

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, 2020

Методические
рекомендации составлены в
соответствии с рабочей
программой учебной
дисциплины «Химические и
физико- химические методы
анализа»

ОДОБРЕНО
Предметной (цикловой)
комиссией
Протокол №__9__
от «03»апреля 2020г
Председатель ПЦК



О.Е. Алябьева

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель директора по
УМР

_____ Т.Ю. Крашакова
«__» _____ 2020г

Составитель: И. А. Шварева - преподаватель ГБПОУ «ЮУрГТК»

АКТ СОГЛАСОВАНИЯ

на методические рекомендации по выполнению лабораторных работ по
учебной дисциплине

«Химические и физико-химические методы анализа» для специальности
22.02.03 Литейное производство черных и цветных металлов,
разработанные преподавателем

Южно-Уральского государственного технического колледжа
Шваревой И.А.

Методические рекомендации составлены в соответствии с рабочей программой учебной дисциплины «Химические и физико-химические методы анализа».

Методические рекомендации по выполнению лабораторных работ 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 и оценивать его результаты, использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии в лабораторных работах с использованием методических указаний.

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

Ведущий специалист кузнечно-литейного дивизиона «ООО ЧТЗ

УРАЛТРАК



В.Н.Федоров

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|--|----|
| Пояснительная записка | 4 |
| Требования к оформлению отчета | 5 |
| Правила техники безопасности при выполнении лабораторных работ | 6 |
| Перечень лабораторных работ | 7 |
| Содержание работ | 8 |
| Список литературы | 17 |

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».

Рабочей 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.

ОК 9. Ориентироваться в условиях частой смены технологий в профессиональной деятельности.

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

| № лабо- раторно й 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 | 4 |
| | | 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.

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.

Ход работы:

Опыт 1. Идентификация химической посуды.

Вам представлено несколько образцов химической лабораторной посуды. Определите соответствие названий видов лабораторной посуды и представленных образцов, опираясь на перечень: пробирка, коническая колба, плоскодонная колба, химический стакан, воронка, стеклянная палочка, тигель, фарфоровая чашка, пипетка, бюретка, мерный цилиндр.

Опыт 2 Работа с мерной посудой.

При помощи мерного цилиндра отмерьте 20 мл 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. Зарисуйте верхний и нижний мениск в мерном цилиндре с окрашенным и неокрашенным раствором.

Опыт 3 Обработка 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. Перечислите этапы изготовления изогнутой стеклянной трубки.

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.

знания (актуализация): первая аналитическая группа катионов

умения: проводить качественные реакции катионов первой аналитической группы

Реактивы: NaOH (10–20% водный раствор); Na_2CO_3 или K_2CO_3 (тв.); NaHPO_4 (раствор); HCl (2М раствор), NH_4OH (2М раствор), $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$.

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

Ход работы:

1. Качественная реакция катионов аммония (NH_4^+)

В пробирку поместите 3-5 капель раствора, содержащего катионы (NH_4^+) и добавьте 3-5 капель раствора NaOH . Нагрейте, обратите внимание на запах, внесите в пары кусочек влажной универсальной индикаторной бумаги. Наличие

катионы (NH_4^+) определяют по запаху аммиака или изменению цвета лакмусовой бумаги.

2. Качественная реакция катионов калия (K^+)

В пробирку поместите 3-5 капель раствора, содержащего катионы (K^+) и добавьте 2-3 капли раствора гексанитрокобальтата (III) натрия $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$. В присутствии ионов калия выпадает желтый осадок $\text{K}_2\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$.

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

3. Качественная реакция катионов магния (Mg^{2+})

В пробирку поместите 3-5 капель раствора, содержащего катионы (Mg^{2+}) и добавьте 5 капель раствора HCl , 2 капли раствора NaHPO_4 и при перемешивании добавляют раствор NH_4OH до появления запаха аммиака. В присутствии ионов магния выпадает белый кристаллический осадок MgNH_4PO_4 .

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.

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 $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (раствор), хлорид аммония NH_4Cl (раствор).

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

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 $K_4[Fe(CN)_6]$, 2-3 капли раствора хлорида аммония и нагрейте. Помутнение или появление кристаллического осадка указывает на присутствие ионов кальция.

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.

знания (актуализация): третья аналитическая группа катионов

умения: проводить качественные реакции катионов третьей аналитической группы

Реактивы: NaOH (2М раствор), HCl (раствор), гексацианоферрат (II) калия $K_4[Fe(CN)_6]$ (раствор), гексацианоферрат (III) калия $K_3[Fe(CN)_6]$ (раствор), концентрированный раствор аммиака.

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

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 (турнбулева синь). Осадок нерастворим в кислотах, но разлагается щелочами с образованием гидроксидов железа (II и 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+} .

6. 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).

Лабораторная работа № 5

Тема: Определение кремния в чугуна гравиметрическим методом.

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

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.

Ход работы:

0,5 г 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 1000°C. Осадок после прокаливания должен быть совершенно белым (что обеспечивается тщательной промывкой осадка).

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

$$X = ((a - \varphi) / q) F \cdot 100,$$

Где a – масса тигля с осадком, г; φ – 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%

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.

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

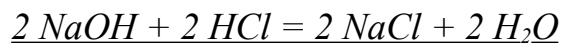
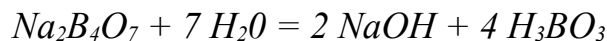
умения: проводить титриметрический анализ и оценивать его результаты

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

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

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 2 л 0,1Н её раствора. В 1 л 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 0,1Н раствора соляной кислоты.* Рассчитайте количество соляной кислоты плотностью 1,12, необходимое для приготовления 1 л приблизительно 0,1Н раствора этой кислоты. Для приготовления 1 л 0,1Н 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: $X = 100 \cdot 3,645 / 24,00$. 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 слабо-желтое 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)*

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

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

Составьте отчет по работе и сделайте вывод.

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

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)

Дополнительные источники:

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