; 10 - трубка для сжигания пробы; 11 - резиновая пробка; 12 - U-образная трубка со стеклянной ватой или кварцевым песком; 13 - газопромывная склянка с хромовой кислотой; 14 - силитовый нагревательный стержень; 15 - холодильник; 16 - двухканальный кран; 17 - газовая бюретка (эвдиометр); 18 - термометр; 19 - одноканальный кран; 20, 21 - поглотительные сосуды; 22 - надставка с шаром к

поглотительному сосуду 20; 23 - отверстие для наливания воды; 24 - измерительная шкала бюретки; 25 - уравнильная склянка; 26 - трехходовой кран с резиновой грушей; 27 - фарфоровая лодочка.

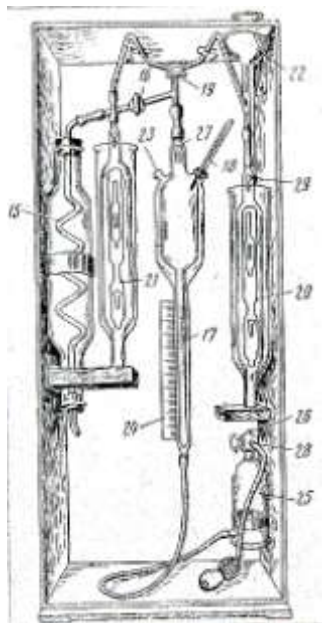


Рис. 2. Валюмометр с двумя поглотителями Вюртца Штролейна.

- 15 - змеевиковый холодильник;
- 16 - двухканальный кран;
- 17 - газоизмерительная бюретка (эвдиометр);
- 18 - термометр;
- 19 - одноканальный кран;
- 20 - поглотительный сосуд с шаром;
- 21 - поглотительный сосуд без шара;
- 22 - шар с надставкой;
- 23 - отверстие для наливания воды;
- 24 - измерительная шкала бюретки;
- 25 - уравнильная склянка;
- 26 - трехходовой кран;
- 28 - наружный отросток крана;
- 27, 29 - стеклянный затвор «поплавок».

Кислород поступает из стального баллона **1**, в котором он находится под давлением 120-150 атм. Баллон снабжен редукционным вентилем **2**, понижающим давление газа.

Поглощение и измерение выделившейся при анализе двуокиси углерода производят при помощи валюмометра (см. рис. 1 и 2). Валюмометр состоит из холодильника **15** в стеклянном футляре, который заполняется водой для охлаждения поступающих газов из печи. Через двухканальный кран **16** газовая смесь из холодильника поступает в газоизмерительную бюретку (эвдиометр) **17**. Кран **16** может находиться в трех рабочих положениях. Когда кран находится в положении *а*, холодильник **15** (см. рис. 1 и 2) сообщается при помощи его с атмосферой, т.е. газовая смесь, выходящая из печи, может быть удалена наружу; эвдиометр при этом положении крана разобщен с холодильником. Когда кран находится в положении *б*, холодильник **15** через него сообщается с газовой бюреткой **17**, т.е. газовая смесь из печи поступает в бюретку. При нахождении крана в положении *в* газовая бюретка сообщается через него с атмосферой, т.е. газы, содержащиеся в бюретке, могут быть выпущены наружу. Кроме того, кран **16** может находиться в таком положении, когда нет сообщения между холодильником, газовой бюреткой и атмосферой.

Газоизмерительная бюретка (эвдиометр) **17** (см. рис. 2) представляет собой узкий цилиндрический сосуд с грушевидным расширением в верхней части. Общая емкость бюретки 250 мл. Бюретка заключена в стеклянный футляр той же формы; футляр заполняют водой через отверстие **23**, которое закрывают резиновой пробкой, вследствие этого температура в процессе определения углерода практически остается постоянной. Бюретка снабжена термометром **18** для измерения температуры газовой смеси, которую учитывают при вычислении результатов анализа. Необходимо, чтобы ртутный резервуар термометра находился внутри верхней расширенной части бюретки. Температуру газов следует измерять в начале работы, а затем через каждые 1-1,5 ч.

Верхний суженный конец эвдиометра заканчивается капиллярной трубкой, которая соединяется встык при помощи толстостенной резиновой трубки с крановой гребенкой, имеющей два крана **16** и **19**. Кран **19** (см. рис. 2) соединяет бюретку с двумя

поглотительными сосудами **20 и 21**, содержащими раствор едкой щелочи для поглощения двуокси углерода. Внутри верхнего (суженного) отростка бюретки помещается пустотелый стеклянный затвор («поплавок») **27**, имеющий в верхней части шлифованную поверхность. При заполнении бюретки жидкостью поплавок поднимается и автоматически запирает верхнее, выходное отверстие бюретки, чем предупреждает переход жидкости из бюретки в поглотители **20 и 21** и наоборот.

Нижний, цилиндрический участок бюретки снабжен наружной шкалой **24**, по которой измеряют объем выделившейся двуокси углерода, образующейся в результате сгорания углерода в анализируемой навеске. Бюретки обычно калиброваны для температуры 16-20° и атмосферного давления 760 мм рт.ст. Для других условий вводят поправку на температуру и давление. Числовые показания шкалы выражают соответствующее содержание углерода в процентах при навеске анализируемой пробы, равной 1 г. Вся шкала при соответствующей емкости бюретки и указанной навеске отвечает обычно 1,5% углерода. Каждое деление шкалы в 0,1 мл при температуре 20°, давлении 760 мм рт.ст. и навеске анализируемого образца 1 г соответствует 0,005% углерода. Необходимо иметь комплект из трех эвдиометров для различных содержаний углерода: от 0 до 0,25%, от 0 до 2% и от 0 до 8%.

Уравнительная склянка **25** (см. рис. 1 и 2) соединена через тубус при помощи резиновой трубки с нижним концом газовой бюретки **17**. Емкость уравнительной склянки 450-500 мл. Верхнее ее отверстие может быть закрыто пробкой с трехходовым краном **26** (см. рис. 2). На наружный отросток **28** крана надевают резиновую «грушу» для нагревания в уравнительную склянку воздуха в процессе перекачивания газовой смеси.

В уравнительную склянку наливают 400-450 мл 25%-ного раствора хлористого натрия (или калия), к которому добавляют 5-6 капель раствора серной кислоты (пл. 1,84) и несколько капель индикатора метилового оранжевого. Чаще берут насыщенный раствор хлористого натрия, который практически не растворяет двуокись углерода. Вместо этих растворов можно взять дистиллированную воду, подкисленную 2 мл разбавленной (1: 1) серной кислоты с 5-6 каплями индикатора метилового оранжевого. Метилловый оранжевый прибавляют для того, чтобы можно было легко контролировать среду жидкости; если в нее попадает щелочь из поглотительных сосудов **20 и 21**, окраска индикатора изменяется от розовой до желтой. В этом случае жидкость в уравнительной склянке необходимо заменить свежей. Серную кислоту прибавляют для уменьшения растворимости двуокси углерода в дистиллированной воде.

При помощи жидкости, содержащейся в уравнительной склянке, перекачивают (вытесняют) газовую смесь из бюретки в поглотительные сосуды (см. рис. 1 и 2) **20 и 21** и обратно - из поглотительного сосуда в бюретку. Перекачивают газовую смесь поднятием и опусканием уравнительной склянки при соответствующем положении крана **19**. Для перекачивания газа следует пользоваться резиновой грушей, надетой на отросток трехходового крана **26**.

При нагревании в уравнительную склянку воздуха жидкость из уравнительной склянки будет наполнять эвдиометр, вытесняя газ из него в один из поглотительных сосудов; затем, повернув кран **26** так, чтобы воздух из уравнительной склянки вышел в атмосферу, заставляют жидкость из эвдиометра стекать обратно в уравнительную склянку, вынуждая этим газовую смесь вновь перейти из соответствующего поглотительного сосуда в эвдиометр. Одноканальный (дугообразный) кран **19** служит для соединения газовой бюретки с поглотительными сосудами **20** (с шаром) и **21** (без шара).

В процессе работы кран **19** поворачивают против часовой стрелки.

Поглотительный сосуд **20** имеет цилиндрическую рабочую часть и припаянную к ней надставку **22** с шаром. Верхний отросток рабочего цилиндра представляет собой узкую стеклянную трубку, внутри которой имеется пришлифованный автоматический затвор «поплавок» **29** (см. рис. 2), запирающий выход жидкости при наполнении ею сосуда доверху (так же, как у газовой бюретки). Это предупреждает попадание раствора едкой щелочи из поглотительного сосуда в газовую бюретку. Внутри поглотительного сосуда имеются еще два дополнительных поплавка и впаянная трубка с маленькими отверстиями, проходя через которые газ образует мелкие пузырьки, что способствует более быстрому и полному поглощению углекислоты щелочью. Поглотительный сосуд **20** помещен в «водяную рубашку» для поддержания постоянной температуры.

Поглотительный сосуд **21** служит для поглощения остатка двуокси углерода, которая может быть не полностью поглощена в сосуде **20** с шаром. Этот поглотительный сосуд также помещен в «водяную рубашку», снабжен затворными поплавками и устройством для «размельчения» пузырьков. Оба поглотительных сосуда наполняются 25-30%-ным раствором едкого кали, который меняется после сжигания 2,5-3 тыс. навесок образцов.

Форма представления результата:

Название и цель работы.

Написать схемы уравнений реакций.

Сделать вывод о проделанной работе

Критерии оценки:

- 1.«5» (отлично): выполнены все задания, студент четко и без ошибок ответил на все контрольные вопросы.
2. «4» (хорошо): выполнены все задания; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями
3. «3» (удовлетворительно): выполнены все работы с замечаниями; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.
- 4.«2» (не зачтено): студент не выполнил или выполнил неправильно задания; студент ответил на контрольные вопросы с ошибками или не ответил на контрольные вопросы.

Тема 3.1

Эмиссионный спектральный анализ.

Практическое занятие № 7

Ознакомление с устройством, принципом действия и эксплуатации экспресс – анализатора.

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;

Материальное обеспечение:

Оборудование учебного кабинета:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- таблицы.

Оборудование лаборатории:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- методические указания для практических работ;
- методические указания для лабораторных работ;
- методические указания для самостоятельной работы;
- химическое оборудование;
- химические реактивы;
- учебное пособие, справочники по аналитической химии.

Технические средства обучения:

- Аудио-, видео-, проекционная аппаратура.

Задание:

1. Получить задание у преподавателя.
2. Изучить теоретическую часть задания.
3. Оформить практическое занятие в тетрадях

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:

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

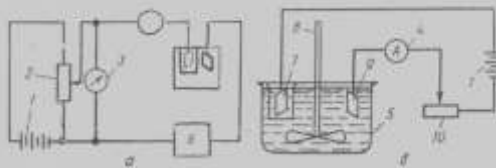


Рис. 5. Схема кулонометрической ячейки при постоянном потенциале (1) — источник тока; (2) — потенциометр; (3) — электрод; (4) — электролитическая ячейка.

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, 6. 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-тенциометрическим 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 ($\text{pH} \sim 10,2$), вызывая повышение концентрации ионов водорода H^+ . Это изменяет pH среды, фиксируемой через электроды 4, 5 и pH-метр 6. Изменение э. д. с. электродной системы pH-метра приводит к изменению силы тока на выходе усилителя pH-метра, в результате чего специальный регулятор 7, соединенный с выходом pH-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. pH-метра, а также сила тока на выходе pH-метра не достигнет первоначального значения (0,2 мА). Количество электричества, затраченного на титрование (возвращение к исходному значению pH), 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.

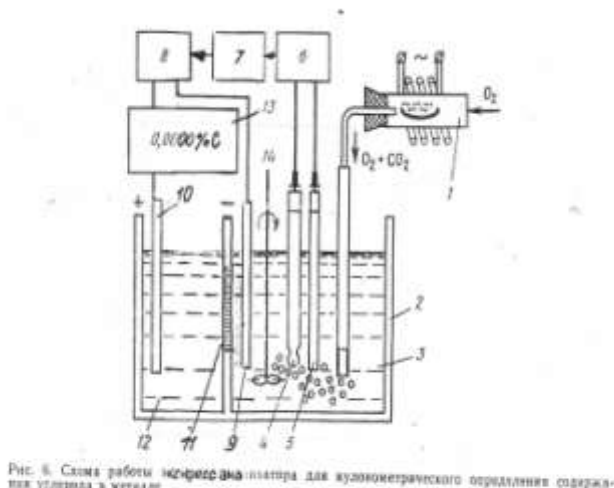
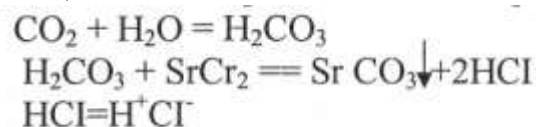


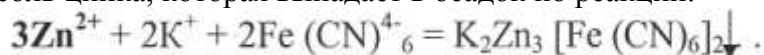
Рис. 8. Схема работы экспресс-анализатора для кулонометрического определения содержания углерода в металле

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 $2\text{H}^+ + 2\text{e} = \text{H}_2 \uparrow$, а на аноде, изготовленном из цинка, реакция $\text{Zn} - 2\text{e} = \text{Zn}^{2+}$. 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 мА рН-метра	0,03—0,04 60	0,006—0,008 60—120
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

Критерии оценки:

- 1.«5» (отлично): выполнены все задания, студент четко и без ошибок ответил на все контрольные вопросы.
2. «4» (хорошо): выполнены все задания; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями
3. «3» (удовлетворительно): выполнены все работы с замечаниями; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.
- 4.«2» (не зачтено): студент не выполнил или выполнил неправильно задания; студент ответил на контрольные вопросы с ошибками или не ответил на контрольные вопросы.

Тема 3.2.

Рентгеноструктурный анализ.

Практическое занятие № 8

Ознакомление с устройством, принципом действия рентгеноскопа отечественного и зарубежного производства.

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;

Материальное обеспечение:

Оборудование учебного кабинета:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- таблицы.

Оборудование лаборатории:

- рабочее место преподавателя;
- рабочее место студента;
- методические указания для практических работ;
- методические указания для лабораторных работ;
- методические указания для самостоятельной работы;
- химическое оборудование;
- химические реактивы;
- учебное пособие, справочники по аналитической химии.

Технические средства обучения:

- Аудио-, видео-, проекционная аппаратура.

Задание:

1. Получить задание у преподавателя.
2. Изучить теоретическую часть задания.
3. Оформить практическое занятие в тетрадях

Порядок выполнения работы:

Изучить методические указания к данной практической и лабораторной работе.

Определить продукты реакции

Выполнить отчет о проделанной работе.

Ход работы:

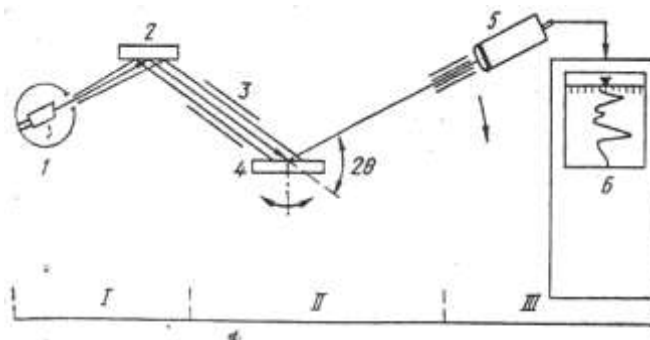


Рис. 41. Схема установки для рентгеноспектрального анализа:
 I — возбуждение; II — разложение в спектр; III — регистрация;
 1 — рентгеновская трубка; 2 — проба; 3 — излучения флуоресценции;
 4 — кристалл-анализатор; 5 — детектор; 6 — регистрирующий измерительный прибор

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

(флуоресцентное 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 микрозонд). В этом случае перегрева образца не происходит из-за интенсивного теплоотвода с микронного участка.

Недостатков, характерных для возбуждения электронами, лишено флуоресцентное возбуждение. Этот метод выдвинулся на передний план после того, как была разработана совершенная техника регистрации слабого флуоресцентного 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 флуоресценции 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 c , определяется уравнением Вульфа — Брэгга:

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

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 X450, 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

Критерии оценки:

1.«5» (отлично): выполнены все задания, студент четко и без ошибок ответил на все контрольные вопросы.

2. «4» (хорошо): выполнены все задания; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями

3. «3» (удовлетворительно): выполнены все работы с замечаниями; студент ответил на все контрольные вопросы с замечаниями.

4.«2» (не зачтено): студент не выполнил или выполнил неправильно задания; студент ответил на контрольные вопросы с ошибками или не ответил на контрольные вопросы.