

Министерство образования и науки Челябинской области
Государственное бюджетное профессиональное образовательное учреждение
«Южно-Уральский государственный технический колледж»

**МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ
ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ**

по учебной дисциплине

«Химические и физико-химические методы анализа»

для студентов специальности

22.02.03

Литейное производство черных и цветных металлов

(базовая подготовка)

Челябинск, 2023

ОТЗЫВ

Методические рекомендации по выполнению лабораторных работ по учебной дисциплине « Химические и физико-химические методы анализа»

автора: Шваревой Ирины Анатольевны

Автор представляет методические рекомендации по выполнению лабораторных работ по учебной дисциплине « Химические и физико-химические методы анализа» для студентов, обучающихся по специальности 22.02.03 Литейное производство черных и цветных металлов, третий курс.

Методические рекомендации к лабораторным работам имеют единую структуру: цели, общие положения, ход работы, форму отчета по работе, справочные данные, литературу. Тематика работ разнообразна. Темы работ определены, исходя из логики изучения дисциплины «Химические и физико-химические методы анализа» и направлены на углубление теоретических знаний и формирование умений проводить физико-химический анализ металлов, сплавов и оценивать его результаты; использовать химические, физико-химические и физические методы анализа сырья и продуктов металлургии на лабораторных работах с использованием лабораторного оборудования, работать со справочной и нормативной документацией.

Методические рекомендации по выполнению лабораторных работ по дисциплине «Химические и физико-химические методы анализа» соответствуют программе учебной дисциплины и могут использоваться в образовательном процессе.

Ведущий специалист
Кузнечно-литейного дивизиона
ООО «ЧТЗ-Уралтрак»



В.Н. Федоров

СОДЕРЖАНИЕ

Пояснительная записка	3
Требования к оформлению отчета	4
Перечень лабораторных работ	7
Содержание работ	8
Список литературы	24

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

Методические рекомендации по выполнению лабораторных работ по учебной дисциплине «Химические и физико-химические методы анализа» предназначены для обучающихся по специальности 22.02.03 Литейное производство черных и цветных металлов базовой подготовки.

Лабораторные занятия являются важным элементом учебной дисциплины. В процессе выполнения лабораторных работ, обучающиеся осваивают методы исследования, систематизируют и закрепляют полученные теоретические знания, развивают интеллектуальные и профессиональные умения, формируют элементы компетенций будущих специалистов.

Методические рекомендации предназначены для организации выполнения лабораторных работ по учебной дисциплине «Химические и физико-химические методы анализа».

Программой учебной дисциплины предусмотрено выполнение 6 лабораторных работ (18ч), направленных **на формирование элементов следующих компетенций:**

ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес.

ОК 3. Принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести за них ответственность.

ОК 4. Осуществлять поиск и использование информации, необходимой для эффективного выполнения профессиональных задач, профессионального и личностного развития.

ОК 6. Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.

ПК 1.2. Анализировать свойства и структуры металлов и сплавов для изготовления отливок.

ПК 2.1. Осуществлять входной контроль исходных материалов литейного производства в соответствии с технологическим процессом (в том числе

с использованием микропроцессорной техники).

умений:

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

обобщение, систематизацию, углубление и закрепление знаний:

- методы химического и физико-химического анализа свойств и структуры металлов и сплавов;
- процессы окислительно-восстановительных реакций взаимодействия металлов (сырья), металлических порошков с газами и другими веществами;

Описание каждой лабораторной работы содержит номер, название и цель работы, формируемые в процессе выполнения работы знания, умения, теоретическое изложение необходимого материала (при необходимости примеры выполнения заданий), описание алгоритма выполнения работы.

Для получения дополнительной, более подробной информации по основным вопросам учебной дисциплины в конце методических рекомендаций приведен перечень информационных источников.

Требования к оформлению отчета

Каждому студенту необходимо иметь тетрадь для лабораторных работ, в которой описываются все этапы проведенных исследований:

- номер и название работы;
- цель работы;
- сущность метода (работы);
- перечень реактивов и оборудования;
- краткое описание работы с подсчетом результатов анализа;

- общий вывод по работе.

К выполнению лабораторных работ студент может приступать лишь после предварительного ознакомления с теорией по данной теме, проверке знаний правил безопасности труда при работе в химической лаборатории и оказании первой помощи и росписи в журнале по технике безопасности.

При оценке лабораторных работ учитываются техника её выполнения, выполнение правил техники безопасности, качество оформления лабораторных работ, точность результатов.

Проводить лабораторные занятия целесообразно в порядке изучения программного материала.

ПЕРЕЧЕНЬ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

№ лабораторной работы	№ темы	Название лабораторной работы	Кол-во часов
1	1.1.	Освоение методов работы с химическими реактивами и химической посудой	2
2	1.1.	Проведение качественных реакции катионов первой аналитической группы NH_4^+ , K^+ , Mg^{2+}	2
3	1.1	Проведение качественных реакции катионов второй аналитической группы Ba^{2+} , Ca^{2+}	2
4	1.1.	Проведение качественных реакции катионов третьей аналитической группы Zn^{2+} , Al^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Ni^{2+} , Co^{2+} .	4
5	1.2.	Определение кремния в чугуна гравиметрическим методом	4
6	1.3.	Приготовление и стандартизация 0,1 Н раствора соляной кислоты	2
7	1.3	Проведение качественного спектрального анализа	2
		Всего	18

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТ

Лабораторная работа № 1

Тема: Освоение методов работы с химическими реактивами и химической посудой.

Цель: Освоить методы работы с химическими реактивами и химической посудой.

Планируемый результат:

ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес.

ОК 6. Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.

ПК 1.2. Анализировать свойства и структуры металлов и сплавов для изготовления отливок.

знания (актуализация): классификация химической посуды, методика работы с химическими реактивами

умения: классифицировать химическую посуду, освоить методику работы с химическими реактивами

Реактивы: раствор сульфата меди (II), раствор хлорида натрия.

Оборудование: Пробирки, коническая и плоскодонная колбы, химический стакан, воронка, стеклянная палочка, тигель, фарфоровая чашка, пипетка, бюретка, мерный цилиндр, горелка, сухое горючее, спички.

Задание

Работа проводится в парах

Ход работы:

Задание 1(Опыт 1). Провести идентификацию химической посуды.

Вам представлено несколько образцов химической лабораторной посуды. Определите соответствие названий видов лабораторной посуды и представленных образцов, опираясь на перечень:

1 студент: пробирка, коническая колба, плоскодонная колба, химический стакан, воронка,

2 студент: стеклянная палочка, тигель, фарфоровая чашка, пипетка, бюретка, мерный цилиндр.

Проверьте правильность выбора друг друга.

Задание 2(Опыт 2).Проведите измерение объемов жидкостей при помощи мерной посуды.

При помощи мерного цилиндра отмерьте 20мл раствора сульфата меди (II) и 10 мл раствора хлорида натрия. При измерении обратите внимание на то, что мерные приборы должны находиться строго в вертикальном положении, а уровень жидкости – на уровне глаз. Также следует помнить, что граница объема окрашенного раствора определяется по верхнему мениску, а неокрашенного по – нижнему.

1 студент отмеряет указанный объем окрашенного раствора.

2 студент отмеряет указанный объем неокрашенного раствора.Зарисуйте верхний и нижний мениск в мерном цилиндре с окрашенным и неокрашенным раствором.

Задание 3 (Опыт 3).Проведите обработку стеклянных трубок

При проведении исследований, связанных с получением и собиранием газов используют изогнутые стеклянные трубки, которые изготавливают из прямых трубок непосредственно в лаборатории. Изготовьте стеклянную трубку, изогнутую под углом 90 градусов, пользуясь инструкцией. Инструкция: трубку поместить в самую горячую часть пламени (верхняя третья часть), придерживать левой рукой и вращать трубку пальцами правой руки. Благодаря этому трубка равномерно нагревается. Когда стекло размягчится – это ощущается по самопроизвольному изгибанию трубки, её сгибают до нужного угла и затем охлаждают.

1 студент изготавливает изогнутую стеклянную трубку, *2 студент* отслеживает соблюдение технологии изготовления, опираясь на этапы, изложенные в инструкции и при необходимости. Затем студенты меняются ролями.

В отчете перечислите этапы изготовления изогнутой стеклянной трубки.

Контрольные задание

При прохождении производственной практики в аналитической лаборатории производственного предприятия вам поручили разделить вновь полученную химическую посуду по двум категориям, предварительно заполнив таблицу.

Заполните таблицу «Химико-лабораторная посуда и требования, предъявляемые к ней».

Категория посуды	Перечень	Требования
Посуда общего назначения		
Мерная посуда		

Составьте отчет по работе и сделайте вывод.

Лабораторная работа № 2

Тема: Проведение качественных реакции катионов первой аналитической группы NH_4^+ , K^+ , Mg^{2+}

Цель: Научиться проводить качественные реакции катионов первой аналитической группы.

Планируемый результат:

ОК 3. Принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести за них ответственность.

ПК 1.2. Анализировать свойства и структуры металлов и сплавов для изготовления отливок.

знания (актуализация): первая аналитическая группа катионов

умения: проводить качественные реакции катионов первой аналитической группы

Реактивы: NaOH (10–20% водный раствор); Na₂CO₃ или K₂CO₃ (тв.); NaHPO₄ (раствор); HCl (2M раствор), NH₄OH (2M раствор), Na₃[Co(NO₂)₆].

Оборудование: пробирки, штатив, пипетка, держатель, горелка, сухое горючее, спички, индикаторная лакмусовая бумага.

Работа проводится индивидуально.

Ход работы:

Задание 1. Проведите качественную реакцию катионов аммония (NH₄⁺)

В пробирку поместите 3-5 капель раствора, содержащего катионы (NH₄⁺) и добавьте 3-5 капель раствора NaOH. Нагрейте, обратите внимание на запах, внесите в пары кусочек влажной универсальной индикаторной бумаги. Наличие катионы (NH₄⁺) определяют по запаху аммиака или изменению цвета лакмусовой бумаги.

Задание 2. Проведите качественную реакцию катионов калия (K⁺)

В пробирку поместите 3-5 капель раствора, содержащего катионы (K⁺) и добавьте 2-3 капли раствора гексанитрокобальтата (III) натрия Na₃[Co(NO₂)₆]. В присутствии ионов калия выпадает желтый осадок K₂Na₃[Co(NO₂)₆].

Другим вариантом определения катионов калия является окрашивание пламени. Летучие соли калия (например, хлорид калия) окрашивают пламя горелки в бледно-фиолетовый цвет.

Задание 3. Проведите качественную реакцию катионов магния (Mg²⁺)

В пробирку поместите 3-5 капель раствора, содержащего катионы (Mg²⁺) и добавьте 5 капель раствора HCl, 2 капли раствора NaHPO₄ и при перемешивании добавляют раствор NH₄OH до появления запаха аммиака. В присутствии ионов магния выпадает белый кристаллический осадок MgNH₄PO₄.

Контрольные задание

В лаборатории необходимо определить наличие в исследуемом образце катионов первой аналитической группы. Приведите перечень групповых реактивов на катионы первой аналитической группы.

Составьте отчет по работе и сделайте вывод. В отчете должны быть изложены признаки и уравнения проведенных качественных реакций.

Лабораторная работа № 3

Тема: Проведение качественных реакции катионов второй аналитической группы Ba^{2+} , Ca^{2+}

Цель: Научиться проводить качественные реакции катионов второй аналитической группы.

Планируемый результат:

ОК 3 - Принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести за них ответственность.

ПК 1.2. Анализировать свойства и структуры металлов и сплавов для изготовления отливок.

знания (актуализация): вторая аналитическая группа катионов

умения: проводить качественные реакции катионов второй аналитической группы

Реактивы: хромат калия K_2CrO_4 (раствор), ацетат натрия CH_3COONa (1М раствор); серная кислота H_2SO_4 (2М раствор), гексацианоферрат(II)калия $K_4[Fe(CN)_6]$ (раствор), хлорид аммония NH_4Cl (раствор).

Оборудование: пробирки, штатив, пипетка, держатель, горелка, сухое горючее, спички.

Задание

Работа проводится индивидуально.

Ход работы:

1. Качественная реакция катионов бария Ba^{2+}
 - 1.1 В пробирку поместите 1-2 капли раствора, содержащего катионы Ba^{2+} и добавьте 2-3 капли раствора ацетата натрия CH_3COONa и 1-2 капли раствора хромата калия K_2CrO_4 . В присутствии ионов бария образуется желтый осадок хромата бария.
 - 1.2 В пробирку поместите 2-3 капли раствора, содержащего катионы Ba^{2+} и добавьте 2-3 капли раствора серной кислоты. В присутствии ионов бария образуется белый кристаллический осадок сульфата бария.

2. Качественная реакция катионов кальция Ca^{2+}

В пробирку поместите 2-3 капли раствора, содержащего катионы Ca^{2+} , добавьте 4-5 капель гексацианоферрата(II)калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, 2-3 капли раствора хлорида аммония и нагрейте. Помутнение или появление кристаллического осадка указывает на присутствие ионов кальция.

Контрольные задание

В лаборатории необходимо определить наличие в исследуемом образце катионов второй аналитической группы. Приведите перечень групповых реактивов на катионы второй аналитической группы.

Составьте отчет по работе и сделайте вывод. В отчете должны быть изложены признаки и уравнения проведенных качественных реакций.

Лабораторная работа № 4

Тема: Проведение качественных реакции катионов третьей аналитической группы Zn^{2+} , Al^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Ni^{2+} , Co^{2+} .

Цель: Научиться проводить качественные реакции катионов третьей аналитической группы.

Планируемый результат:

ОК 3 - Принимать решения в стандартных и нестандартных ситуациях и нести за них ответственность.

ПК 1.2. Анализировать свойства и структуры металлов и сплавов для изготовления отливок.

знания (актуализация): третья аналитическая группа катионов

умения: проводить качественные реакции катионов третьей аналитической группы

Реактивы: NaOH (2М раствор), HCl (раствор), гексацианоферрат(II)калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (раствор), гексацианоферрат(III)калия $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (раствор), концентрированный раствор аммиака.

Оборудование: пробирки, штатив, пипетка, держатель, горелка, сухое горючее, спички.

Задание

Работа проводится индивидуально.

Ход работы:

1. Качественная реакция катионов алюминия Al^{3+}

В пробирку поместите 5-6 капли раствора, содержащего катионы Al^{3+} и добавьте 5-6 капли раствора гидроксида натрия до образования белого студенистого осадка гидроксида алюминия. Содержимое пробирки разделите пополам; в одну пробирку добавьте соляную кислоту, в другую гидроксид натрия. Осадок растворяется и в кислоте, и в щелочи.

2. Качественная реакция катионов цинка Zn^{2+}

В пробирку поместите 5-6 капли раствора, содержащего катионы Zn^{2+} , и добавьте 3-4 капли раствора гидроксида натрия до образования белого осадка гидроксида цинка. Содержимое пробирки разделите пополам; в одну пробирку добавьте соляную кислоту, в другую гидроксид натрия. Осадок растворяется и в кислоте, и в щелочи.

3. Качественная реакция катионов железа (II) Fe^{2+}

Реакцию проводят капельным методом на фильтровальной бумаге. На бумагу нанесите каплю раствора, содержащего ионы Fe^{2+} , подкисляют раствором соляной кислоты, затем в центр образовавшегося пятна наносят каплю раствора гексацианоферрата(III)калия $K_3[Fe(CN)_6]$. В присутствии ионов Fe^{2+} образуется синий осадок (турнбулевая синь). Осадок нерастворим в кислотах, но разлагается щелочами с образованием гидроксидов железа (III).

4. Качественная реакция катионов железа (II) Fe^{3+}

Реакцию проводят капельным методом на фильтровальной бумаге. На бумагу нанесите каплю раствора, содержащего ионы Fe^{3+} , каплю раствора соляной кислоты и каплю раствора гексацианоферрата (II) калия $K_4[Fe(CN)_6]$. В присутствии ионов Fe^{3+} образуется синее пятно на бумаге.

5. Качественная реакция катионов никеля Ni^{2+}

В пробирку поместите 3-4 капли раствора, содержащего катионы Ni^{2+} ,

и добавьте 2-3 капли раствора гидроксида натрия. Выпадение бледно-зеленого осадка свидетельствует о присутствии ионов Ni^{2+} . Добавьте 2-3 капли концентрированного аммиака. Растворение осадка и появление синей окраски комплексного иона аммиаката никеля подтверждают присутствие ионов Ni^{2+} .

б. Качественная реакция катионов кобальта Co^{2+}

В пробирку поместите 3-4 капли раствора, содержащего катионы Co^{2+} , и добавьте 2-3 капли раствора гидроксида натрия до образования розового осадка гидроксида кобальта (II). Вначале выпадает синий осадок основной соли кобальта. Дополнительно приливая щелочь и нагревая раствор на водяной бане, добиваются образования розового осадка гидроксида кобальта (II).

Контрольные задание

В лаборатории необходимо определить наличие в исследуемом образце катионов кобальта и никеля. Предложите перечень групповых реактивов на катионы второй аналитической группы и индивидуальные реактивы на каждый из двух катионов.

Составьте отчет по работе и сделайте вывод. В отчете должны быть изложены признаки и уравнения проведенных качественных реакций.

Лабораторная работа № 5

Тема: Определение кремния в чугуна гравиметрическим методом.

Цель: Научиться определять процентное содержание кремния в навеске чугуна гравиметрическим методом.

Планируемый результат:

ОК 1. Понимать сущность и социальную значимость своей будущей профессии, проявлять к ней устойчивый интерес.

ОК 6. Работать в коллективе и команде, эффективно общаться с коллегами, руководством, потребителями.

ПК 1.2. Анализировать свойства и структуры металлов и сплавов

для изготовления отливок.

знания (актуализация): гравиметрический (весовой) метод физико-химического анализа свойств и структуры металлов и сплавов

умения: проводить гравиметрический анализ и оценивать его результаты

Реактивы: соляная кислота (конц.), раствор соляной кислоты (1:1), 5% раствор соляной кислоты, азотная кислота (конц.), фтористоводородная (плавиковая) кислота, раствор серной кислоты (1:1), 5% раствор тиоцианата аммония, 0,1% раствор нитрата серебра, чугун, дистиллированная вода.

Оборудование: весы аналитические, фарфоровые чашки 100 мл, фарфоровые тигли, воронки, электрическая плита.

Задание

Разбейтесь на группы по 4 человека. Каждая группа получает свою навеску исследуемого образца и проводит анализ.

Ход работы:

1 группа 0,5 г чугуна.

2 группа 0,1 г чугуна.

3 группа 0,3 г чугуна.

4 группа 0,7 г чугуна.

5 группа 0,8 г чугуна.

6 группа 0,6 г чугуна.

Навеску чугуна в виде стружки растворяют в 25 мл HCl (1:1) в фарфоровой чашке, ставят на плиту, закрытую асбестом, и выпаривают досуха, следя за тем, чтобы осадок не был пересушен. К осадку сухих солей добавляют 20 мл HCl (1:1) и вновь нагревают на плите. В горячий раствор осторожно по каплям добавляют концентрированную азотную кислоту (во избежание бурной реакции) до прекращения вскипания раствора при добавлении кислоты (всего 4-5 капель). Добавляют 30 мл воды и отфильтровывают через фильтр «белая лента». Осадок промывают 5-10 раз горячей 5% -ной HCl, затем горячей дистиллированной водой до

отрицательной реакции промывных вод на ион железа (по реакции с тиоцианатом аммония) и до полной отмывки от хлор-иона по реакции с нитратом серебра. Фильтр с осадком помещают в тигель, озоляют и прокаливают до постоянной массы в муфеле при постоянной температуре 1000⁰С. Осадок после прокаливания должен быть совершенно белым (что обеспечивается тщательной промывкой осадка).

Подсчет результатов анализа: содержание кремния, %, вычисляют по формуле

$$X = ((a - b) / q) F * 100,$$

Где, *a* – масса тигля с осадком, г; *b* – масса пустого тигля, г; *q* – навеска, г; *F* – коэффициент пересчета диоксида кремния на кремний, равный 0,4672.

Содержание кремния должно составить от 0,05 до 5,00%

Контрольные задание

В ходе проведения анализа, часть результатов забыли внести в таблицу. Заполните недостающие графы в таблице, опираясь на сохранившиеся данные, с учетом, что расчет в гравиметрическом анализе проводят по формуле $X = v * 100 / q$

Символ	Обозначаемая величина	Единица измерения	Расчет
X	Массовая доля, определяемого вещества		
v	Масса определяемого вещества в осадке		0,003
q		г	0,2

Составьте отчет по работе и сделайте вывод.

В отчете должны быть изложены сущность метода (с приведением основных химических реакций), методика определения, рассчитаны полученные результаты.

Лабораторная работа №6

Тема: Приготовление и стандартизация 0,1 Н раствора соляной кислоты.

Цель: Научиться приготавливать 0,1 Н раствор соляной кислоты и осуществлять вычисления при приготовлении титрованных растворов.

Планируемый результат:

ОК 4. Осуществлять поиск и использование информации, необходимой для эффективного выполнения профессиональных задач, профессионального и личностного развития.

ПК 1.2. Анализировать свойства и структуры металлов и сплавов для изготовления отливок.

знания (актуализация): титриметрический (объемный) метод физико-химического анализа качества сырья и продуктов металлургии

умения: проводить титриметрический анализ и оценивать его результаты

Реактивы: бура, дистиллированная вода, соляная кислота плотностью 1,12, метиловый оранжевый.

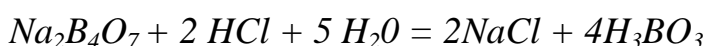
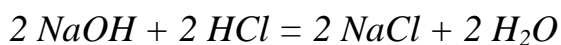
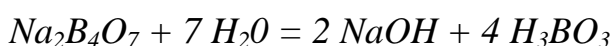
Оборудование: химический стакан, мерная колба 250 мл, мерный цилиндр, пипетка, бюретка.

Задание

Работа проводится индивидуально.

Ход работы:

1) Рассчитывают навеску буры ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), необходимую для приготовления 2л 0,1Н её раствора. В 1л 0,1Н раствора буры содержится 0,1 грамм-эквивалента соли. Реакцию нейтрализации буры соляной кислотой можно выразить уравнениями



Отсюда грамм-эквивалент буры равен $\frac{1}{2}$ грамм-молекулы (190, 72г).

Навеска буры составляет.....

2) На аналитических весах взвешивают рассчитанное количество буры. Навеску буры с часового стекла переносят в стакан на 100 мл, споласкивают над ним часовое стекло дистиллированной водой из промывалки и наливают в стакан ещё 30-40 мл дистиллированной воды. Нагревают почти до кипения. После растворения буры раствор переливают в мерную колбу на 250 мл, дважды споласкивают стакан дистиллированной водой и выливают её тоже в мерную колбу. Охлаждают колбу под краном и доводят объём раствора до метки. Содержимое колбы тщательно перемешивают.

3) *Приготовление приблизительно 0,1N раствора соляной кислоты.* Рассчитайте количество соляной кислоты плотностью 1,12, необходимое для приготовления 1л приблизительно 0,1N раствора этой кислоты. *Для приготовления 1л 0,1N раствора соляной кислоты нужно взять 0,1грамм-эквивалента, т.е. 3,645 г хлористого водорода. Плотность 1,12 соответствует кислоте, содержащей 24% HCl в 100г которой содержится 24,0г хлористого водорода. В 100г кислоты – 24,0г хлористого водорода, в X г – 3,645г. Следовательно, масса кислоты: $X = 100 * 3,645 / 24,00$. Масса кислоты =г, пересчитываем граммы в миллилитры: $V = m/d$ (m- масса, г; d-плотность, г/мл; V– объём, мл). Объём кислоты =мл.*

Рассчитанный объём соляной кислоты отмеряют мерным цилиндром, переливают в мерную колбу, добавляют дистиллированной воды до метки и тщательно перемешивают.

4) Определение нормальности соляной кислоты по буре. В две колбы с помощью сухой пипетки отмеряют точный объём приготовленного ранее раствора буры с известной концентрацией и прибавляют 1-2 капли метилового оранжевого. При этом появляется слабозеленое окрашивание. Чистую бюретку, предварительно ополоснув её раствором соляной кислоты, заполняют кислотой, нормальность которой требуется определить (носик бюретки должен быть заполнен раствором кислоты). К раствору буры

приливают из бюретки при постоянном перемешивании соляную кислоту до появления слабо-розового окрашивания. На основании полученных результатов рассчитывают точное значение нормальности приготовленной соляной кислоты. Рассчитайте нормальность соляной кислоты, если известно, что на титрование 20,0 мл 0,1N раствора буры расходуется 18,0 мл раствора соляной кислоты. *Нормальность соляной кислоты(г-экв/л)*

$$N_{HCl} = N_{буры} * V_{буры} / V_{HCl}$$

$$N_{HCl} = \dots \dots \dots \text{г-экв/л}$$

Контрольные задание

Заполните таблицу «Способы выражения концентрации растворов в титриметрическом методе анализа».

Способы выражения концентрации	Формула	Единицы измерения
Массовая доля		
Молярная концентрация		
Нормальная концентрация		

Составьте отчет по работе и сделайте вывод.

В отчете должны быть изложены сущность метода, методика определения, рассчитаны результаты.

Лабораторная работа №7

Тема: Проведение качественного спектрального анализа

Цель: Научиться проводить качественный спектральный анализ.

Планируемый результат:

ОК 4. Осуществлять поиск и использование информации, необходимой для эффективного выполнения профессиональных задач, профессионального и личностного развития.

ПК 2.1. Осуществлять входной контроль исходных материалов литейного производства в соответствии с технологическим процессом (в том

числе с использованием микропроцессорной техники).

знания (актуализация): качественный спектральный метод физического анализа качества сырья и продуктов металлургии

умения: проводить качественный спектральный анализ и оценивать его результаты

Реактивы: исследуемые образцы сплавов

Оборудование: Спектрограф средней дисперсии ИСП-22(ИСП-28, ИСП-30)

Задание

Работа проводится индивидуально.

Ход работы:

1. Перед началом работы необходимо почистить электроды дуги от темного окисного слоя, образующегося во время разряда. Это делается при помощи специально выделенного для этой цели надфиля. Открыть дверцу дугового штатива. Во избежание поражения остаточным электрическим напряжением, коснуться сразу обоих электродов специальным находящимся на столе заземленным проводом. Приподнять верхний электрод поворотом нижней регулировочной ручки против часовой стрелки. Легкими движениями надфиля (не прилагая больших усилий) аккуратно снять тонкий окисный слой с обоих электродов. Вернуть верхний электрод в прежнее положение и установить величину разрядного промежутка приблизительно 0,5 мм. Закрыть дверцу штатива.

2. Далее следует выставить анализируемые электроды так, чтобы разрядный промежуток проектировался на центр щели и не был смещен в сторону от нее. Это необходимо соответственно для того, чтобы регистрируемое излучение точно попадало на линейку фотодиодов оптической камеры и имело максимальную интенсивность.

Снять защитный колпачок с входной щели монохроматора. При включенном внешнем освещении смотрят с задней части штатива через линзу. Вращением двух ручек регулировки положения электродов, устанавливают их концы на уровне двух линий, видимых на гартмановской диафрагме перед щелью. Саму диафрагму с линиями для более точной юстировки можно сдвинуть. По окончании расположить диафрагму так, чтобы фигурный вырез с линиями заостренной частью располагался рядом со щелью, но не заслонял его.

Затем включают в сеть вилку питания дугового источника, нажимают кнопку “пуск” на передней панели прибора. Смотря на щель монохроматора, кратковременно (во избежание окисления электродов при длительном горении дуги и, как следствие, ухудшения качества спектров) включают прерыватель, находящийся с правой стороны на корпусе (тем самым уточняют, правильно ли была проведена вышеописанная юстировка). Если она была проведена правильно, то световое пятно приходится точно на центр щели против острой части фигурного выреза. В противном случае юстировку необходимо уточнить.

3. После этого выключают дуговой аппарат (кнопка “стоп” на панели прибора) и включают компьютер. При этом автоматически загрузится программа обслуживания оптической камеры. Запускают приемник в реальном масштабе времени (“R-RealTimeExp”) и засекают 10 мин, необходимые для прогрева ее элементов и выхода на стабильную работу.

Пока камера прогревается, вращением барабана перестройки длин волн, выводят монохроматор в положение, соответствующее показанию шкалы в корпусе прибора- 65 и положению шкалы барабана- 10 делений (см. надписи типа 65+10 на сравнительных спектрах латуни, находящихся на рабочем столе). Выводить прибор на данную отметку следует со стороны меньших значений шкалы в корпусе, и учитывая, что “0” по барабану перестройки соответствует либо целым делениям, либо половине расстояния между ними

(два оборота барабана на одно деление). Надпись на спектрах типа “lat3750” означает название исследуемого образца (латунь) и дает приближенно середину спектрального диапазона, регистрируемого оптической камерой (в ангстремах).

4. После окончания времени прогрева остановить процесс считывания сигнала (E- EndExperiment). Далее следует зарегистрировать аппаратную функцию приемника (включить ‘I-InitExper’): ‘DelayErase-Read’ =1000, ‘SmoothCurve’ – Y, ‘ExperName’ = bg, ‘AverageNumber’ = 30, остальные параметры пропустить (нажать ‘Enter’), запустите эксперимент посредством опции ‘S-StartExper’. Затем, инициализируйте эксперимент с вычитанием аппаратной функции; для этого установите те же параметры ‘Delay...’ и ‘Smooth...’, ‘BackgroundName’ = bg, ‘ExperName’=lat3750, ‘AverageNumber’ = 3, ‘Period (sec)’ пропустить (нажать ‘Enter’). С помощью опции ‘C-Cursor’, ‘UpperLevel’ сделайте масштаб по вертикали, соответственно, как на сравнительном спектре. Запустите приёмник в реальном масштабе времени (‘R-RealTimeExp’). При этом должен наблюдаться низкий фоновый сигнал. Остановите процесс (E- EndExperiment).

5. Приступают непосредственно к съемке и записи спектров. Включают дуговой аппарат, тумблер прерывателя и сразу же нажимают ‘S-StartExper’. По окончании, сразу выключают тумблер прерывателя дуги. При появлении на спектре искажений, вызванных электрическими помехами, следует повторить съемку. В случае неудовлетворительного фона (сильно неровного, большого по величине, маскирующего слабые реперные линии) записать заново аппаратную функцию и инициализировать эксперимент с ее вычитанием.

Сохраняют полученный спектр: ‘F – FileProcess’, ‘W- WriteFile’, WriteName=lat3750 (имя без расширения).

6. Вращением барабана выводят монохроматор на отметку, соответствующую следующему снимаемому спектру, настраивают масштаб по вертикали и повторяют пункт 5, последовательно получая и сохраняя файлы lat3560, lat2900, lat3970, lat3360, lat3110 и lat2000.

7. После записи последнего спектра кнопкой “стоп” выключают дуговой аппарат и вынимают из сети его вилку питания. Одевают защитный колпачок на входную щель монохроматора.

8. Приступают к расшифровке полученных данных. С помощью опции ‘F – FileProcess’, ‘R – ReadFile’ (вводят имя файла с расширением, например, ‘FileName=lat3970.dat’) последовательно загружают экспериментальные кривые. Отождествляя каждый снятый спектр со сравнительным, находят отмеченные реперные линии. Включают ‘C – Cursor’ и клавишами ‘R – Right’ и ‘L – Left’ перемещаясь вправо и влево находят точное положение в пикселах указанных линий. Затем включают ‘W – WaveCalibr’, ‘W-WaveLength’ и вводят соответствующие данные. С помощью передвижения курсора (в верхней части экрана уже можно видеть окошко длин волн в ангстремах) выясняют, присутствуют ли на данном спектре последние линии искомого элемента. Максимально точно определяют их длины волн. Заполняют таблицу и показывают ее вместе с полученными спектрами преподавателю. Подписывают результаты. Выходят из программы. Далее с помощью NortonCommander удаляют с диска записанные и обработанные файлы (или в случае необходимости переносят себе на дискету). Выходят из NortonCommander, и выключают компьютер.

Результаты качественного спектрального анализа.

Элемент	Последние линии (точн. знач. в)*	Эксперимент. значения	Интенсивность (в ед. шкалы приемника)
---------	--------------------------------------	--------------------------	---

Al	3944.03 (U2)		
Mn	4033.073 (U2)		
Pb	4057.83 (U1)		
Sn	2839.989 (U1)		
Fe	3737.133 (U2)		
Zn	3345.02 (U2)		
Cu	3247.54 (U1)		

Составьте отчет по работе и сделайте вывод.

В отчете должны быть изложены сущность метода, методика определения, рассчитаны результаты.

Контрольные задание

Приведите принципиальную схему спектрографа.

Список литературы

Основные источники:

1. Саенко О.Е. Аналитическая химия: учебник для колледжей/ О.Е.Саенко. – Ростов н/Д:Феникс, 2018. – 287с. – (Среднее профессиональное образование)
2. Саенко О.Е. Химия: учебник для колледжей: общеобразовательная подготовка/ О.Е.Саенко. – Ростов н/Д: Феникс, 2018. – 282с. – (Среднее профессиональное образование)