

Министерство образования и науки РФ
Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
Владимирский государственный университет
Кафедра химии

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
К ЛАБОРАТОРНЫМ РАБОТАМ
ПО ДИСЦИПЛИНЕ «МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ
И АНАЛИЗА» ДЛЯ СТУДЕНТОВ
БАКАЛАВРИАТА ПО НАПРАВЛЕНИЮ
150100 – МЕТАЛЛУРГИЯ**

Составители:
О.И. АБРАМЕНКОВА
А.В. ТРЕТЬЯКОВ

Владимир 2011

УДК 004.438
ББК 32.973.26
М54

Рецензент
Доктор медицинских наук, профессор,
зав. кафедрой химии Владимирского
государственного гуманитарного университета
Н. П. Ларионов

Печатается по решению редакционного совета
Владимирского государственного университета

Методические указания к лабораторным работам по дисциплине «Методы контроля и анализа» для студентов бакалавриата по направлению 150100 – металлургия / Владим. гос. ун-т; сост.: О. И. Абраменкова, А. В. Третьяков. – Владимир : Изд-во Владим. гос. ун-та, 2011. – 30 с.

Посвящены методам разложения сплавов, их качественному анализу, химическим, физико-химическим и физическим методам в анализе сплавов черных и цветных металлов.

Предназначены для студентов второго курса полной и ускоренной очных форм обучения направления 150100 – металлургия механико-технологического факультета.

Рекомендованы для формирования профессиональных компетенций в соответствии с ФГОС 3-го поколения.

Библиогр.: 9 назв.

УДК 004.438
ББК 32.973.26

ВВЕДЕНИЕ

Металлы отличаются такими характерными свойствами как высокая электро- и теплопроводность, отражательная способность к световому излучению, отрицательный температурный коэффициент электропроводности, повышенная пластичность (ковкость). Эти свойства обусловлены наличием подвижных электронов, постоянно перемещающихся от одного атома к другому. Вследствие этого в структуре металла всегда имеется некоторое количество свободных электронов, которые не принадлежат в данный момент ни одному атому. Свободное передвижение электронов в кристаллической решетке металла придает ему специфические свойства. Образование катионов и основных окислов обусловлено слабой связью электронов с ядром атома.

Наибольшей электропроводностью обладают серебро, золото, медь и алюминий. Медь и алюминий нашли широкое применение при изготовлении проводов. По плотности все металлы делятся на легкие (плотность до 5 г/см^3) и тяжелые.

В промышленности различают черные металлы: железо и его сплавы, чугун, различные виды сталей и цветные металлы: алюминий, кальций, свинец, медь, золото, кадмий, никель, кобальт, серебро и др., а также их сплавы. Технически чистые металлы всегда содержат примеси, которые попадают при выплавке их из руд. Иногда примеси добавляют искусственно, для придания определенных свойств металлу. Наличие серы в металлах вызывает хрупкость в нагретом состоянии и понижает стойкость к химическим воздействиям. Присутствие кремния повышает стойкость сплава к действию кислот, увеличивает его жаростойкость. Углерод повышает текучесть, но увеличивает хрупкость на холоду. Медь повышает антикоррозионные свойства железных сплавов, однако вызывает красноломкость металла. Алюминий придает легкость и пластичность сплавам. Чистая медь (без примесей) обладает более высокой электропроводностью, поэтому при изготовлении проводов ее очищают от других элементов.

Основные медные сплавы – латуни и бронзы. Латуни – это двойные и многокомпонентные медные сплавы, в которых базовым легирующим компонентом является цинк. По сравнению с медью, латуни обладают более высокими прочностью, коррозионной стойкостью, литейными свойствами и температурой рекристаллизации. Это наиболее дешевые медные сплавы. Латуни широко применяют в машиностроении и многих отраслях промышленности. Двойные (простые) латуни, содержащие 88 – 97 % Cu, называют томпаком, а содержащие 79 – 86 % Cu – полутомпаком. По структуре выделяют α -латуни, ($\alpha + \beta$)-латуни и β -латуни, причем α - и ($\alpha + \beta$)-латуни пластичны в холодном и горячем состоянии, β -латуни – только при высоких температурах.

Медно-цинковые сплавы, легированные одним или несколькими элементами, называют специальными латунями. Наименование таких латуней дается по легирующим элементам, например, латунь, содержащую свинец, называют свинцовой. Простые латуни маркируют буквой *Л*, за которой пишут содержание меди в процентах. В специальных латунях после буквы *Л* пишут заглавную букву дополнительных легирующих элементов и через тире после содержания меди указывают содержание вводимых элементов в процентах (табл. 1; 2 приложения). В зависимости от способа обработки латуни подразделяют на деформированные и литейные.

Латунь обладает хорошей свариваемостью и достаточно хорошо поддается механической обработке, поэтому используется при изготовлении трубных дисков маслоохладителей, воздухоохладителей, работающих на морской воде, деталей для работы в атмосфере пресной воды, масла и пара до температуры 250 °С.

Основные легирующие элементы в специальных латунях – алюминий, железо, кремний, марганец, мышьяк, никель, олово, свинец. Алюминий, а также никель и олово повышают прочность, коррозионную стойкость латуни на воздухе, в морской атмосфере и морской воде, а также улучшают антифрикционные свойства. Железо измельчает зерно, повышает температуру рекристаллизации и твердость латуни. Кремний повышает прочность, коррозионную стойкость, антифрикционные свойства, а марганец – жаростойкость латуни. Мышьяк предохраняет латунь от обесцинкования в агрессивных пресных водах при комнатной и повышенных температурах. Добавки никеля, мышьяка и железа к алюминиевым латуням повышают их стойкость к щелочам и разбавленным кислотам. Свинец, практически не

растворимый в медной основе, располагается в виде дисперсных частиц в объеме зерен и по их границам.

Бронзу используют для изготовления деталей паровой и водяной арматуры, работающей при давлении пара до 10 атм. Бронза марки КМцЗ-1 обладает высокими упругими свойствами и используется для изготовления пружин и пружинящих деталей, работающих в среде морской и пресной воды.

Медные сплавы нашли широкое применение в промышленности. Техническая медь устойчива к атмосферной коррозии и коррозии со стороны чистой пресной воды. Ее используют для изготовления прокладок, деталей электрических контактов, трубок для маслопроводов.

1. ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ РАЗЛОЖЕНИЯ СПЛАВОВ

Стали и сплавы могут быть вскрыты с помощью широкого спектра методов, которые различаются по действию реагента и по форме образующегося соединения. Характер воздействия позволяет подразделять химические методы разложения на три основные группы: разложение без изменения степени окисления элементов, разложение окислением и восстановлением.

Для определения оксидных включений используется первый метод, заключающийся в сплавлении образца с метаборатом лития и пероксидом натрия и растворении сплава в разбавленных кислотах. Определение «летучего» азота, связанного с железом и марганцем, проводят методом восстановления водородом. Для определения в сталях оксидов используют восстановление алюминием.

Метод окисления является наиболее распространенным. В качестве окислителей используют кислород, все галогены, кроме фтора, нитрит калия, пероксид водорода (в основном в смеси с кислотами) и собственно сами кислоты.

1.1. Растворение металлов в кислотах и растворах щелочей с выделением водорода

Металлы, стоящие в ряду напряжения левее водорода, теоретически должны растворяться в кислотах-неокислителях с выделением водорода. На практике же реальное поведение металлов определяется

не только их стандартными потенциалами, но и другими факторами. Очень активные металлы, такие как щелочные и щелочноземельные, взаимодействуют даже с водой так интенсивно, что возможны потери в результате разбрызгивания. Эти металлы рекомендуется растворять в метаноле и этаноле, где реакции протекают спокойнее при низкой концентрации ионов водорода, образующихся при диссоциации молекул растворителя, и более низкой теплоте сольватации ионов металлов, чем при использовании воды.

Многие металлы (железо, цинк, алюминий) с водой почти не взаимодействуют и быстро растворяются в кислотах. Высокая кислотность раствора не только способствует увеличению потенциала водорода, но и обеспечивает сохранение в растворе гидратированных ионов металлов, предотвращая их гидролиз, что особенно актуально для легкогидролизуемых элементов.

В ряде случаев предпочтительнее проводить растворение в щелочах. Например, алюминий растворяется в гидроксидах калия и натрия с выделением водорода и образованием растворимого алюмината, в то время как азотная кислота алюминий пассивирует. Пассивирование можно предотвратить добавлением ионов меди(II) или ртути(II) (на поверхности алюминия образуется гальванопара за счет выделения небольшого количества металлической меди или ртути). Платина(IV) добавляется как катализатор при растворении никеля и титана. Для некоторых металлов растворение проводят в газовой фазе, к примеру, алюминий нагревают в газообразном хлористом водороде при температуре несколько сот градусов. При этом образуется летучий $AlCl_3$, который затем отгоняется.

1.2. Окисление серной кислотой и смесью кислот

Серная кислота широко используется при растворении многих металлургических продуктов, в раствор переходят мышьяк(III), сурьма(III) и олово(IV), а свинец осаждается в виде сульфата. Избыток кислоты удаляется при нагревании (до появления белых паров). Растворение интенсифицируется при добавлении сульфата и дисульфата калия, а также сульфата аммония.

В водных растворах серная кислота может проявить себя как слабый окислитель. Железо(II) окисляется при температурах 250 – 320 °С смесью серной и 85 %-ной фосфорной кислот (1 : 4), а

ванадий (из соединений с низкой степенью окисления) окисляется при 150 °С 2 М серной кислотой (кислота восстанавливается до диоксида серы).

Смеси азотной и серной кислот широко используются для растворения металлов и сплавов, например молибдена, циркония, олова и сталей, карбидов, руд (молибденовых, цинковых и др.), сульфидов (пиритов). Для растворения сталей рекомендуется смесь кислот азотной, серной и хлороводородной (5 : 2 : 5) и азотной, серной и фосфорной (6 : 7 : 7).

Благодаря высокой скорости реакции для растворения многих металлов и сталей используется царская водка. Растворяющая ее способность обусловлена каталитическим действием молекулярного хлора, NaCl и хлорид-ионов, участвующих в реакции.

Лабораторная работа № 1. Разложение медного сплава

Металлы и сплавы окисляются азотной кислотой с образованием нитратов, которые, как правило, хорошо растворимы в воде. Пассивирующего действия на медь и медно-цинковые сплавы (латуни) азотная кислота не оказывает в отличие от ряда металлов (Al, Cr, Ga, In, Nb, Ta, Ti, Zr, Hf), на поверхности которых при действии азотной кислоты образуется оксидная пленка.

Приборы и реактивы

Азотная кислота, ($\rho = 1,4$ г/мл).

Стакан химический, термостойкий.

Стекло часовое.

Фильтровальная бумага, черная лента.

Колба мерная, 50 мл.

Воронка стеклянная.

Пипетки градуированные, 1 и 5 мл.

Плитка электрическая.

Ход работы

Получить от преподавателя навеску анализируемого сплава массой m (г), взвешенного с точностью до 0,0002 г. Поместить навеску в термостойкий стакан, добавить 1,5 мл воды и 1,5 мл концентрированной азотной кислоты ($\rho = 1,4$ г/мл). Накрыть стакан часовым стеклом до окончания протекания бурной реакции. Обмыть часовое стекло дистиллированной водой. Поставить стакан на плитку и выпаривать

до объема 1 мл. Добавить к содержимому стакана 5 мл горячей воды ($t \sim 80 \text{ }^\circ\text{C}$) и отфильтровать полученный раствор в колбу на 50 мл через тройной складчатый фильтр, промывая его небольшими порциями азотной кислоты, разбавленной 1 : 9. После охлаждения раствора объем довести до метки дистиллированной водой.

Лабораторная работа № 2. Разложение алюминиевого сплава

Алюминий обладает большой легкостью, низкой температурой плавления, большой пластичностью, высокой электро- и теплопроводностью. Эти качества обеспечивают его широкое применение в виде различных сплавов. Азотная кислота для разложения алюминия и его сплавов не используется вследствие образования защитной пленки нерастворимого оксида Al_2O_3 .

Приборы и реактивы

Едкий натр, 20 %-ный раствор.

Сульфид натрия, 15 %-ный раствор.

Азотная кислота, разбавленная (1 : 1).

Аммиак, разбавленный (1 : 2).

Кислота уксусная, 15 %-ный раствор.

Универсальная индикаторная бумага на рН

Стакан химический, 100 мл – 2 шт.

Стекло часовое.

Водяная баня с холодной водой.

Песчаная баня.

Фильтровальная бумага, черная лента.

Плитка электрическая.

Колба мерная, 50 мл.

Воронка стеклянная.

Пипетки градуированные, 1 и 5 мл.

Цилиндр мерный, 25 мл.

Ход работы

Получить от преподавателя навеску анализируемого сплава массой m , (г). Поместить навеску в высокий химический стакан, добавить 5 мл раствора NaOH и накрыть часовым стеклом, в случае бурного протекания реакции охладить стакан в бане с холодной водой. Обмыть часовое стекло дистиллированной водой. Нагреть раствор на плитке до полного растворения металла, добавить 60 мл горячей воды и 1 мл рас-

твору сульфида натрия. Раствор отфильтровать в чистый стакан, оставшийся фильтрат промыть раствором азотной кислоты, собирая промывные воды в тот же стакан. Поставить стакан на песчаную баню, нагреть раствор до полного растворения осадка и осторожно выпарить досуха. К сухому остатку добавить 5 мл раствора аммиака и умеренно нагреть для растворения солей меди, после чего отфильтровать полученный раствор в колбу на 50 мл. Фильтр еще раз обработать раствором аммиака, затем горячей водой, собирая промывные воды в ту же колбу. Для нейтрализации аммиака добавить раствор 15 %-ной уксусной кислоты с ее избытком на 2 мл. Нейтрализацию проводить по реакции универсальной индикаторной бумаги на pH. После охлаждения раствора объем довести до метки дистиллированной водой.

Вопросы и задания для самоконтроля

1. Расскажите о характерных свойствах металлов.
2. Назовите основные медные сплавы, их состав и свойства.
3. В чем заключается суть химических методов разложения сплавов?

2. КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ СПЛАВОВ

Качественный анализ (обнаружение, идентификация) подразумевает установление, из каких элементов или групп элементов состоит вещество. Для полного качественного анализа основной задачей является установление химического состава образца. Чаще используется частичный анализ, цель которого – подтвердить наличие или отсутствие в пробе того или иного компонента. Например, требуется установить, содержится ли никель (медь, алюминий, цинк и т.д.) в данном сплаве. Если качественный анализ необходим для определения присутствия примесей в образце металла, то задача исследования значительно упрощается, так как есть примерные сведения о его составе.

Лабораторная работа № 3. Определение типа сплава

Для выбора способа растворения металла и дальнейшей схемы обнаружения катионов необходимо предварительно определить тип сплава реакциями, характерными для его основного элемента.

Приборы и реактивы

Едкий натр, 30 %-ный раствор.

Сульфат железа(III), 3 %-ный раствор.

Серная кислота, 2 М.

Хлороводородная кислота, концентрированная.

Азотная кислота, концентрированная и 6 М.

Роданид аммония, 10 %-ный раствор.

Гидроксид аммония, 25 %-ный раствор.

Штатив с пробирками.

Центрифуга.

Ход работы

Идентификация сплава алюминия. Кусочек сплава (опилки, стружка) поместить в пробирку, добавить несколько капель 30 %-ного раствора NaOH. Если сплав содержит алюминий, через некоторое время начнется обильное выделение пузырьков газа. Эта реакция характерна для алюминиевых сплавов.

Идентификация сплавов магния. Кусочек сплава обработать 2 каплями 3 %-ного раствора сульфата железа(III), подкисленного серной кислотой. Если сплав содержит магний, очень быстро начнется выделение пузырьков газа, а через 2 – 5 мин появится бурый осадок основного сульфата железа(III).

Идентификация сплавов железа. Кусочек сплава обработать 2 – 3 каплями концентрированной соляной кислоты при нагревании, добавить каплю 6 М азотной кислоты и каплю 10 %-ного роданида аммония. Появление ярко-красной окраски указывает на присутствие железа.

Идентификация сплавов цветных металлов. К сплавам цветных металлов прежде всего относятся сплавы меди (латуни, бронзы), олова и свинца (баббит), олова, сурьмы и свинца (типографские сплавы).

Несколько крупинок сплава нагреть с 2 – 3 каплями концентрированной азотной кислоты. Если раствор окрасится в синий цвет, анализируемый сплав скорее всего представляет латунь или бронзу. Для проверки к капле раствора необходимо добавить 2 – 3 капли 25 %-ного раствора аммиака. Появление синей окраски подтверждает присутствие меди.

Если при действии азотной кислоты выделяется белый осадок, то сплав может быть либо баббитом, либо типографским сплавом.

Отделив осадок центрифугированием, к капле фильтрата добавить 2 – 3 капли воды и 1 – 2 капли серной кислоты. Образование белого обильного осадка указывает на присутствие свинца.

Контрольное задание

1. В отчете к лабораторной работе представить схемы идентификации сплавов с уравнениями протекающих реакций для каждого из проведенных опытов.
2. Получить у преподавателя контрольную задачу, представляющую собой навеску стружки (крупинки) неизвестного сплава. Определить тип сплава, основываясь на описанной в первом задании схеме идентификации.

Лабораторная работа № 4. Анализ сплавов алюминия и железа

Предварительно стружки или опилки сплава алюминия растворить в пробирке в 10 каплях 30 %-ного раствора NaOH на холоду, а затем при осторожном нагревании на водяной бане. Добавить 2 – 3 капли насыщенного раствора Na₂CO₃ для осаждения кальция.

В сталях и чугунах обычно определяют Mn, Co, Cu, Cr, Al и редкие металлы Ti, V, Mo, W. Содержание перечисленных элементов, как правило, невелико, поэтому для приготовления раствора не следует брать слишком мало пробы. Сплавы растворяют в серной кислоте (1 : 5) при нагревании на песчаной бане. Нерастворимый черный осадок (графит, кремний, карбиды) можно отбросить. После полного прекращения выделения водорода добавляют концентрированную HNO₃ и нагревают до исчезновения черных точек (карбиды). Раствор с осадком переносят в пробирку и отделяют осадок вольфрамовой кислоты центрифугированием.

Приборы и реактивы

Едкий натр, 30 %-ный раствор.

Карбонат натрия, насыщенный раствор.

Азотная кислота, концентрированная, 6 М и раствор 1 : 1.

Висмутат натрия, 10 %-ный раствор.

Диметилглиоксим, 5 %-ный раствор.

Сульфид натрия, 10 %-ный раствор.

8-оксихинолин, 1 %-ный раствор.

Серная кислота, 4 М и раствор (1 : 5).

Хлорид олова(II), 10 %-ный раствор.

Хлороводородная кислота, концентрированная.

Роданид аммония, 10 %-ный раствор.

Пероксид водорода, 10 %-ный раствор.

Ализарин, 5 %-ный раствор.

Аммиак, концентрированный раствор.

Фторид натрия, 10 %-ный раствор.

Штатив с пробирками.

Плитка электрическая.

Центрифуга.

Песчаная баня.

Ход работы

Анализ сплавов алюминия. Осадок (гидроксиды, основные карбонаты или карбонаты Cu, Fe, Mn, Ni, Ca, Mg) отделяют центрифугированием, промывают и растворяют в 10 – 15 каплях HNO_3 (1 : 1). Из отдельных порций полученного раствора обнаруживают медь(II) добавлением NaBiO_3 и никель(II) добавлением диметилглиоксима. К оставшемуся раствору добавляют сульфид натрия, нагревают, отделяют центрифугированием осадок сульфидов Cu, Fe, Mn, Ni. В фильтрате обнаруживают кальций, по реакции образования гипса, и магний, по реакции с 8-оксихинолином.

Анализ сплавов железа. Осадок промывают горячей водой, к промытому осадку добавляют 1 – 2 капли концентрированной соляной кислоты и 2 – 3 капли хлорида олова(II). На присутствие вольфрама укажет образование вольфрамовой сини. Раствор после отделения вольфрамовой кислоты может содержать кроме ионов Fe также Cr, Ni, Co, Al, Cu, Ti, Mo и V. К раствору осторожно добавляют Na_2S , нагревают и отделяют центрифугированием осадок сульфидов меди и молибдена. Осадок растворяют в 3 – 5 каплях 6 М азотной кислоты, отделяют серу и раствор выпаривают в фарфоровой чашке на песчаной бане с 2 – 5 каплями 4 М серной кислоты до появления белых паров. По охлаждении переносят в пробирку, разбавляют водой и из отдельных порций раствора обнаруживают медь(II) по реакции с концентрированным аммиаком и молибден(VI) по реакции с хлоридом олова(II) и роданидом аммония.

Раствор после отделения сульфидов меди и молибдена подкисляют 2 каплями 6 М азотной кислоты и 4 каплями 4 М серной кислоты и выпаривают на песчаной бане до появления белых паров, по охлаждении переносят в пробирку, разбавив 5 – 10 каплями воды. К по-

лученному раствору прибавляют 30 %-ный раствор NaOH до щелочной реакции с избытком в 4 капли щелочи, нагревают, отделяют осадок центрифугированием. К центрифугату, содержащему VO^{3-} и $Al(OH)_4^-$, прибавляют 4 М соляную кислоту до pH 3 – 5 и из отдельных порций обнаруживают V(V) (реакция с пероксидом водорода) и алюминий (реакция с ализарином).

Осадок растворяют в 10 каплях 4 М серной кислоты. Обнаруживают марганец(II) по реакции с висмутатом натрия и кобальт с помощью роданида аммония (в присутствии фторида натрия для маскирования железа(III)).

Контрольное задание

В отчете к лабораторной работе представить схемы идентификации катионов с уравнениями протекающих реакций для каждого из проведенных опытов.

Вопросы и задания для самоконтроля

1. Дайте определение качественного анализа.
2. В чем различие качественного и количественного анализа?
3. Напишите характерные реакции обнаружения алюминия, железа, меди, никеля, кобальта и молибдена.

3. ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ В АНАЛИЗЕ СПЛАВОВ

3.1. Гравиметрический анализ

Гравиметрический анализ (весовой анализ) – один из методов количественного химического анализа, основанный на точном измерении массы вещества. Определяемое вещество обычно выделяют из анализируемой пробы в виде малорастворимого соединения известного постоянного химического состава, так как выделение вещества в химически чистом виде связано с большими трудностями, а иногда и невозможно. Гравиметрический анализ начинается с взятия точной навески анализируемой пробы и перевода её в раствор. Затем, прибавляя соответствующий реактив, получают малорастворимый осадок соединения, содержащего определяемое вещество. Осадок отделяют от раствора фильтрованием, промывают и сушат или прокаливают до постоянного значения массы.

Зная навеску анализируемой пробы a , массу осадка b и его состав, вычисляют содержание определяемого вещества x (обычно в процентах по массе):

$$x = a \cdot F \cdot 100 / b,$$

где F – фактор пересчёта, представляющий собой отношение атомной массы определяемого вещества (или величины, кратной атомной массе) к молекулярной массе соединения в осадке.

Наиболее ответственная операция гравиметрического анализа – получение легко фильтрующегося (по возможности крупнокристаллического) малорастворимого осадка (потеря вещества вследствие его растворимости не должна превышать 0,1 мг), свободного от примесей посторонних веществ, не удаляющихся при сушке или прокаливании. Гравиметрический анализ отличается большой точностью: относительная ошибка опыта не превышает 0,1 %, а при особо тщательной работе может быть доведена до 0,02 – 0,03 %. Недостатки гравиметрического анализа – длительность выполнения и необходимость применения сравнительно больших количеств анализируемой пробы (~0,5 г). Последний недостаток устраняется при использовании микро- и ультрамикрометодов гравиметрического анализа. Гравиметрический анализ применяют для определения химического состава горных пород, минералов, сплавов, для контроля качества сырья и готовой продукции в ряде отраслей промышленности.

3.2. Титриметрический анализ

Титриметрический анализ (синоним объемный анализ) – метод количественного анализа, основанный на измерении объема или массы реагента, требующегося для реакции с исследуемым веществом. Количество исследуемого вещества в титриметрическом анализе определяют путем титрования: к точно отмеренному объему раствора исследуемого вещества постепенно приливают раствор другого вещества известной концентрации до тех пор, пока его количество не станет химически эквивалентным количеству исследуемого вещества. Состояние эквивалентности называется точкой эквивалентности. Применяемый для титрования раствор реактива известной концентрации называют титрантом: точная концентрация титрованного раствора может быть выражена титром (г/мл), нормальностью (моль·эquiv/л) и др.

К реакциям, используемым в титриметрии, предъявляются следующие требования: вещества должны реагировать в строго количественных (стехиометрических) отношениях без побочных реакций, реакции должны протекать быстро и практически до конца; для установления точки эквивалентности необходимо применять достаточно надежные способы, влияние посторонних веществ на ход реакции должно быть исключено. Кроме того, желательно, чтобы при титриметрическом анализе реакции протекали при комнатной температуре.

Точку эквивалентности в титриметрическом анализе определяют по изменению окраски титруемого раствора или индикатора, вводимого в начале или в процессе титрования, изменению электропроводности раствора, потенциала электрода, погруженного в титруемый раствор, величины тока, оптической плотности.

Один из широко применяемых способов фиксации точки эквивалентности – индикаторный метод. Индикаторы – вещества, которые дают возможность установить конечную точку титрования (момент резкого изменения окраски титруемого раствора). Наиболее часто индикатор добавляют ко всему титруемому раствору (внутренний индикатор). При работе с внешними индикаторами периодически берут каплю титруемого раствора и смешивают с каплей раствора индикатора или помещают на индикаторную бумагу (что приводит к потерям анализируемого вещества).

Процесс титрования изображают графически в виде кривых титрования, которые позволяют наглядно представить весь ход титрования и выбрать индикатор, наиболее пригодный для получения точных результатов, так как кривую титрования можно сопоставить с интервалом изменения окраски индикатора.

Ошибки в титриметрическом анализе могут быть методическими и специфическими, обусловленными особенностями данной реакции. Методические ошибки связаны с особенностями метода титрования, зависят от погрешностей измерительных приборов, калибровки посуды, пипеток, бюреток, неполного отекания жидкостей по стенкам мерной посуды. Специфические ошибки обусловлены особенностями данной реакции и зависят от константы равновесия реакции и от точности обнаружения точки эквивалентности.

Методы титриметрического анализа в зависимости от реакций, лежащих в их основе, подразделяются на следующие основные группы. Методы нейтрализации, или кислотно-основного титрования, ос-

нованы на реакциях нейтрализации, то есть на взаимодействии кислот и оснований. Эти методы включают ацидиметрию (количественное определение оснований с помощью титрованных растворов кислот), алкалиметрию (определение кислот с помощью титрованных растворов оснований), галометрию (количественное определение солей с помощью оснований или кислот, если они реагируют с солями в стехиометрических соотношениях).

Методы осаждения основаны на титровании веществ, образующих в определенной среде нерастворимые соединения, например соли бария, серебра, свинца, цинка, кадмия, ртути(II), меди(III) и др. К этим методам относят аргентометрию (титрование раствором нитрата серебра), меркурометрию (титрование раствором нитрата закисной ртути) и др.

Методы окисления-восстановления, или оксидиметрия, включают перманганатометрию, хроматометрию (бихроматометрию), йодометрию, броматометрию, ванадометрию и др.

Методы комплексообразования, или комплексометрия (меркуриметрия, фторометрия), основаны на применении реакций, при которых образуются комплексные соединения.

Методы комплексообразования тесно связаны с методами осаждения, многие реакции осаждения сопровождаются комплексообразованием, а образование комплексов – выпадением в осадок малорастворимых соединений.

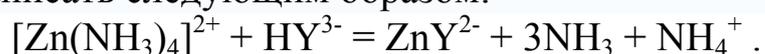
Комплексонометрия (трилонометрия) – титриметрический метод, основанный на реакциях образования комплексных соединений ионов металлов с этилендиаминтетрауксусной кислотой и другими аминополикарбонowymi кислотами (комплексонами). Большинство ионов металлов взаимодействуют с комплексонами практически мгновенно с образованием растворимых в воде малодиссоциированных соединений постоянного состава. Метод позволяет определять практически все катионы и многие анионы. Комплексонометрия является составной частью комплексиметрии (хелатометрии).

Комплексонометрия основана на использовании в качестве титрантов комплексонов, представляющих собой аминополикарбонowe кислоты или их соли. Комплексоны взаимодействуют с ионами металлов, образуя прочные, растворимые в воде внутрикомплексные соединения (комплексонаты). Наибольшее распространение в аналитической практике получил комплексон III (трилон Б), представляющий

собой этилендиаминтетраацетат натрия $\text{Na}_2\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Сокращенно его записывают в виде $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$, где Y – радикал состава $[\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2]^{4-}$. В водном растворе соль практически нацело ионизируется по уравнению $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} = 2\text{Na}^+ + \text{H}_2\text{Y}^{2-}$. При взаимодействии металлов с ионом III образуется внутренняя сфера комплекса имеет формулу MeY^n , где $n = 2, 1$ или 0 при взаимодействии с 2-, 3- или 4-валентными ионами металлов соответственно. Поэтому эквивалентные массы ионов металлов и комплексона равны их атомным (молекулярным) массам, то есть фактор эквивалентности для реагентов в комплексонометрии всегда равен единице.

Комплексон III удовлетворяет требованиям первичного стандарта. Для приготовления раствора реактив квалификации «х.ч.» предварительно сушат при $70 - 80$ °С до постоянной массы и далее отвешивают расчетную массу для приготовления заданного объема раствора. Если нет уверенности в высокой чистоте препарата, то приготовленный раствор стандартизуют по карбонату кальция или металлическому цинку (можно использовать также стандартные растворы солей цинка и магния).

Для создания необходимого значения рН раствора в него вводятся буферные смеси, например, аммиачные, ацетатные, которые одновременно предотвращают возможность выпадения гидроксидов металлов за счет образования комплексов с ионами металлов. Поэтому, например, реакцию титрования цинка раствором этилендиаминтетраацетата натрия (ЭДТА) в присутствии аммонийной буферной смеси можно записать следующим образом:



Поскольку почти все комплексы ионов металлов с ЭДТА бесцветны или имеют очень слабое окрашивание, для установления конечной точки титрования используют индикаторы, которые называют металлоиндикаторы. Металлоиндикаторы – это индикаторы, изменение окраски которых зависит от концентрации иона металла. Металлохромные индикаторы представляют собой органические красители, образующие с определяемыми ионами металлов хелаты, резко отличающиеся по окраске от собственной окраски индикатора. Как правило, эти индикаторы – многоосновные кислоты и при изменении рН раствора могут существовать в виде различных протонированных и непротонированных форм. Например, широко используемый в комплексонометрии индикатор эриохромовый черный Т. Собственная

окраска индикатора в зависимости от рН меняется следующим образом: в интервале рН от 0 до 6,3 раствор индикатора окрашен в красный цвет; в интервале от 6,3 до 11,2 индикатор имеет синий цвет, а при рН выше 11,2 – желто-оранжевый. Комплексы металлов с эриохромом черным Т в основном окрашены в красный цвет. Поэтому в качестве индикатора он может использоваться только при рН выше 7, где преобладает голубая окраска индикатора.

Поскольку сам рабочий раствор ЭДТА и образующийся комплекс MU^{2-} являются бесцветными, то по ходу титрования окраска анализируемого раствора из красной через фиолетовую переходит в чисто голубую. Необходимое условие для этого – более высокая прочность комплекса металла с ЭДТА по сравнению с комплексом металла с индикатором.

Эриохромовый черный Т образует комплексы красного цвета более чем с двадцатью ионами металлов, но требуемой устойчивостью обладают только некоторые из них.

Лабораторная работа № 5. Гравиметрическое определение никеля

Никель, как и хром, применяется в качестве легирующего элемента в сплавах. В низко- и среднелегированных сталях содержание никеля составляет 3 – 4 %. В нержавеющей, кислотостойких, жаропрочных, немагнитных и других сталях никеля содержится от 8 до 25 %, а в некоторых до 35 – 80 %.

В сплавах никель находится в виде твердого раствора в железе. Никель не образует карбидов и растворяется в соляной кислоте (1 : 1) и разбавленной серной (1 : 4). Азотную кислоту при растворении добавляют для окисления железа и разложения карбидов хрома, ванадия и молибдена.

Приборы и реактивы

Хлороводородная кислота, разбавленный раствор (1 : 1).

Азотная кислота, концентрированная.

Лимонная кислота, 30 %-ный раствор.

Хлорид аммония, 10 %-ный раствор.

Аммиак, 25- и 1 %-ный раствор.

Уксусная кислота, 40 %-ный раствор.

Диметилглиоксим, 1 %-ный раствор.

Персульфат аммония, 10 %-ный раствор.

Уксуснокислый аммоний, 30 %-ный раствор.

Колба мерная, 250 мл.

Пипетка Мора, 25 и 5 мл.

Стакан химический.

Песчаная баня.

Стекло часовое.

Стеклянный фильтр.

Сушильный шкаф.

Фильтровальная бумага, черная лента.

Эксикатор.

Ход работы

Навеску стали массой m (г) помещают в стакан и добавляют 25 мл хлороводородной кислоты при нагревании на песчаной бане. Стакан накрывают часовым стеклом. После растворения к горячему раствору добавляют 2 мл азотной кислоты, перемешивают, закрывают стеклом и снова нагревают до полного разложения темного осадка карбидов. Снимают стекло и упаривают раствор досуха. К охлажденному сухому остатку приливают 15 мл хлороводородной кислоты и 70 мл горячей воды, раствор кипятят, затем фильтруют через бумажный фильтр в колбу на 250 мл. Осадок промывают горячей водой и собирают в колбу с фильтратом, до метки доводят дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Отбирают 25 мл полученного раствора в химический стакан, прибавляют 0,1 г лимонной кислоты, перемешивают до растворения. Прибавляют 5 мл диметилглиоксима и нейтрализуют аммиаком до слабого его запаха. Выпавший осадок оставляют на 20 – 30 мин, затем фильтруют через стеклянный фильтр, высушенный при 100 °С и взвешенный на аналитических весах. Осадок промывают несколько раз горячей водой, затем высушивают в сушильном шкафу при 100 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Рассчитывают процентное содержание никеля x в сплаве.

Лабораторная работа № 6. Комплексонометрическое определение цинка в медном сплаве

Ионы цинка при $pH = 5$ образуют с ксиленоловым оранжевым комплекс красного цвета. При титровании такого раствора раствором динатриевой соли этилендиаминтетраацетата образуется более проч-

ный комплекс цинка с ЭДТА, при этом высвобождается ксиленоловый оранжевый, имеющий желтую окраску.

Приборы и реактивы

ЭДТА, 0,01 М раствор.

Ацетатный буфер с pH = 5.

Ксиленоловый оранжевый, 0,1 %-ный водный раствор.

Колба мерная, 100 мл.

Колба коническая.

Пипетка Мора, 10 и 25 мл.

Бюретка, 25 мл.

Ход работы

Из приготовленного в *лаб. работе №1* раствора отбирают с помощью пипетки 10 мл раствора в колбу на 100 мл и доводят до метки дистиллированной водой. Отбирают в коническую колбу 25 мл раствора, приливают 10 мл ацетатного буфера, 5 капель ксиленолового оранжевого и титруют раствором ЭДТА до перехода окраски с красной в желтую. Титрование проводят до получения не менее трех сходимых результатов. Рассчитывают процентное содержание цинка (x , %) в сплаве.

Вопросы и задания для самоконтроля

1. В чем заключается суть гравиметрического анализа? Его достоинства, недостатки и области применения.
2. Титриметрический анализ: его основы, требования к реакциям, причины погрешностей. Индикаторы в титриметрическом анализе.
3. Комплексометрия: суть метода. Металлоиндикаторы.

4. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ В АНАЛИЗЕ СПЛАВОВ

5.

4.1. Фотометрический анализ

Фотометрический метод анализа (фотометрия) – совокупность методов молекулярно-абсорбционного спектрального анализа, основанных на избирательном поглощении электромагнитного излучения в видимой, ИК и УФ областях молекулами определяемого компонента или его соединения с подходящим реагентом. Концентрацию определяемого компонента устанавливают по закону Бугера – Ламберта – Бера. Фотометрический метод включает визуальную фотометрию,

спектрофотометрию и фотоколориметрию. Последняя отличается от спектрофотометрии тем, что поглощение света измеряют в видимой области спектра (реже – в ближних УФ и ИК областях), то есть в интервале длин волн от 315 до 980 нм, а также тем, что для выделения нужного участка спектра (шириной 10 – 100 нм) используют узкополосные светофильтры.

Приборами в фотоколориметрии служат фотоэлектроколориметры (ФЭК), характеризующиеся простотой оптической и электрической схем. Большинство фотометров имеет набор из 10 – 15 светофильтров и представляет собой двухлучевые приборы, в которых пучок света от источника излучения (лампа накаливания, редко ртутная лампа) проходит через светофильтр и делитель светового потока (обычно призму), который делит пучок на два, направляемые через кюветы с исследуемым раствором и с раствором сравнения. После кювет параллельные световые пучки проходят через калиброванные ослабители (диафрагмы), предназначенные для уравнивания интенсивностей световых потоков, и попадают на два приемника излучения (фотоэлементы), подключенные по дифференциальной схеме к нуль-индикатору (гальванометр, индикаторная лампа). Недостаток приборов – отсутствие монохроматора, что приводит к потере селективности измерений; достоинства фотометров – простота конструкции и высокая чувствительность благодаря большой светосиле. Измеряемый диапазон оптической плотности составляет приблизительно 0,05 – 3,0, что позволяет определять многие элементы и их соединения в широком интервале содержаний – от $\sim 10^{-6}$ до 50 % по массе. Для дополнительного повышения чувствительности и селективности определений существенное значение имеют подбор реагентов, образующих интенсивно окрашенные комплексные соединения с определяемыми веществами, выбор состава растворов и условий измерений. Погрешности определения составляют около 5 %.

При так называемом дифференциальном фотометрическом анализе оптическая плотность анализируемого раствора измеряется относительно оптической плотности (которая не должна быть меньше 0,43) раствора сравнения. Последний содержит определяемый компонент в концентрации, близкой к концентрации этого компонента в анализируемом растворе. Это позволяет определять сравнительно большие концентрации веществ с погрешностью 0,2 – 1 % (в случае спектрофотометрии).

Иногда фотометрический анализ понимают более широко, как совокупность методов качественного и количественного анализа по интенсивности ИК, видимого и УФ излучения, включающую атомно-абсорбционный анализ, фотометрию пламени, турбидиметрию, нефелометрию, люминесцентный анализ, спектроскопию отражения и молекулярно-абсорбционный спектральный анализ.

4.2. Атомно-абсорбционный анализ

Метод атомно-абсорбционного анализа (ААА) основан на резонансном поглощении света свободными атомами, возникающем при пропускании пучка света через слой атомного пара. Селективно поглощая свет на частоте резонансного перехода, атомы переходят из основного состояния в возбужденное, а интенсивность проходящего пучка света на этой частоте экспоненциально убывает по закону Бугера – Ламберта. В современной технике атомно-абсорбционного анализа используются два способа атомизации – атомизация в пламени и электротермических атомизаторах.

Атомизация в пламени. Для получения пламени используют различные комбинации горючих газов с окислителями, например водорода, пропана или ацетиленового газа с воздухом или оксидом азота. Кислород в чистом виде почти не применяют как окислитель, так как смеси горючих газов с ним обладают очень высокой скоростью горения, с трудом поддаются контролю.

В практике атомно-абсорбционного анализа наибольшее применение получили два пламени: воздушно-ацетиленовое и оксида азота с ацетиленом. Эти две газовые смеси взаимно дополняют друг друга и совместно позволяют определять примерно 70 элементов.

Образование свободных атомов в пламени – следствие большой совокупности процессов, включая:

- получение аэрозоля из раствора анализируемой пробы;
- испарение растворителя из капелек аэрозоля;
- испарение твердых частичек аэрозоля и диссоциацию молекул на атомы;
- процессы возбуждения и ионизации атомов, а также образования новых соединений в результате реакций с радикалами, анионами, атомами кислорода и углерода, имеющимися в пламени.

Несмотря на простоту этого способа атомизации, он имеет ряд ограничений, обусловленных прочими реакциями в пламени и малой продолжительностью пребывания частиц в нем (10^{-3} с). Кроме того, пламена не безопасны в работе и требуют расходов довольно больших объемов газообразных горючего и окислителя.

Более дешевыми, безопасными и эффективными во многих отношениях оказались *электротермические атомизаторы*. Очень проста в эксплуатации тонкостенная графитовая печь.

Анализируемую пробу в виде раствора дозируют микропипеткой в количестве 5 – 100 мкл через центральное отверстие на стенку холодной печи, концы которой закреплены внутри массивных графитовых контактов. Печь постоянно обдувается потоком аргона, что предохраняет ее от обгорания и способствует удалению испаренной пробы из атомизатора. После высушивания проба испаряется до атомов, и атомный пар заполняет всю трубку.

Температура графитовой печи регулируется специальным электронным устройством с программным управлением. Обычно температурную программу по времени можно разделить на 3 этапа: высушивание пробы (испарение растворителя), озоление (пиролиз органических компонентов и удаление некоторых других компонентов матрицы), атомизация, то есть собственно испарение и переход определяемого элемента в состояние атомного пара.

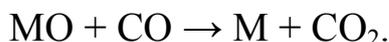
Каждому этапу соответствует своя оптимальная температура. Необходимость в такой ступенчатой температурной программе связана с тем, что на стадиях высушивания и озоления часто наблюдается другой сигнал абсорбции, обусловленный рассеянием зондирующего излучения дымом, частицами золы.

Атомизация пробы в графитовой печи в зависимости от физико-химических особенностей определяемых элементов и матриц пробы может происходить двумя путями:

- проба первоначально испаряется с нагретой поверхности атомизатора, а затем диссоциирует на элементы в газовой фазе;
- проба первоначально термически диссоциируется до соответствующих оксидов, которые затем восстанавливаются до металла, либо углеродом до твердофазной реакции на границе поверхностей:



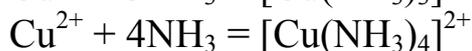
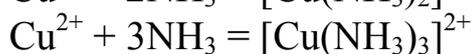
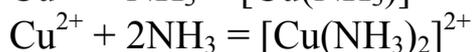
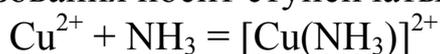
либо оксидом углерода:



Метод атомной абсорбции с применением электротермического атомизатора обеспечивает рекордно низкие пределы обнаружения по многим элементам. Их численные значения колеблются для разных элементов от десятых до десятитысячных долей нанограмма в одном миллилитре раствора пробы, достигая иногда в абсолютном выражении значения $10^{-12} - 10^{-4}$ г. Для измерения атомной абсорбции применяют однолучевые и двухлучевые атомно-абсорбционные спектрофотометры (анализаторы).

Лабораторная работа № 7. Определение меди в виде аммиаката дифференциально-фотометрическим методом

Метод основан на образовании комплексного соединения ионов меди с аммиаком, обладающего сине-фиолетовой окраской. Процесс образования носит ступенчатый характер:



Для аналитических целей необходимо выбрать такую концентрацию аммиака, при которой в растворе будет преобладать один из комплексов. Молярный коэффициент светопоглощения комплекса при 640 нм равен 100. Его низкое значение позволяет определять высокие концентрации меди.

Для повышения воспроизводимости определения используют метод дифференциальной фотометрии, когда раствор сравнения содержит точно известное количество меди в виде аммиаката.

Приборы и реактивы

Фотоэлектроколориметр.

Стандартный раствор меди, 1 мг/мл.

Аммиак, 5%-ный водный раствор.

Колба мерная, 50 мл – 8 шт.

Пипетка градуированная, 10 мл – 2 шт.

Ход работы

Готовят стандартные растворы, содержащие 2; 4; 6; 8 и 10 мг меди в 50 мл. Добавляют в каждую колбу 10 мл раствора аммиака и доводят объем до 50 мл дистиллированной водой. Через 10 мин приступают к измерениям. Выбирают светофильтр. Раствор, имеющий

наиболее интенсивную окраску, фотометрируют относительно раствора сравнения (воды) со всеми светофильтрами поочередно, записывая результаты этих измерений в виде таблицы. Для дальнейшей работы выбирают светофильтр, соответствующий наибольшему значению поглощения исследуемого раствора.

С выбранным светофильтром поочередно фотометрируют стандартные растворы относительно раствора сравнения, содержащего 4 мг меди. Если содержание меди в фотометрируемом растворе меньше, чем в растворе сравнения, применяют обратный порядок измерений: фотометрируемый раствор условно принимают за «нулевой» раствор сравнения, устанавливают по нему оптический нуль прибора и по отношению к нему измеряют светопоглощение исследуемого раствора. По полученным данным строят градуировочный график.

Из приготовленного в *лаб. работе №1* раствора в три колбы на 50 мл отбирают с помощью пипетки по 2 мл раствора, приливают в каждую 10 мл раствора аммиака и доводят объемы до метки дистиллированной водой. Приготовленные растворы через 10 мин фотометрируют в условиях, идентичных условиям получения градуировочной зависимости. Пользуясь градуировочным графиком, находят содержание меди в анализируемом растворе. Рассчитывают процентное содержание цинка (x , %) в сплаве.

***Лабораторная работа № 8.* Определение калия и натрия атомно-эмиссионным методом**

В низкотемпературном пламени пропан-воздух атомные линии излучают щелочные металлы: литий, натрий, калий, рубидий и цезий. Для определения калия используют излучение резонансного дублета 766,5 и 769,9 нм, а натрия 589,6 и 589,0 нм. Для выделения указанных линий используют интерференционные светофильтры.

Приборы и реактивы

Пламенный фотометр.

Стандартные растворы 100 мкг/мл по калию и натрию.

Колба мерная, 100 мл – 8 шт.

Пипетка градуированная, 10 мл – 2 шт.

Ход работы

Из стандартных растворов готовят растворы с концентрацией 1; 2; 4; 6; 8 и 10 мкг/мл по натрию и калию в мерных колбах на 100 мл.

Включают прибор и подготавливают его к измерениям согласно инструкции. В пламя горелки распыляют дистиллированную воду и с помощью ручек «установки нуля» устанавливают стрелку микроамперметра на нуль, затем распыляют раствор с концентрацией 10 мкг/мл и с помощью ручки «диафрагма» устанавливают стрелку микроамперметра на отсчет 95. Снова распыляют дистиллированную воду до возвращения стрелки в нулевое положение, при необходимости корректируя его.

Затем в пламя горелки распыляют поочередно приготовленные растворы, начиная с раствора наименьшей концентрации, и измеряют величину фототока для калия и натрия при соответствующем светофильтре. По полученным данным строят градуировочные графики в координатах: показания микроамперметра – концентрация калия (натрия).

Далее определяют содержание калия (натрия) в анализируемой пробе: получают пробу, содержащую калий (натрий), в колбу вместимостью 100 мл, доводят до метки водой, перемешивают. Отбирают 1 – 10 мл полученного раствора в мерную колбу на 100 мл, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают, фотометрируют. Находят концентрацию калия (натрия) в приготовленном растворе по градуировочному графику. Рассчитывают массу калия (натрия) в выданной пробе.

Вопросы и задания для самоконтроля

1. Фотометрия: суть метода. Особенности дифференциально-фотометрического метода.
2. Атомно-абсорбционный спектральный анализ: его основы, типы атомизаторов.
3. Пользуясь табл. 1; 2 приложения и основываясь на результатах лабораторных работ 1, 6 и 7, определите, к какому типу латуней относится полученный вами в качестве контрольной задачи сплав.

Приложение

Марки и химический состав латуней

Табл. 1. Химический состав простых (двойных) латуней

Марка	Массовая доля (x), %							Применение
	Cu	Pb	Fe	Sb	Bi	P	Zn	
Л96	95,0 97,0	0,03	0,1	0,005	0,002	0,01	Δx	Листы, ленты, полосы, трубы, прутки, проволока для деталей в электротехнике, для медалей и значков
Л90	88,0 91,0	0,03	0,1	0,005	0,002	0,01	»	
Л85	84,0 86,0	0,03	0,1	0,005	0,002	0,01	»	
Л80	79,0 81,0	0,03	0,1	0,005	0,002	0,01	»	Проволока, художественные изделия, манометрические трубки, гибкие шланги
Л70	69,0 71,0	0,05	0,07	0,002	0,002	—	»	Радиаторные ленты, трубы, теплообменники, музыкальные инструменты
Л68	67,0 70,0	0,03	0,1	0,005	0,002	0,01	»	Радиаторные ленты, трубы теплообменников
Л63	62,0 65,0	0,07	0,2	0,005	0,002	0,01	»	Листы, ленты, трубы, прутки, фольга, проволока
Л60	59,0 62,0	0,3	0,2	0,01	0,003	0,01	»	Доски в холодильных установках, фурнитура

Табл. 2. Химический состав сложнолегированных латуней

Марка	Массовая доля (x), %											
	Элемент											
	Cu	Al	As	Fe	Mn	Ni	Si	Sn	Pb	Sb	Bi	Zn
ЛО 60-1	59,0 61,0	—	—	0,1	—	—	—	1,0 1,5	0,03	0,005	0,002	Δx
ЛО 59-1-0,3	58,0 60,0	—	0,01	0,15	—	—	0,2 0,4	0,7 1,1	0,1	0,01	0,003	»
ЛК 62-0,5	60,5 63,5	—	—	0,15	—	—	0,3 0,7	—	0,08	0,005	0,002	»
ЛАЖ 60-1-1	58,0 61,0	0,7 1,5	—	0,75 1,50	0,1 0,6	—	—	—	0,40	0,005	0,002	»
ЛАН 59-3-2	57,0 60,0	2,5 3,5	—	0,5	—	2,0 3,0	—	—	0,1	0,005	0,003	»
ЛЖМц 59-1-1	57,0 60,0	0,1 0,4	—	0,6 1,2	0,5 0,8	—	—	0,3 0,7	0,2	0,01	0,003	»
ЛМц 58-2	57,0 60,0	—	—	0,5	1,0 2,0	—	—	—	0,1	0,005	0,002	»

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. *Годовская, К. И.* Технический анализ / К.И. Годовская [и др.]. – М. : Высш. шк., 1972. – 488 с.
2. *Бок, Р.* Методы разложения в аналитической химии / Р. Бок. – М. : Химия, 1984. – 432 с.
3. *Коростелев, П. П.* Реактивы и растворы в металлургическом анализе / П.П. Коростелев. – М. : Металлургия, 1977. – 440 с.
4. *Крешков, А. П.* Основы аналитической химии. В 2 т. / А.П. Крешков. – М. : Высш. шк., 1971. Т. 1 – 472 с.; Т. 2 – 488 с.
5. *Васильев, В. П.* Аналитическая химия. В 2 ч. / В.П. Васильев. – М.: Высш. шк., 1989. – Ч. 1 – 320 с. Ч. 2 – 384 с.
6. *Булатов, М. И.* Практическое руководство по фотометрическим методам анализа / М.И. Булатов, И.П. Калинин. – Л. : Химия, 1988. – 431 с.
7. Практикум по физико-химическим методам анализа / под ред. О.М. Петрухина. – М. : Химия, 1987. 248 с.
8. *Пешкова, В. М.* Методы абсорбционной спектроскопии в аналитической химии / В.М. Пешкова, М.И. Громова. – М. : Химия, 1976. – 186 с.
9. *Лурье, Ю. Ю.* Справочник по аналитической химии / Ю.Ю. Лурье. – М. : Химия, 1979. – 476 с.

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	3
1. ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ РАЗЛОЖЕНИЯ СПЛАВОВ.....	5
1.1. Растворение металлов в кислотах и растворах щелочей с выделением водорода.....	5
1.2. Окисление серной кислотой и смесью кислот.....	6
Лабораторная работа № 1. Разложение медного сплава.....	7
Лабораторная работа № 2. Разложение алюминиевого сплава.....	8
Вопросы и задания для самоконтроля.....	9
2. КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ СПЛАВОВ.....	9
Лабораторная работа № 3. Определение типа сплава.....	9
Контрольное задание.....	11
Лабораторная работа № 4. Анализ сплавов алюминия и железа.....	11
Вопросы и задания для самоконтроля.....	13
3. ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ В АНАЛИЗЕ СПЛАВОВ.....	13
3.1. Гравиметрический анализ.....	13
3.2. Титриметрический анализ.....	14
Лабораторная работа № 5. Гравиметрическое определение никеля.....	18
Лабораторная работа № 6. Комплексонометрическое определение цинка в медном сплаве.....	19
Вопросы и задания для самоконтроля.....	20
4. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ В АНАЛИЗЕ СПЛАВОВ.....	20
4.1. Фотометрический анализ.....	20
4.2. Атомно-абсорбционный анализ.....	22
Лабораторная работа № 7. Определение меди в виде аммиака дифференциально-фотометрическим методом.....	24
Лабораторная работа № 8. Определение калия и натрия атомно-эмиссионным методом.....	25
Вопросы и задания для самоконтроля.....	26
ПРИЛОЖЕНИЕ.....	27
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК.....	28

Методические указания к лабораторным работам
по дисциплине «Методы контроля и анализа»
для студентов бакалавриата по направлению
150100 – металлургия

Составители:
АБРАМЕНКОВА Ольга Игоревна
ТРЕТЬЯКОВ Алексей Викторович

Ответственный за выпуск – зав. кафедрой, профессор Б.А. Кухтин

Подписано в печать 21.02.11.
Формат 60x84/16. Усл. печ. л. 1,86. Тираж 50 экз.
Заказ
Издательство
Владимирского государственного университета.
600000, Владимир, ул. Горького, 87.