

ПОКРОВСКИЙ ГОРНЫЙ КОЛЛЕДЖ

ЭКЗАМЕНАЦИОННАЯ РАБОТА

на тему:

**«Обработка и оформление результатов анализа.
Кисотно-основное титрование»**

Выполнил:

Научный руководитель:

Цель и задачи

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

Задачи:

1. Показать преимущества и недостатки пробирного анализа;
2. Изучить особенности проведения пробирного анализа с гравиметрическим окончанием, с атомно-абсорбционным окончанием;
3. Представить обработку результатов измерений;
4. Выяснить требования к оформлению результатов измерений;
5. Описать выполнение контроля качества результатов атомно-абсорбционного анализа в условиях повторяемости.
6. Проанализировать общую характеристику метода;
7. Рассмотреть индикаторы в методе кислотно-основного титрования;
8. Раскрыть технику титрования;
9. Описать выполнения работы по определению концентрации щелочи в технологических растворах.

Схема пробирного анализа

Отбор навески и шихтование

Плавка (тигельная и/ или шерберная)

Купелирование

Взвешивание королька по необходимости

Au от 0,2 до 500 г/т
Ag от 5,0 до 20000 г/т

**гравиметрическое окончание
пробирного анализа**

Разваривание королька в HNO_3

Взвешивание корточки

Обработка результатов

Au от 0,005 до 10,0 г/т

**атомно-абсорбционное
окончание пробирного анализа**

Разваривание королька в HNO_3 , HCl
(царская водка)

Раствор, содержащий золото

ААА

Обработка результатов

Массовая доля элемента (млн-1 (г/т)), значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности методики

Массовая доля элемента млн ⁻¹ (г/т)	Показатель повторяемости При n=2	Показатель воспроизводимости При n=1	Показатель воспроизводимости При n=2	Показатель точности При n=1	Показатель точности При n=2
Массовая доля золота, млн ⁻¹ (г/т) (пробирный метод)					
0,20	0,03	0,05	0,045	0,10	0,09
0,50	0,05	0,09	0,083	0,18	0,16
1,00	0,09	0,13	0,11	0,25	0,22
2,0	0,14	0,22	0,20	0,4	0,39
5,0	0,36	0,54	0,48	1,1	0,9
10,0	0,43	0,65	0,57	1,3	1,1
20,0	0,64	0,87	0,74	1,7	1,5
50,0	1,3	1,8	1,5	3,6	2,9
100	2,2	3,2	2,8	7	6
200	3,6	5,0	4,3	10	8
500	6,5	9,0	7,7	18	15
Массовая доля золота, млн ⁻¹ (г/т) (пробирно-атомно-абсорбционный метод)					
0,005	0,0009	0,0012	0,0010	0,003	0,002
0,020	0,0011	0,0039	0,0038	0,007	0,007
0,05	0,004	0,011	0,011	0,02	0,02
0,10	0,007	0,014	0,013	0,03	0,03
0,20	0,018	0,03	0,027	0,06	0,05
0,50	0,03	0,06	0,056	0,12	0,11
1,00	0,05	0,11	0,10	0,22	0,20
2,00	0,13	0,18	0,15	0,36	0,29
5,0	0,22	0,36	0,32	0,7	0,6
10,0	0,43	0,58	0,49	1,1	1,0
Массовая доля серебра, млн ⁻¹ (г/т) (пробирный метод)					
5,0	0,5	0,9	0,83	1,8	1,6
10,0	0,7	1,3	1,2	2,6	2,4
20,0	1,1	1,7	1,5	3,4	2,9
50,0	1,8	2,9	2,6	5,8	5,1
100	3,2	5,4	4,9	11	10
200	4,7	7,2	6,4	14	13
500	8,3	11	9,3	22	18
1000	14	18	15	36	29
2000	23	31	26	62	51
5000	54	72	61	144	120
10000	90	140	124	280	243
20000	181	279	248	732	486

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**. Объем титруемого раствора, который подвергается титрованию, называется **аликвотной частью или аликвотным объемом**.

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.

Кисотно-основные индикаторы

Индикатор	Интервал перехода $\Delta \text{pH}_{\text{Ind}}$	Изменение окраски
Метиловый оранжевый	3.0 - 4.4	Красная - желтая
Бромкрезоловый зеленый	3.8 - 5.4	Желтая - синяя
Метиловый красный	4.2 - 6.2	Красная - желтая
Бромкрезоловый пурпурный	5.2 - 6.8	Желтая - фиолетовая
Бромтимоловый синий	6.0 - 7.6	Желтая - синяя
Феноловый красный	6.8 - 8.4	Желтая - красная
Тимоловый синий	8.0 - 9.6	Желтая - красная
Фенолфталеин	8.2 - 10.0	Бесцветная - красная

Выбор индикатора в зависимости от типа титрования

Тип титрования	Скачок титрования, pH	Индикатор
Титрование сильной кислоты сильным основанием или сильного основания сильной кислоты	4,3–9,7	Метиловый оранжевый, метиловый красный, лакмус, фенолфталеин
Титрование кислоты средней силы сильным основанием	7,74–10,0	фенолфталеин, тимолфталеин
Титрование основания средней силы сильной кислотой	6,26–4,0	Метиловый красный, метиловый оранжевый

Метод определения содержания свободной углекислоты

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



Рис. 1. Отбор аликвоты воды



Рис. 2. Подготовка бюретки



Рис. 3. Проведение индикаторного титрования



Рис. 4. Подготовка к потенциометрическому титрованию

Заключение

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 объёма 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.

БЛАГОДАРЮ ЗА ВНИМАНИЕ!