

№ 4389

И.В. Муравьева

STORE.MISIS.RU

КОНТРОЛЬ СОСТАВА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ ХИМИЧЕСКИМИ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

Учебное пособие



№ 4389 МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
«МИСиС»

ИНСТИТУТ ЭКОТЕХНОЛОГИЙ И ИНЖИНИРИНГА

Кафедра сертификации и аналитического контроля

И. В. Муравьева

КОНТРОЛЬ СОСТАВА ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ ХИМИЧЕСКИМИ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

Учебное пособие
для проведения лабораторных работ

Допущено Федеральным Учебно-методическим объединением по укрупненной группе специальностей и направлений 22.00.00 «Технологии материалов» в качестве учебного пособия при подготовке бакалавров и магистров, обучающихся по направлениям 22.03.02 и 22.04.02 «Металлургия» соответственно



Москва 2021

УДК 543.2

М91

Рецензенты:

канд. техн. наук, доц. *О.В. Волкова*;

канд. хим. наук *Е.А. Петрук* (ООО «РМ Инжиниринг»)

Муравьева И.В.

М91 Контроль состава веществ материалов химическими и физико-химическими методами : учеб. пособие для проведения лабораторных работ / И.В. Муравьева. – М. : Изд. Дом НИТУ «МИСиС», 2021. – 94 с.

ISBN 978-5-907227-54-5

В учебном пособии изложены основы химических и физико-химических методов аналитического контроля состава веществ и материалов. Каждой работе предшествует теоретическое введение; приведены последовательность выполнения работ, перечень контрольных вопросов для закрепления полученных теоретических и практических знаний.

Пособие предназначено для проведения лабораторных занятий по дисциплинам «Контроль состава веществ и материалов химическими и физико-химическими методами», «Методы контроля и анализа веществ», «Метрология, стандартизация и методы контроля и анализа веществ», «Методы разделения и концентрирования» для обучающихся в бакалавриате по направлениям подготовки 27.03.01 «Стандартизация и метрология», 03.03.02 «Физика», 28.03.03 «Нanomатериалы», 22.03.02 и магистратуре по направлению подготовки 22.04.02 «Металлургия».

УДК 543.2

ISBN 978-5-907227-54-5

© И.В. Муравьева, 2021

© НИТУ «МИСиС», 2021

СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие	5
Методические указания к выполнению лабораторных работ	6
Лабораторная работа 1. Анализ сплава химическим методом	10
Лабораторная работа 2. Отбор проб и анализ пескосоляной смеси химическим методом	23
Лабораторная работа 3. Определение железа общего в железорудных материалах бихроматометрическим методом с использованием кислотного вскрытия проб	31
Лабораторная работа 4. Определение железа общего в железорудных материалах перманганатометрическим методом с использованием кислотного вскрытия проб	41
Лабораторная работа 5. Разложение проб цинкового концентрата методом щелочного сплавления	48
Лабораторная работа 6. Анализ цинкового концентрата, огарка, пылей. Комплексонометрическое определение цинка	53
Лабораторная работа 7. Изучение факторов, влияющих на количественное определение марганца в виде перманганата калия ($KMnO_4$) фотометрическим методом	60
Лабораторная работа 8. Фотометрическое определение марганца в медном сплаве с предварительным кислотным вскрытием (разложением) пробы	67
Лабораторная работа 9. Определение меди в растворе сульфата меди методом внутреннего электролиза	73

Список использованных источников	78
Приложение А. Примеры химического состава сталей и сплавов различных марок	81
Приложение Б. Состав и свойства сплавов важнейших категорий	89
Приложение В. Реакции обнаружения ионов ванадия, молибдена и вольфрама	90

Лабораторная работа 1

АНАЛИЗ СПЛАВА

ХИМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

1.1 Цели работы

Цели работы следующие:

- приобретение практических навыков переведения сплавов в раствор;
- приобретение практических навыков обнаружения ионов металлов в растворах.

1.2 Задачи работы

Необходимо выполнить следующие задачи:

- установить категорию сплава, выданного преподавателем, химическим методом;
- провести анализ сплава дробным методом.

1.3 Теоретическое введение

К металлическим сплавам относят системы, состоящие из двух или нескольких металлов, а также из металлов и неметаллов, и обладающие металлическими свойствами.

Составляющие сплав вещества могут представлять собой твердый раствор или химическое соединение. Сплавы всегда содержат примеси, которые влияют на их свойства. Иногда для придания сплавам определенных свойств в него вводят легирующие добавки. Содержание компонентов и их строение влияют на свойства сплава (плотность, твердость, упругость, плавление, стойкость к химическим воздействиям и т.п.). Например, наличие серы в черных металлах и сплавах вызывает хрупкость и понижает стойкость к химическим воздействиям. Присутствие кремния повышает стойкость сплава к действию кислот, увеличивает его жаростойкость. Медь повышает антикоррозионные свойства железных сплавов, однако, как и сера, вызывает краснеломкость металла. Алюминий

придает сплавам легкость и пластичность. Особую роль в сплавах на основе железа играет углерод, который придает металлу разнообразные полезные качества, но при неправильной дозировке может оказать и весьма нежелательное влияние на их свойства.

Цветные металлы часто применяются в виде сплавов. Это сплавы на основе меди, никеля, свинца, олова, сплавы редких и благородных металлов, а также сплавы на основе алюминия или магния (легкие сплавы).

Анализу сплава любой категории предшествует подготовка пробы, которая заключается в выборе растворителя, зависящем как от компонентов сплава, так и от их фазового состояния. Кроме того, для сплава каждого типа требуется определенная схема проведения анализа.

Анализ сплавов отличается некоторыми специфическими особенностями.

Первая особенность (обусловливаемая неравномерностью распределения в сплавах химических элементов) состоит в том, что при анализе сплавов обращают особое внимание на взятие средней пробы подлежащего исследованию материала, находящегося в форме чушек, дисков, слитков или определенных изделий. Пробы отбирают с поверхности и разных глубин. Для этого сверлят материал в различных направлениях.

Вторая особенность (обусловливаемая способом взятия средней пробы) состоит в том, что проба, полученная путем сверления на станке и измельчения в стальной ступке, не должна содержать посторонних примесей – воды, смазочных масел, шлака и др. Поэтому измельченную пробу перед анализом промывают эфиром и высушивают.

Третья особенность (обусловливаемая спецификой некоторых металлических изделий) состоит в том, что подвергаемый анализу образец изделия (деталь прибора, машины или аппарата) не должен быть испорчен. Иногда металлические детали настолько малы, что нельзя взять от них стружку. Чтобы не портить деталь, анализ ведут бесстружковым методом.

1.3.1 Железо и его сплавы (сплавы черных металлов)

К сплавам на основе железа относят чугуны, стали углеродистые и легированные, ферросплавы и некоторые сверхтвердые сплавы. Чугун и сталь представляют собой сплавы железа с углеродом и некоторыми другими элементами (марганцем, хромом, ванадием, никелем, кобальтом, молибденом, медью, вольфрамом, алюминием, титаном, цирконием, ниобием, а также фосфором, кремнием и серой). Их разделяют по содержанию углерода: сталь содержит углерода до 1,7 %, чугун – от 1,7 до 4 %. Чугун легируют хромом, никелем, марганцем, молибденом, вольфрамом и другими элементами в целях улучшения его свойств.

Марка чугуна и стали определяется их химическим составом (приложение А). Особое назначение имеют легированные стали. Если количество добавленных элементов не превышает 5 %, сталь принято называть низколегированной, от 5 до 10 % – среднелегированной, от 10 % и более – высоколегированной. Например, к высоколегированным относят марганцовистую сталь, содержащую 12–15 % марганца, и нержавеющую сталь (18 % хрома, 9–10 % никеля).

Железо и его сплавы, за исключением некоторых ферросплавов, хорошо растворимы в концентрированных и разбавленных (в соотношении 1 : 6 или 1 : 2 по объему) соляной и азотной кислотах, а также в разбавленной (в соотношении 1 : 4 или 1 : 5) серной кислоте. Если при растворении в перечисленных кислотах (кроме азотной) образуется желто-серый осадок, то он может представлять собой графит, карбиды и нитриды (т.е. соединения с углеродом и азотом элементов – хрома, вольфрама, молибдена и др.). Осадок карбидов и некоторых нитридов может быть растворен прибавлением к раствору 2–3 капель концентрированной азотной кислоты (плотностью 1,4 г/см³) или прибавлением нескольких кристаллов твердого персульфата аммония или твердого азотнокислого калия. Во всех случаях для более быстрого и полного разложения осадка (карбидов, нитридов) раствор следует нагревать при кипячении в течение 5–10 мин и, в случае необходимости, до-