

Слайд 1

Уважаемый председатель, уважаемые члены государственной аттестационной комиссии!

Тема моей письменной экзаменационной работы – **«Обработка и оформление результатов анализа. Кисотно-основное титрование».**

Слайд 2

Целью работы является изучить требования к обработке и оформлению результатов анализа и раскрыть особенности проведения кислотно-основного титрования.

Задачи исследования представлены на слайде.

Слайд 3

Итак, пробирный анализ является основным методом определения содержания золота и серебра в твердых материалах (рудах, россыпях, концентратах, хвостах обработки, штейнах, компактном металле и т.д.). Он включает комбинацию различных пиро- и гидрометаллургических операций. Рассмотрим проведение пробирного анализа с гравиметрическим окончанием, который включает в себя ряд операций, в результате которых взвешивают золотосеребряный королек и конечный продукт в виде золотой корточкой, по массам которых вычисляют содержание золота и серебра в исследуемом образце:

1. Отбор навески и шихтование.
2. Плавка (тигельная и/ или шерберная).
3. Окислительное плавление очищенного сплава, называемое купелированием.
4. Взвешивание.
5. Кислотное разделение суммы благородных металлов, содержащихся в корольке, после квартования.
6. Взвешивание на пробирных весах полученной золотой корточкой.
7. Оформление и обработка результата.

Слайд 4

Таким образом, пробирный анализ с атомно-абсорбционным окончанием дает возможность определить содержание золота в диапазоне массовых долей золота от 0,005 до 10,0 млн-1 (г/т).

Слайд 5

Итак, титриметрический метод анализа основан на введении в точно измеренный объем раствора анализируемого вещества точно отмеренного объема раствора известной концентрации - титранта. Титрант вводится до тех пор, пока анализируемое вещество полностью прореагирует с ним. Такое состояние титруемой системы называют точкой эквивалентности. Её устанавливают с помощью специальных химических индикаторов

или инструментальными методами. Среди химических методов количественного анализа это - самый распространенный метод.

Основной операцией титриметрического анализа является титрование – постепенное смешивание веществ до полного окончания реакции. Обычно в титриметрическом анализе используются растворы веществ. В ходе титрования раствор одного вещества постепенно приливается к раствору другого вещества до тех пор, пока вещества полностью не прореагируют. Раствор, который приливают, называется титрантом, раствор, к которому приливается титрант, называется титруемым раствором. Объём титруемого раствора, который подвергается титрованию, называется аликвотной частью или аликвотным объёмом

Слайд 6

Далее точкой эквивалентности называется момент, наступающий в ходе титрования, когда реагирующие вещества полностью прореагировали. В этот момент они находятся в эквивалентных количествах, т.е. достаточных для полного, без остатка, протекания реакции. Для титрования применяются растворы с точно известной концентрацией, которые называются стандартными или титрованными. Различают несколько типов стандартных растворов.

Первичным стандартом называется раствор с точно известной концентрацией, приготовленный по точной навеске вещества. Вещество для приготовления первичного стандарта должно иметь определённый состав и быть определённой степени чистоты. Содержание в нём примесей не должно превышать установленных норм.

Ввиду того, что подготовка вещества для приготовления стандартного раствора является длительным и трудоёмким процессом, химической промышленностью выпускаются т. наз. фиксаналы. Фиксанал представляет собой стеклянную ампулу, в которой запаяна определённая навеска вещества.

Вторичным стандартом называется раствор вещества с точно известной концентрацией, которая устанавливается по первичному стандарту. Вторичные стандарты (например, растворы KMnO_4 , NaOH и т.д.) хранятся при тех же условиях, что и первичные стандарты, но их концентрацию периодически проверяют по стандартным растворам так называемых установочных веществ.

Слайд 7

Итак, кислотно- основные индикаторы — это синтетические, органические красители, которые являются слабыми кислотами или основаниями и меняют свою окраску в зависимости от pH раствора. Правильно выбранный индикатор изменяет окраску в области скачка титрования. Наблюдаемое при титровании резкое изменение цвета индикатора при добавлении лишь одной капли титранта связано с резким (в несколько единиц) изменением pH в области скачка. У неправильно выбранного индикатора изменение окраски может происходить задолго до наступления точки эквивалентности (в недотитрованных растворах) или после нее (в перетитрованных). При этом изменение цвета раствора не будет столь резким, как вблизи точки эквивалентности. Важнейшие кислотно-основные индикаторы приведены в таблице.

Слайд 8

Взятие аликвотных частей является ответственной операцией в титриметрическом анализе. Титрование проводят обычно до получения не менее трёх сходящихся результатов. Правильное определение точки эквивалентности при титровании зависит не только от выбора индикатора, но и от порядка титрования. По методу нейтрализации титруют растворы кислот растворами оснований или наоборот. Этот порядок следует учитывать при выборе индикатора.

Слайд 9

Итак, метод определения содержания свободной углекислоты включает три этапа:

- 1) определение общей кислотности;
- 2) определение свободной кислотности;
- 3) определение кислотности, обусловленной слабыми нелетучими кислотами.

Слайд 10

Далее выполнение измерений включает в себя следующие этапы:

- 1) Определение общей кислотности.

В коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают пипеткой 100 см³ исследуемой пробы (рисунок 1), добавляют 5÷10 капель раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия (рисунок 2), до появления слабо розовой окраски, не исчезающей в течение 2÷3 мин (рисунок 3). Если при добавлении фенолфталеина к исследуемой пробе раствор сразу приобретает розовую окраску, отмечают, что углекислота отсутствует. При необходимости определение общей кислотности повторяют следующим образом: в коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают 5 ÷ 10 капель раствора фенолфталеина, почти весь объем титрованного раствора гидроксида натрия, затем 100 см³ исследуемой пробы, после чего дотитровывают по каплям до устойчивого розового окрашивания, либо до рН (8,3± 0,1) при потенциометрическом титровании. Конечную точку титрования определить потенциометрически, проводя титрование до получения устойчивого значения рН = (8,3 ± 0,1) (рисунок 4).

- 2) Определение свободной кислотности

В коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают пипеткой 100 см³ исследуемой воды, добавляют 3 капли раствора метилового оранжевого и титруют раствором гидроксида натрия, до перехода окраски в золотисто-розовую.

Конечную точку титрования определить потенциометрически, проводя титрование до получения устойчивого значения рН = (4,5 ± 0,1).

Если при добавлении раствора метилового оранжевого к исследуемой пробе раствор становится желтым, отмечают, что свободная кислотность отсутствует (значение содержания свободной кислотности равно нулю).

3) Определение кислотности, обусловленной слабыми нелетучими кислотами

Оттитрованную по 3.2 пробу воды кипятят в течение 2 мин для удаления свободной двуокиси углерода, быстро охлаждают, добавляют $5 \div 10$ капель раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия, до появления устойчивого слабо-розового окрашивания. Конечную точку титрования определить потенциометрически, проводя титрование до получения устойчивого значения $pH = (8,3 \pm 0,1)$.

Слайд 11

Таким образом, обработка и оформление результатов анализа является неотъемлемой частью любого количественного анализа.

В настоящей работе я изучила требования к обработке и оформлению результатов пробирного анализа с классическим гравиметрическим окончанием и с атомно-абсорбционным окончанием. Мною рассмотрены преимущества и недостатки пробирного анализа; изучены особенности проведения пробирного анализа с гравиметрическим окончанием, с атомно-абсорбционным окончанием; обработка результатов измерений; требования к оформлению результатов измерений, также описано выполнение контроля качества результатов атомно-абсорбционного анализа в условиях повторяемости на конкретном примере.

Количественное определение компонентов в сложных смесях осуществляется с использованием химических, физических и физико-химических методов. Преимущества имеют химические методы, так как эти методы являются абсолютными, они не требуют использования стандартных образцов. Титриметрия относится к химическим методам анализа.

В титриметрии одной из основных операций является операция по измерению объема стандартного раствора, при котором используется бюретка и измерение объема аликвоты анализируемого раствора с помощью пипетки. Фиксирование точки конца титрования проводят обычно не инструментально, а визуально с помощью индикаторов.

Химические методы являются экономически обоснованными и не требуют дорогостоящего оборудования.

Слайд 12

Таким образом, Цель работы достигнута.

Спасибо за внимание! Доклад окончен.