

Министерство образования и науки Российской Федерации

Государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования

«Воронежский государственный архитектурно-строительный
университет»

Кафедра химии

Кафедра технологии строительных материалов, изделий и конструкций

№ 987

**Методы исследования
неорганических веществ и материалов**

Методические указания
к выполнению лабораторных работ по дисциплине
«Методы исследования неорганических веществ и материалов»
для студентов направления
«Химия, физика и механика материалов»

Воронеж 2013

УДК 543.054(07)

ББК 24я7

K896

Составители:

О.Б. Кукина, Е.В. Баранов, О.Р. Сергуткина

Методы исследования неорганических веществ и материалов: метод. указания / *О.Б. Кукина, Е.В. Баранов, О.Р. Сергуткина*; Воронежский ГАСУ. – Воронеж, 2013. – 32 с.

Первая часть методических указаний содержит три лабораторные работы по курсу «Методы исследования неорганических веществ и материалов». В каждой работе имеются теоретические сведения, примеры решения типовых задач, рекомендации по выполнению и оформлению эксперимента, аттестационные вопросы.

Составлено в соответствии с государственным образовательным стандартом третьего поколения для подготовки бакалавров по направлению «Химия, физика и механика материалов».

Ил. 10. Табл. 10. Библиогр.: 5 назв.

УДК 543.054(07)

ББК 24я7

*Печатается по решению научно-методического совета
Воронежского ГАСУ*

*Рецензент: Н.Я. Мокшина, профессор кафедры физики и химии
Военного учебно-научного центра Военно-воздушных сил
«Военно-воздушная академия им. проф. Н.Е. Жуковского и
Ю.А. Гагарина» (г. Воронеж)*

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	4
Техника безопасности	4
Работа 1. Отбор пробы порошка и его идентификация	5
Работа 2. Анализ строительной извести химическими методами	11
Работа 3. Исследование физико-химической активности поверхности кремнеземсодержащих материалов	23
Заключение	30
Список литературы	31

ВВЕДЕНИЕ

Учебную дисциплину «Методы исследований неорганических веществ и материалов» студентам преподают на кафедре химии, а также материаловедения и технологии строительных материалов. В процессе изучения данной дисциплины студенты учатся подготавливать пробы и проводить исследования по изучению состава, структуры и свойств неорганических веществ и материалов, пользоваться оборудованием, овладевать химическими и физико-химическими методами исследования неорганических веществ и материалов, основными методами контроля качества материалов, принципами оформления методических документов, отчетов по научно-исследовательским и лабораторным работам.

В первой части методических указаний представлены три лабораторные работы по идентификации и изучению состава и свойств строительных материалов на основе неорганических веществ и сырья для их производства. В каждой работе имеется краткое изложение сущности идентификации, рассмотрены примеры и даны вопросы и упражнения для самостоятельной подготовки.

Рабочие задания лабораторных работ содержат описание эксперимента, правил работы на приборах и имеют необходимые таблицы для внесения экспериментальных данных.

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ И ПРАВИЛА РАБОТЫ В ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

До начала занятий необходимо внимательно ознакомиться с темой работы, используя учебник, конспект лекций и методические указания.

Основным местом выполнения лабораторной работы является рабочий стол, на котором необходимо соблюдать чистоту и порядок. За каждым студентом в лаборатории закрепляется определенное рабочее место. Опыты выполняются в строгом соответствии с рабочим заданием, и все наблюдения записываются в специальную рабочую тетрадь. На рабочем месте не должно быть ничего лишнего.

Следует пользоваться чистыми реактивами и посудой. Скрепки с реактивами общего пользования должны находиться на определенном месте, их нельзя переносить на рабочие столы. Если реактив взят в избытке и полностью не израсходован, категорически воспрещается выливать его обратно в склянку. Все пролитое или рассыпанное на столе или на полу следует тотчас же убрать и нейтрализовать.

Дорогостоящие и токсичные реактивы (соли серебра, галогенорганические вещества и т.д.) после выполнения опыта надо вылить в специальную склянку для слива, находящуюся в вытяжном шкафу.

Работая в исследовательской лаборатории, студенты должны выполнять требования по технике безопасности.

Все опыты с вредными и пахучими веществами должны проводиться в вытяжном шкафу. При нагревании жидкости пробирку в держателе следует располагать отверстием от себя и людей, находящихся рядом. Наливая раствор, держать

пробирку и склянку на некотором отдалении от себя во избежание попадания жидкости на одежду и обувь.

Работа с концентрированными кислотами и щелочами требует максимального внимания и осторожности, особенно при нагревании. При небрежном выполнении опыта возможны ожоги кислотами и щелочами. В этом случае необходимо немедленно промыть обожженный участок большим количеством воды, а затем остатки кислоты нейтрализовать 2-х процентным раствором соды; а щелочи – 2-х процентным раствором борной кислоты.

Категорически запрещается проводить опыты, не относящиеся к данной работе. По окончании работы необходимо тщательно убрать рабочее место, вымыть посуду.

Работа 1. ОТБОР ПРОБЫ ПОРОШКА И ЕГО ИДЕНТИФИКАЦИЯ

1.1. Цель работы

Научиться производить отбор и усреднение пробы для лабораторных испытаний.

Идентифицировать порошкообразные материалы неорганического происхождения.

1.2. Общие теоретические сведения

Лабораторному испытанию, как правило, подвергается не все сырье (продукция), а только образцы (или проба), отбираемые от определенного объема (партии). Отобранные для испытания образцы (пробы) называют выборкой, а их количество - объемом выборки. Достоверное отражение свойств партии достигается за счет строгой математической обоснованности объема выборки и принципа случайности в процессе отбора проб. Чем больше объем выборки, тем достовернее результаты ее испытания, характеризующие свойства всей партии материалов.

Для правильного определения характеристики материала необходимо от каждой партии отобрать среднюю пробу. Средней пробой называется небольшое количество материала (например, гравия, песка, цемента, строительных изделий и т. д.), соответствующее по своему химическому составу, размерам, физическим и механическим свойствам всей партии. Партией материала обычно считается определенное количество однородного материала или изделий, поступившее на склад или производство либо отпущенное со склада одновременно.

Среднюю пробу берут в виде отдельных порций – частных проб – из разных мест и на разной глубине. При отборе средней пробы следует иметь в виду, что состав крупных кусков материала может отличаться от состава мелких кусков и пыли. Поэтому необходимо отбирать крупные, средние и мелкие куски примерно в том соотношении, в каком они находятся в данной

партии. При транспортировке материалов мелкие куски и пыль скапливаются внизу вагона, баржи или контейнера, а крупные - наверху. Поэтому среднюю пробу следует отбирать в виде отдельных порций из разных мест и на разной глубине вагона, баржи, закрома, ящика и т. д. (рис. 1.1.). Чем разнороднее материал по величине кусков, тем больше порций придется отбирать в среднюю пробу. Если материал поступает в таре, мешках, бочках, ящиках или укладывается в штабеля, клетки, то пробу отбирают либо от каждого мешка, бочки, ящика и т. д. (при малом количестве материала), либо от каждого второго, пятого, десятого и т. д. мешка, бочки, ящика или штабеля (при большем количестве материала). Среднюю пробу молотых и сыпучих материалов (цемента, песка) отбирают специальными щупами.

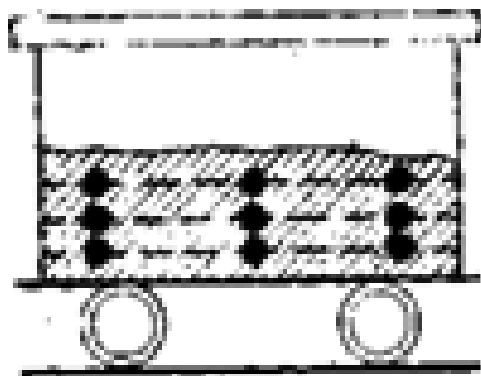


Рис. 1.1. Точки отбора средней пробы из железнодорожного вагона

Отобранные и объединенные частные пробы усредняют, тщательно перемешивают и перед отправкой в лабораторию сокращают методом квартования, вычерпывания или с помощью желобчатого делителя для получения средней пробы. Масса средней пробы должна превышать не менее чем в 4 раза массу пробы, необходимую для проведения лабораторных испытаний или суммарную массу проб при проведении нескольких видов испытания.

Сокращение средней пробы на делителях производится значительно быстрее, чем путем квартования и вычерпывания. Существует большое число различных конструкций делительных аппаратов, из которых чаще других применяют желобчатый делитель (рис. 1.2.), представляющий собой бункер с несколькими отделениями.

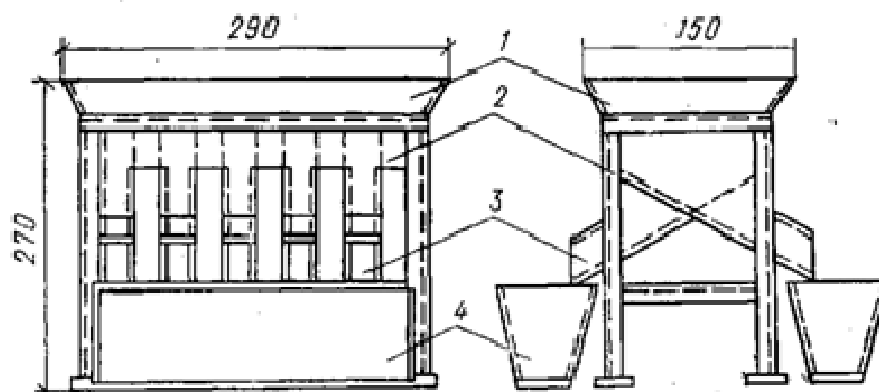


Рис. 1.2. Желобчатый делитель:
1- бункер, 2 - желоба, 3 - лоток, 4- сосуд для средней пробы

В бункер делителя совком равномерно засыпают среднюю пробу, которая распределяется по отделениям прибора. Часть пробы из одного (или двух) отделений подвергают дальнейшему сокращению, а если требуется, измельчению.

При отсутствии специальных делительных аппаратов среднюю пробу сокращают путем квартования. При этом пробу тщательно перемешивают и насыпают в виде конуса. Затем доской или совком делают усеченный конус, который сверху делят двумя взаимно перпендикулярными линиями на четыре равные части – сектора (рис. 1.3.): две противоположные части откидывают, а две оставшиеся снова подвергают квартованию. Эту операцию продолжают до тех пор, пока средняя проба не достигнет необходимой величины.

Метод вычерпывания состоит в том, что небольшую по величине среднюю пробу разравнивают невысоким слоем в виде квадрата или прямоугольника на железном или фанерном листе. Прямоугольник делят линейкой на 9, 15 или 20 квадратов. Из каждого квадрата (или из каждого второго квадрата) шпателем или совочком берут определенную порцию материала (рис. 1.4.). Отобранные порции ссыпают вместе и хорошо перемешивают.

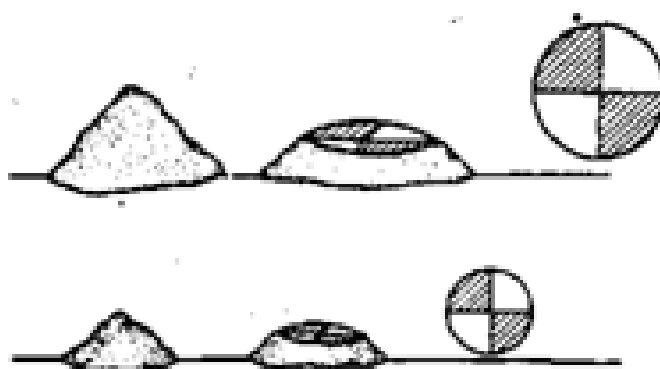


Рис. 1.3. Метод квартования сыпучих и кусковых материалов

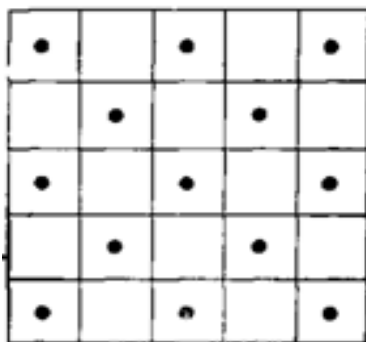


Рис. 1.4. Метод вычерпывания для сыпучих и кусковых материалов

Методом вычерпывания сокращают небольшую по величине пробу. Часто среднюю пробу сокращают сначала квартованием, а затем, когда она достигнет небольшой величины, методом вычерпывания.

Одновременно с сокращением производится измельчение средней пробы в том случае, если величина частиц больше, чем это требуется для испытания.

Для химического анализа, определения влажности и некоторых физико-механических испытаний требуется небольшое количество материала, поэтому исходную среднюю пробу в этом случае сокращают до требуемой величины. Одновременно с этим ее дробят и размалывают.

Наименьшее количество измельченной средней пробы, взятой для испытаний и анализа, называют средней лабораторной пробой. Лабораторную пробу хранят в соответствующей таре, которая предохраняет ее от изменения состава и влажности. Часть пробы (одну из банок) предназначают для испытания и анализа, другую часть – резервную – используют при повторных испытаниях и хранят до полного использования партии сырья в производстве.

Пробу кусковых материалов просеивают через грохот с ячейками около 25 мм. Крупные куски подвергают измельчению на дробилках или вальцах. Более мелкое дробление осуществляется на дисковых истирателях, шаровых или лабораторных мельницах.

Тонкое измельчение материала для химического анализа производят в агатовых ступках. В последнем случае измельчают очень небольшое (до 5 г) количество материала.

Для определения гранулометрического состава – ситового анализа – пробу не подвергают измельчению. Для ситового анализа крупного заполнителя (гравия, щебня) пробу берут в количестве 10 кг, песка 1 кг, глины – 100 г, цемента (определение тонкости помола) – 50 г и т. д.

Для определения общей влажности берут пробу песка в количестве 1 кг, глины – 100 г и т. д.

Для исследования, к примеру, порошкообразных веществ белого цвета (мел, известь-кипелка, гипсовые вяжущие, белый портландцемент, каолин) необходимо иметь простейшие реактивы – спиртовой раствор фенолфталеина, водный раствор соляной кислоты и др. Идентификационные признаки данных веществ представлены в табл. 1.1.

1.3. Порядок выполнения работы

Для исследования представлены следующие порошкообразные вещества белого цвета: мел, известь-кипелка, гипсовое вяжущие, белый портланд-цемент, каолин .

Студенты разбиваются на бригады. Каждая бригада получает определенное количество порошка белого цвета. Методами квартования и вычерпования производится уменьшение средней пробы. Среднюю пробу белого порошка помещают в стеклянный эксикатор с притертой крышкой, где она хранится в течение всех опытов.

Для определения вида белого порошка из эксикатора высыпьте в 2-3 пробирки или подобные сосуды по 2-3 см³ вещества. Затем в каждую пробирку с веществом налейте 2-3 см³ воды и все вместе взбалтайте. После этого в одну пробирку добавьте с помощью пипетки или капельницы раствор фенолфталеина, а в другую раствор соляной кислоты. В зависимости от реакции сделайте первоначальный вывод. В том случае, когда реакции в реактиве не является определяющей, проверьте способность порошка схватываться и твердеть. В этом случае после взбалтывания порошка в пробирке с водой и выдержки после этого в течение 10 мин вылейте лишнюю воду и наблюдайте за содержимым еще в течение 20 мин. Именно это время выявляется способность вещества твердеть. Полученные таким путем, результаты запишите в форме табл. 1.2., сравните с данными таблицы 1.1. и сделайте соответствующие выводы о веществе.

Таблица 1.1.

Идентификационные признаки белых порошков

Используемые реактивы, определяемые характеристики	Порошкообразный материал						
	мел	известняк	молотая известь-кипелка	известь-пушонка (гашеная известь)	гипсовое вяжущие	белый портландцемент	каолин
Раствор фенолфталеина	Окрашивания нет		Малиновая окраска		Окрашивания нет	Малиновая окраска	Окрашивания нет
Раствор соляной кислоты	Бурная реакция с выделением газа		Реакции нет				
Вода	Образуется смесь с выпадением осадка		Бурная реакция с выделением паров воды	Образуется смесь	Образуется смесь с выпадением осадка		Образуется смесь, способная к набуханию
Проба на схватывание и твердение	Схватывания и твердения не наблюдается		Образуется сметанообразная масса (известковое тесто), медленно твердеющая на воздухе		Схватывание через 5-10 мин, твердение через 30 мин.	Начало схватывания не ранее чем через 45 мин, а конец схватывания не позднее 10 ч	Схватывания и твердения не наблюдаются
Цвет	Чаще всего белый	Белый, серый, с желтоватым оттенком	Белый, с желтоватым оттенком	белый	Светло-серый, белый	Белый (не очень чистого оттенка)	Белый, с желтоватым оттенком

Идентификационные признаки белых порошков

Используемые реактивы, определяемые характеристики	Порошкообразный материал				
	№1	№2	№3	№4	№5
Цвет (оттенки) вещества					
Раствор фенолфталеина					
Раствор соляной кислоты					
Вода					
Проба на схватывание и твер- дение					
Наименование вещества					

1.4. Приборы, инструменты, материалы

Сушильный шкаф, эксикатор с высушенными пробами, железный или фанерный лист, металлическая линейка, пробирки, шпатель, химические реактивы.

1.5. Выводы

По полученным результатам произведите идентификацию представленных порошкообразных материалов неорганического происхождения.

Аттестационные вопросы:

- основные принципы отбора средней (представительной) пробы;
- основные способы сокращения средней пробы;
- идентификационные признаки порошкообразных неорганических веществ (мел, известь-кипелка, гипсовые вяжущие, белый портландцемент, каолин);
- используемые реактивы и определяемые характеристики для идентификации неорганических веществ (мел, известь-кипелка, гипсовые вяжущие, белый портландцемент, каолин).

Работа 2. АНАЛИЗ СТРОИТЕЛЬНОЙ ИЗВЕСТИ ХИМИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

2.1. Цель работы

Усвоение сущности гравиметрических и титриметрических исследований и практическое ознакомление с техникой их проведения.

Обработка результатов эксперимента.

Установление вида и сорта извести.

2.2. Общие теоретические сведения**2.2.1. Примеры решения задач**

Пример 1. Установление массовой доли свободной и связанной воды

Масса пробы глины 1,1283 г после высушивания при 105° С уменьшилась на 0,2724 г. Другая проба той же глины массой 1,0032 г после прокаливания при 520° С уменьшилась на 0,5851 г.

Вычислите в глине массовую долю гигроскопической влаги (свободной воды) и массовую долю связанной воды в пересчете на сухое вещество.

Решение. Свободная (несвязанная) вода испаряется при 105°С, поэтому массовая доля гигроскопической влаги составляет

$$\omega(\text{H}_2\text{O}_{\text{своб.}}) = \frac{0,2724}{1,1283} \cdot 100\% = 24,14 \%$$

При 520° С из пробы удаляется свободная и связанная вода, их масса составляет 1,0032 - 0,5851 = 0,4181(г).

На долю свободной воды приходится

$$m(\text{H}_2\text{O}_{\text{своб.}}) = \frac{24,14 \cdot 1,0032}{100} = 0,2419 \text{ (г)},$$

масса связанной воды равна разности

$$m(\text{H}_2\text{O}_{\text{связ.}}) = 0,4181 \text{ г} - 0,2419 \text{ г} = 0,1762 \text{ г}.$$

Масса сухого вещества составляет 1,0032 г – 0,2419 г = 0,7901г, а массовая доля связанной воды в пересчете на сухое вещество

$$\omega(\text{H}_2\text{O}_{\text{связ.}}) = \frac{0,1762}{0,7901} \cdot 100\% = 22,30 \%$$

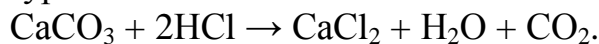
Пример 2. Определение содержания компонента в сырьевой смеси

К навеске известняка массой 1,0383 г прилито 15 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 2,0380 моль/дм³.

После окончания реакции смесь оттитрована раствором щелочи с молярной концентрацией эквивалента 0,100 моль/дм³, на титрование до точки эквивалентности израсходовано 10,9 см³ NaOH.

Вычислите массовую долю CaCO₃ в известняке.

Решение. Взаимодействие карбонатной составляющей известняка с соляной кислотой идет по уравнению



Масса соляной кислоты, взятой для реакции, определяется из соотношения

$$m(\text{HCl}) = C_3(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot M_3(\text{HCl}),$$

где m(HCl)- масса соляной кислоты, г;

C₃(HCl)- молярная концентрация HCl, моль/дм³;

V(HCl)- объем HCl, см³;

M₃(HCl)-молярная масса эквивалента HCl, г/моль

$$m(\text{HCl}) = 2,0380 \cdot 0,015 \cdot 36,5 = 1,1158 \text{ (г)}.$$

Число эквивалентов щелочи, вступившей в реакцию с непрореагировавшей кислотой, равно числу эквивалентов кислоты, что составляет

$$V_3(\text{NaOH}) = V_3(\text{HCl}) = C_3(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) = 0,1000 \cdot 0,0109 =$$

0,00109 (моль).

Масса, оставшейся в избытке кислоты, равна

$$m(\text{HCl}) = V_{\text{э}}(\text{HCl}) \cdot M_{\text{э}}(\text{HCl}) = 0,00109 \cdot 36,5 = 0,0398 \text{ (г)}.$$

Следовательно, в реакцию с известняком вступило кислоты $1,1158 \text{ г} - 0,0398 \text{ г} = 0,7178 \text{ г}$.

Масса прореагировавшего CaCO_3 находится из пропорции (в соответствии с уравнением реакции)

$$\frac{m(\text{CaCO}_3)}{M(\text{CaCO}_3)} = \frac{m(\text{HCl})}{2M(\text{HCl})}, \text{ или } m(\text{CaCO}_3) = \frac{100 \cdot 0,7178}{2 \cdot 36,5} = 0,9833 \text{ (г)}.$$

Массовая доля CaCO_3 в известняке

$$\omega(\text{CaCO}_3) = \frac{0,9833}{1,0383} \cdot 100\% = 94,7 \text{ \%}.$$

Пример 3. Определение содержания кальциевой и магниевой составляющей в извести

Проба извести массой $0,5124 \text{ г}$ растворена в соляной кислоте и разбавлена водой в мерной колбе до 250 см^3 . На комплексонометрическое титрование 10 см^3 исследуемого раствора в присутствии ЭХЧТ израсходовано $7,6 \text{ см}^3$ трилона Б (комплексона III) и в присутствии мурексида – $3,5 \text{ см}^3$ трилона Б, имеющего молярную концентрацию эквивалента $0,1000 \text{ моль/дм}^3$.

Вычислите массовую долю CaO и MgO в извести.

Решение. При титровании с мурексидом связываются ионы Ca^{2+} , поэтому молярная концентрация эквивалента приготовленного раствора по кальциевой составляющей вычисляется по формуле

$$C_{\text{э}}(\text{CaO}) \cdot V(\text{CaO}) = C_{\text{э}}(\text{ТрБ}) \cdot V(\text{ТрБ}),$$

где $C_{\text{э}}(\text{CaO})$, $C_{\text{э}}(\text{ТрБ})$ – молярная концентрация эквивалента исследуемого раствора по CaO и рабочего раствора трилона Б соответственно, моль/дм³;

$V(\text{CaO})$, $V(\text{ТрБ})$ – объём исследуемого и рабочего раствора соответственно, см³.

$$C_{\text{э}}(\text{CaO}) = \frac{0,1000 \cdot 3,5}{10,0} = 0,0350 \text{ моль / дм}^3.$$

Масса CaO , содержащегося в пробе, вычисляется следующим образом:
 $m(\text{CaO}) = C_{\text{э}}(\text{CaO}) \cdot V(\text{CaO}) \cdot M_{\text{э}}(\text{CaO}) = 0,0350 \cdot 0,25 \cdot (56:2) = 0,2450 \text{ (г)}$.

Массовая доля CaO в извести составляет

$$\omega(\text{CaO}) = \frac{0,2450_{\text{г}}}{0,5124_{\text{г}}} \cdot 100\% = 47,8 \text{ \%}.$$

Для связывания ионов Mg^{2+} расходуется $(7,6 - 3,5) = 4,1 \text{ см}^3$ раствора трилона Б. Аналогично вычисляем

$$C_{\text{э}}(\text{MgO}) = \frac{C_{\text{э}}(\text{ТрБ}) \cdot V(\text{ТрБ})}{V(\text{MgO})} = \frac{0,1000 \cdot 4,1}{10,0} = 0,0410 \text{ (моль/дм}^3).$$

$m(\text{MgO}) = C_{\text{э}}(\text{MgO}) \cdot V(\text{MgO}) \cdot M_{\text{э}}(\text{MgO}) = 0,0410 \cdot 0,25 \cdot (40:2) = 0,2050 \text{ (г)}$.

$$\omega(\text{MgO}) = \frac{0,2050\text{г}}{0,5124\text{г}} \cdot 100\% = 40,0\%.$$

При использовании титра рабочего раствора трилона Б по определяемому веществу CaO [Т(ТрБ/CaO)] масса CaO рассчитывается по формуле

$$m(\text{CaO}) = T(\text{ТрБ/CaO}) \cdot V(\text{ТрБ}) \cdot K,$$

где $T(\text{ТрБ/CaO}) = \frac{C_{\text{э}}(\text{ТрБ}) \cdot M(\text{CaO})}{1000}$ соответствует массе CaO, реагирующей с

1 мл раствора трилона Б;

K - соответствует объёму раствора, в котором растворена вся проба, отнесенная к объёму раствора, взятого для титрования.

$$m(\text{CaO}) = \frac{0,1000 \cdot (56 : 2)}{1000} \cdot 3,5 \cdot \frac{250}{10} = 0,2450(\text{г});$$

$$m(\text{MgO}) = \frac{0,1000 \cdot (40 : 2)}{1000} \cdot 4,1 \cdot \frac{250}{10} = 0,2050 (\text{г}).$$

2.2.2. Задачи для самостоятельного решения

Задача 1. Проба глины массой 1,0321 г после высушивания (105⁰С) имеет массу 0,9837 г. После прокаливания (520⁰ С) навески той же глины массой 1,1562 г она уменьшилась на 0,2724 г. Вычислите в глине массовую долю гигроскопической влаги и связанной воды в пересчете на сухое вещество.

Ответ: 4,68 %; 19,80 %.

Задача 2. Навеска извести массой 1,1283 г растворена в 15 см³ соляной кислоты, имеющей молярную концентрацию эквивалента 1,9548 моль/дм³. Остаток непрореагировавшей кислоты оттитрован раствором щелочи с молярной концентрацией эквивалента 0,1000 моль/ дм³. На титрование до точки эквивалентности израсходовано 7,5 см³ щелочи.

Вычислите массовую долю CaCO₃ в известняке.

Ответ: 96,7 %.

Задача 3. Проба извести массой 0,4982 г растворена в соляной кислоте и разбавлена водой в мерной колбе до 200 см³. На титрование 5 см³ исследуемого раствора в присутствии ЭХЧТ израсходовано 9,6 см³ трилона Б, в присутствии мурексида – 5,0 см³ трилона Б, имеющего молярную концентрацию эквивалента 0,0500 моль/ дм³.

Напишите схемы процессов образования комплекса ЭХЧТ с Ca²⁺ и процесса титрования этого комплекса трилоном Б. Вычислите массовую долю CaO и MgO в анализируемой извести.

Ответ: 56,2 %; 36,9 %.

2.3. Порядок выполнения работы

Для проведения химического анализа используйте пробу извести, измельченную до полного прохождения через сито 0,08, помещенную в бюкс и хранящуюся в эксикаторе.

2.3.1. Определение содержания связанной воды

В известковых вяжущих вода в связанном состоянии находится в виде $\text{Ca}(\text{OH})_2$, $\text{Mg}(\text{OH})_2$ (химически связанная вода), а при наличии неразложившихся глинистых частиц – в виде кристаллогидратов минералов глин.

На технических, а затем на аналитических весах взвесьте предварительно прокаленный, доведенный до постоянной массы и хранящийся в эксикаторе фарфоровый тигель. На теххимических весах взвесьте около 1 г высушенной при $(105 \dots 110)^\circ \text{C}$ извести, перенесите ее в тигель, определите массу тигля с навеской на аналитических весах и поместите тигель с известью в муфельную печь, нагретую до $(520 \pm 10)^\circ \text{C}$.

Вычислите массу навески m_0 , г.

$$m_0 = m_{\text{Т.Н.}} - m_{\text{Т.}}$$

где $m_{\text{Т.Н.}}$ – масса тигля с навеской, г;

$m_{\text{Т.}}$ – масса тигля, г.

Через один час тигель охладите в эксикаторе, взвесьте на аналитических весах и вычислите массовую долю связанной воды

$$\omega(\text{H}_2\text{O}_{\text{связ.}}) = \frac{m_{\text{Т.Н.}} - m'_{\text{Т.Н.}}}{m_0} \cdot 100 \%,$$

где $m'_{\text{Т.Н.}}$ – масса тигля с навеской после прокаливания, г.

2.3.2. Определение карбонатной составляющей

Содержащиеся в извести неразложившиеся карбонаты кальция и магния определяют газометрическим методом, основанном на измерении объема выделившегося газа при воздействии на исследуемую известь соляной кислотой.

На технических, а затем на аналитических весах взвесьте на кальке около 0,2 г извести, которую затем высыпьте в одно из колен реакционного сосуда 1 (рис. 2.1.). Взвесьте кальку и определите массу навески извести – $m_{\text{н.}}$, взятую для исследования.

В другое колено реакционного сосуда осторожно налейте $2 \dots 3 \text{ см}^3$ раствора HCl (1:3) и укрепите сосуд на отводной трубке 4.

Проверьте герметичность прибора, для чего поднимите на $5 \dots 7 \text{ см}$ бюретку 2 выше бюретки 3. Если в течение $1 \dots 2$ мин уровень раствора в бюретке не меняется – система герметична.

Установите раствор в бюретках на одном уровне и запишите показания бюретки 2 – V_0 . Наклоняя реакционный сосуд 1, вылейте кислоту на навеску извести и после окончания растворения извести вновь возьмите отсчет по бюретке 2 – V_1 , установив раствор в бюретках на одном уровне.

Объем выделившегося углекислого газа в мл вычисляют как разность $V(\text{CO}_2) = V_1 - V_0$.

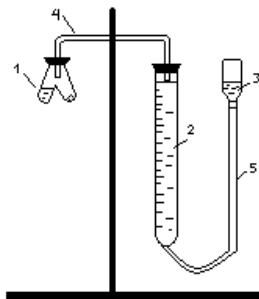


Рис. 2.1. Установка для проведения газометрического исследования:

- 1 – реакционный сосуд,
 2,5 – бюретки,
 3 – насыщенный раствор NaCl,
 4 – газоотводная трубка.

По уравнению Менделеева – Клапейрона рассчитайте массу (m) углекислого газа

$$(P - P') \cdot V = \frac{m}{M} \cdot R \cdot T,$$

где P – атмосферное давление, Па (1 мм рт.ст. = 133 Па);

P' – давление водяных паров в бюретке с насыщенным раствором NaCl, равное:

- 20 °С – 1756 Па
 21 °С – 1880 Па
 22 °С – 2006 Па
 23 °С – 2171 Па;

V – объём углекислого газа, измеренного в опыте, м³;

m – масса углекислого газа, г;

M – молярная масса углекислого газа, г/моль;

R – универсальная газовая постоянная, 8,31 Дж/моль·К;

T – температура опыта, К.

Массовую долю CO₂ вычислите по формуле

$$\omega(\text{CO}_2) = \frac{m(\text{CO}_2)}{m_H} \cdot 100 \%,$$

где m_H – масса навески извести, взятой для исследования, г.

2.2.3. Определение содержания активного CaO

В состав извести кальций входит в виде различных соединений: оксид, гидроксид, карбонат. Чтобы установить содержание оксида кальция, проявляющего вяжущие свойства (активного CaO), известь подвергают тщательному перемешиванию с раствором сахарозы. При этом активный CaO переходит в растворимое соединение, которое может быть оттитровано кислотой.

Однако титрование следует проводить быстро во избежание вступления в реакцию с кислотой неактивных соединений кальция.

Около 0,25 г извести взвесьте вначале на технохимических, а затем на аналитических весах и поместите навеску в коническую колбу на 500 см³, добавьте 50 см³ 5 %-ого раствора сахарозы, несколько оплавленных стеклянных палочек и энергично взбалтывайте в течение 15 мин. Добавьте 2...3 капли фенолфталеина и титруйте раствором HCl с молярной концентрацией эквивалента 1 моль/дм³.

Титрование производите быстро по каплям до первого исчезновения розовой окраски. Массовую долю активного оксида кальция вычислите по формуле

$$\omega(\text{CaO}_{\text{акт}}) = \frac{V(\text{HCl}) \cdot T(\text{HCl}/\text{CaO})}{m_{\text{изв}}} \cdot 100\%,$$

где $V(\text{HCl})$ – объём соляной кислоты, пошедший на титрование, см^3 ;
 $T(\text{HCl}/\text{CaO})$ – титр HCl по определяемому веществу (CaO), $\text{г}/\text{см}^3$;
 $m_{\text{изв}}$ – навеска извести, г.

2.3.4. Определение суммарного содержания оксидов кальция и магния

На технических весах взвесьте около 0,5 г извести и уточните массу навески на аналитических весах. Навеску поместите в стакан емкостью 200...250 см^3 , смочите водой и прибавьте 30 см^3 раствора 1 н HCl . Стакан нагрейте в течение 8...10 мин до несильного кипения, и после охлаждения содержимое стакана без потерь перенесите в мерную колбу на 250 см^3 , долейте дистиллированной водой до метки и тщательно перемешайте. При этом все соединения кальция и магния (оксиды, карбонаты, силикаты, ферриты и т.д.) переходят в раствор. Уравнение реакции взаимодействия соляной кислоты с известью запишите в рабочую тетрадь.

Подготовьте к работе фотоколориметр КФК-2 согласно инструкции:

1. Фотоколориметр включить в сеть за 15 мин до начала измерений. Кюветное отделение (рис. 2.2.) при этом должно быть открытым.

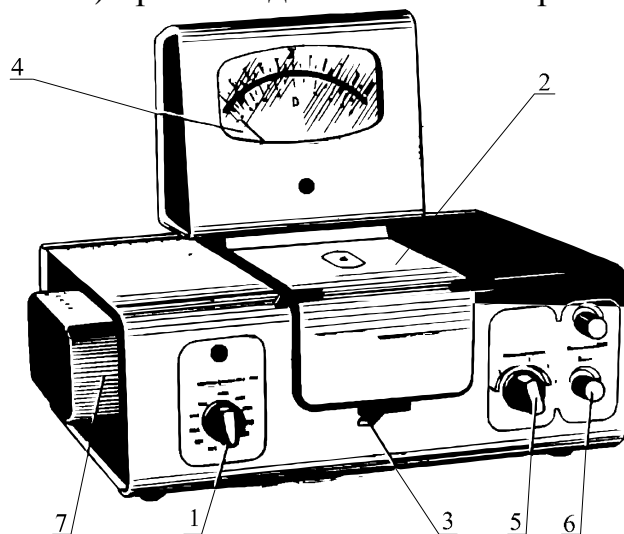


Рис. 2.2. Внешний вид колориметра КФК-2.

- 1 - ручка ввода в световой пучок светофильтра ; 2 - крышка кюветного отделения; 3 -ручка переключения кювет в световом пучке, 4 - регистрирующий прибор: микроамперметр; 5 - ручка переключения фотоприемников "Чувствительность"; 6 - "Установка 100 грубо"; 7 - осветитель.

На передней панели КФК-2 установите светофильтр 490 нм, ручку *чувствительность* – в положение 1 черного цвета, ручку *установка 100 грубо* – в крайнее левое положение. Включите фотоколориметр в розетку электропитания и тумблер *сеть* на задней стенке прибора вверх. Крышка кюветного

отделения при всех операциях, когда не проводится титрование, должна быть открыта, т.к. при этом фотоэлементы закрыты шторкой. Прибор прогревается 10...15 мин.

Бюретку заполните рабочим раствором трилона Б. Кювету промойте дистиллированной водой, осушите снаружи фильтровальной бумагой, поставьте в кюветодержатель, заполните на $\frac{3}{4}$ дистиллированной водой и поместите в кюветное отделение прибора. Ручка переключения кювет должна быть в среднем положении.

Закройте кюветное отделение, ручку *чувствительность* переведите в положение **2** или **3**, последовательно рукоятками *установка 100 грубо* и *точно* переведите стрелку регистрирующего прибора в положение **0** по шкале оптической плотности **D**. Крышку кюветного отделения откройте.

В рабочей тетради начертите таблицу для записи результатов титрования с графами «объём трилона Б, см³» и «оптическая плотность D».

Вылейте из кюветы дистиллированную воду, отберите пипеткой 5 мл исследуемого раствора, перенесите его в кювету, налейте в пробирку ~ 3 мл аммонийной буферной смеси и прилейте её к анализируемому раствору. Небольшое количество индикатора ЭХЧТ внесите в кювету и поместите её в кюветное отделение КФК-2.

Закройте крышку и под руководством преподавателя введите в кювету мешалку, укрепленную в приспособлении титровальном ТПР-М.

Ручку *скорости перемешивания* поставьте в крайнее левое положение, включите *сеть* и установите скорость перемешивания ~7.

Во второе отверстие крышки кюветного отделения вставьте воронку и подведите к ней бюретку с рабочим раствором.

Если первоначальное значение оптической плотности более 0,4, то приготовьте новую пробу для титрования, взяв меньшее количество индикатора.

Запишите в рабочую тетрадь первоначальное значение оптической плотности и начинайте титрование, приливая по 0,5 мл рабочего раствора и каждый раз записывая значение оптической плотности. Вначале оптическая плотность увеличивается, а затем уменьшается. Титрование заканчивают в тот момент, когда после резкого падения оптическая плотность начинает изменяться очень медленно или остается постоянной (это происходит после добавления 7...8 см³ трилона Б).

По окончании процесса титрования ручку *скорости перемешивания* установите в крайнее левое положение, тумблер *сеть* выключите. Отставьте бюретку, титровальное приспособление приподнимите, выгрузите мешалку и отставьте в сторону. Раствор из кюветы вылейте и промойте ее дистиллированной водой.

2.2.5. Определение содержания оксида кальция

Исследования проводятся аналогично пункту 2.3.4. на КФК-2 с использованием приспособления титровального ТПР-М.

В кювету внесите отмеренные пипеткой 5 см³ исследуемого раствора, добавьте ~3 мл раствора NaOH, немного индикатора мурексида и проведите

титрование аналогично пункту 2.3.4. Экспериментальные данные также запишите в рабочей тетради в виде таблицы 2.1.

2.2.6. Пример обработки данных эксперимента

Таблица 2.1.

Титрование в присутствии индикатора ЭХЧТ

№ измерения	Объем трилона Б, см ³	Опт. плотность D
1	0.0 см	0.27
2	0.5	0.3
3	1.0	0.23
4	1.5	0.29
5	2.0	0.27
6	2.5	0.24
7	3.0	0.19
8	3.5	0.15
9	4.0	0.1
10	4.5	0.07
11	5.0	0.055
12	5.5	0.055
13	6.0	0.035
14	6.5	0.03
15	7.0	0.023
16	7.5	0.025
17	8.0	0.025

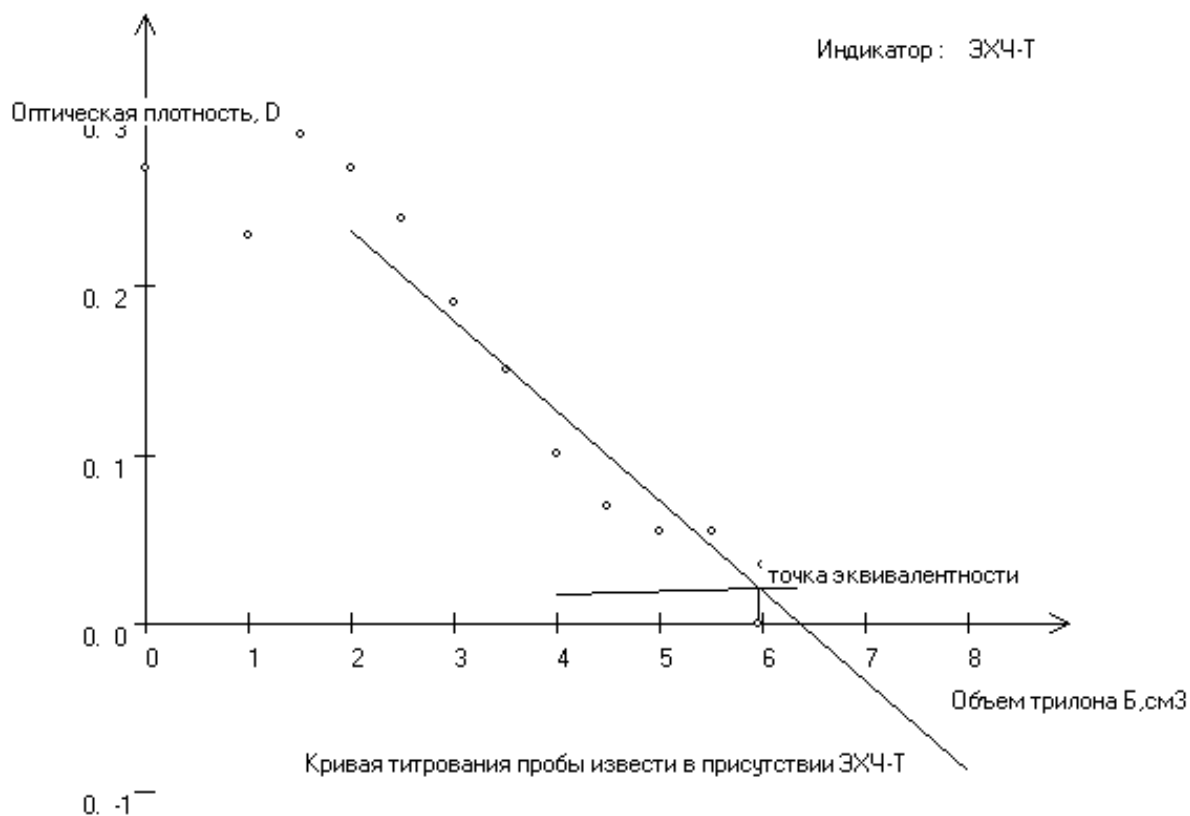


Рис. 2.2. Кривая титрования пробы извести в присутствии ЭХЧ-Т
Точка эквивалентности: объем трилона Б = 6,0 см³

Таблица 2.2.

Титрование в присутствии индикатора Мурексид

№ измерения	Объем трилона Б, см ³	Опт. плотность D
1	0.0	0.46
2	0.5	0.6
3	1.0	0.7
4	1.5	0.75
5	2.0	0.7
6	2.5	0.58
7	3.0	0.44
8	3.5	0.29
9	4.0	0.095
10	4.5	0.03
11	5.0	0.015
12	5.5	0.01
13	6.0	0.006
14	6.5	0.006
15	7.0	0.005
16	7.5	0.005
17	8.0	0.005
18	8.5	0.005

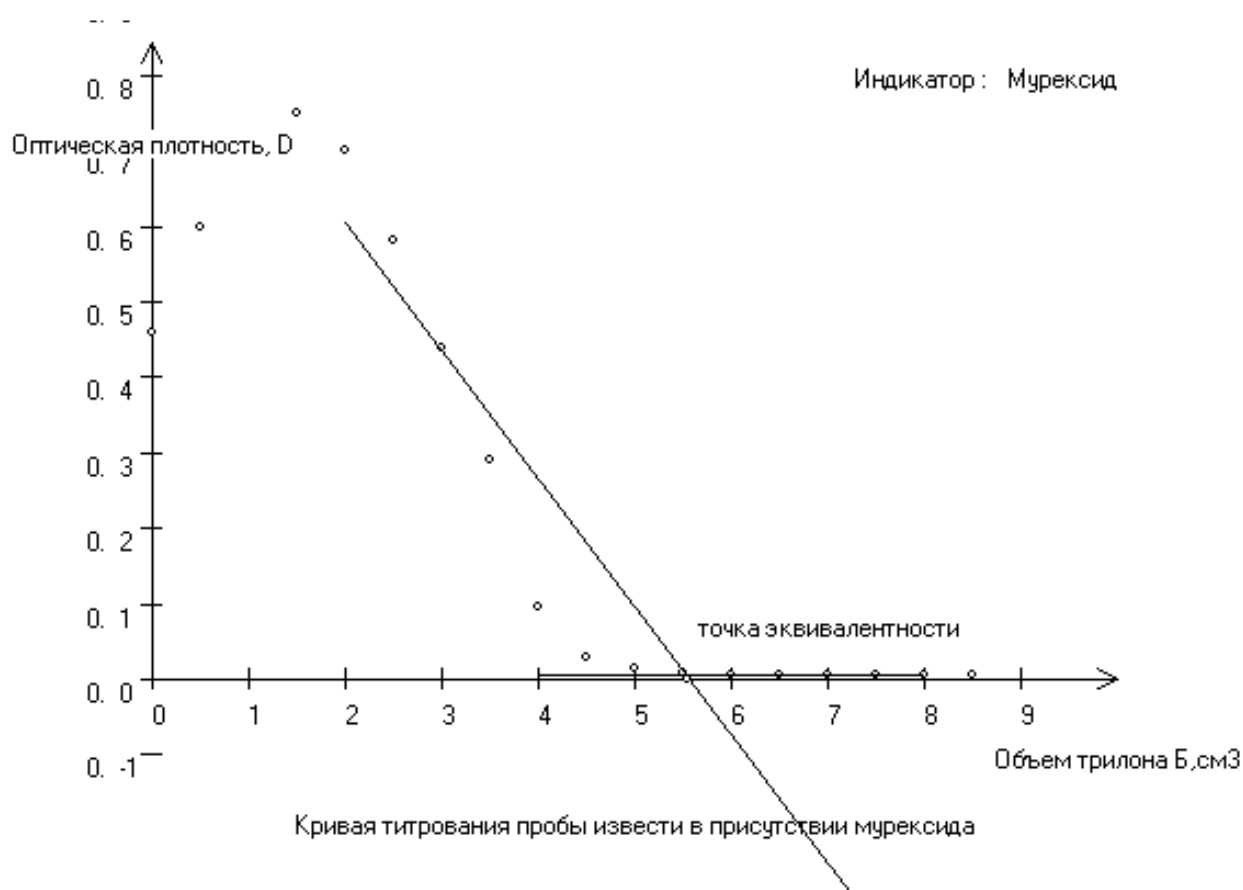


Рис. 2.3. Кривая титрования пробой извести в присутствии мурексида
Точка эквивалентности: объем трилона Б = 5,5 см³

2.2.7. Определение содержания оксидов кальция и магния ручным титрованием

Отберите пипеткой 5 см³ анализируемого раствора извести, приготовленного по пункту 1.4.4., перенесите в колбу для титрования, добавьте ~ 3 см³ буферной смеси и индикатор ЭХЧТ. Оттитруйте содержимое колбы трилоном Б до перехода окраски от винно-красной к синей.

Объём трилона Б, израсходованный до достижения точки эквивалентности, расходуется на суммарное связывание ионов Ca²⁺ и Mg²⁺.

Затем оттитруйте 5 см³ исследуемого раствора в присутствии 3 см³ раствора NaOH и индикатора мурексида до перехода окраски от розовой к сиреневой. В данном случае эквивалентный объём трилона Б соответствует связыванию только ионов Ca²⁺.

2.2.8. Расчет массовой доли оксидов кальция и магния

Массу оксидов в навеске, взятой для исследования, рассчитайте по формулам

$$m(\text{CaO}) = \frac{C_3(\text{ТрБ}) \cdot M_3(\text{CaO})}{1000} \cdot V'(\text{ТрБ}) \cdot 50,$$

$$m(\text{MgO}) = \frac{C_3(\text{ТрБ}) \cdot M_3(\text{MgO})}{1000} \cdot V''(\text{ТрБ}) \cdot 50,$$

где $C_3(\text{ТрБ})$ – молярная концентрация эквивалента раствора трилона Б, 0,05 моль экв/дм³;

$M_3(\text{CaO})$, $M_3(\text{MgO})$ – молярная масса эквивалента оксида кальция и оксида магния, г/моль экв;

V' – объём раствора трилона Б, расходуемый на связывание только иона Ca²⁺, см³;

V'' – объём раствора трилона Б, расходуемый на связывание только ионов Mg²⁺ (определяется по разности объемов при титровании с ЭХЧТ и с мурексидом), см³;

50 – коэффициент, учитывающий, что из объема 250 см³, где растворена проба, для анализа берется 5 см³.

Массовую долю оксидов кальция и магния рассчитайте по формулам

$$\omega(\text{CaO}) = \frac{m(\text{CaO})}{m_{\text{ИЗВ.}}} \cdot 100\%; \quad \omega(\text{MgO}) = \frac{m(\text{MgO})}{m_{\text{ИЗВ.}}},$$

где $m_{\text{ИЗВ.}}$ – масса навески извести, взятая для исследования, г.

2.2.9. Расчет массовой доли активного оксида магния

Если известь получена из сырья, содержащего небольшое количество глинистых частиц, то приближенно можно принять, что разность между содержанием общих и активных оксидов кальция и магния приходится на их неразложившиеся карбонаты и образовавшиеся гидратные соединения. Тогда приближенно можно оценить содержание активного оксида магния из соотношения

$$\omega(\text{CO}_2) + \omega(\text{H}_2\text{O}_{\text{связ}}) = [\omega(\text{CaO}_{\text{общ}}) - \omega(\text{CaO}_{\text{акт}})] - [\omega(\text{MgO}_{\text{общ}}) - \omega(\text{MgO}_{\text{акт}})],$$

где $\omega(\text{CO}_2)$ - массовая доля CO_2 , %;

$\omega(\text{H}_2\text{O}_{\text{связ}})$ - массовая доля связанной воды, %;

$\omega(\text{CaO}_{\text{общ}})$ - массовая доля CaO , %;

$\omega(\text{CaO}_{\text{акт}})$ - массовая доля активного CaO , %;

$\omega(\text{MgO}_{\text{общ}})$ - массовая доля MgO , %.

Результаты исследований оформите в виде итоговой таблицы (табл. 2.3.).

Таблица 2.3.

Химический состав извести

Метод исследования	Массовая доля компонентов, %						
	$\text{H}_2\text{O}_{\text{связ}}$	CO_2	CaO		MgO		Сумма SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3
			общ	акт	общ	акт	
Гравиметрический							
Газометрический							
Титриметрический: а) сахаратный б) комплексонометрический							
Расчетный							

Суммарное содержание оксидов кремния, алюминия и железа рассчитайте как оставшуюся долю до 100%.

Требования к воздушной извести определяются ГОСТ 9179-77. Известь строительная. Технические условия (табл. 2.4.).

Таблица 2.4.

Требования к воздушной строительной извести (ГОСТ 9179-77)

Наименование показателя	Массовая доля, %										
	Негашеная									Гидратная	
	Кальциевая			Маломагнезиальная			Магнезиальная				
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2
Активные $\text{CaO} + \text{MgO}$, не менее	90	80	70	85	75	65	85	75	65	67	60
Активный MgO , не более	5	5	5	20	20	20	40	40	40	-	-
CO_2 , не более	3	5	7	5	8	11	5	8	11	3	5
Непогасившиеся зерна, не более	7	11	14	10	15	20	10	15	20	-	-

2.4. Приборы, инструменты, материалы

Весы технические и аналитические, фотоэлектроколориметр, приспособление титровальное, муфельная печь, электроплитка, установка для газометрического анализа, термометр, барометр, , эксикаторы, колбы, бюретки, стаканы, пипетки, тигли, бюксы, персональный компьютер, принтер.

Растворы: HCl, NaOH, трилон Б, аммиачный буфер, сахароза, индикаторы. Известь для исследования.

2.5. Выводы

1. Укажите, какими методами исследования можно определить содержание в извести основных химических составляющих.
2. На основании данных анализа (табл. 2.3 и табл. 2.4) определите вид и сорт извести.

Аттестационные вопросы:

- понятие о качественном и количественном анализе состава строительных материалов и сырья;
- сущность гравиметрического анализа и его использование в изучении состава и свойств строительных материалов и сырья;
- титриметрический (объёмный) анализ. Сущность кислотно-основного титрования и его применение для исследования строительных материалов;
- способы выражения концентрации растворов: молярная концентрация, молярная концентрация эквивалента, титр, титр рабочего раствора по определяемому веществу. Вычисление результатов определений в титриметрическом анализе;
- комплексонометрия и её применение в исследовании строительных материалов;
- комплексоны, металлиндикаторы, сущность комплексонометрического определения оксидов кальция и магния; условия проведения анализа.

Работа 3. ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОЙ АКТИВНОСТИ ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНЕЗЕМСОДЕРЖАЩИХ МАТЕРИАЛОВ

3.1. Цель работы

Усвоение сущности оптических методов исследования состава и свойств строительных материалов.

Овладение техникой фотоколориметрического анализа и оценкой физико-химической активности поверхности кремнеземсодержащих строительных материалов.

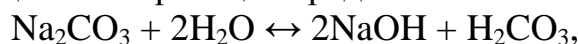
3.2. Общие теоретические сведения

3.2.1. Примеры и их решения

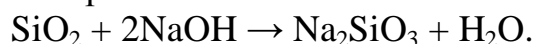
Пример 1. С целью изучения активности кремнеземсодержащих строительных материалов по отношению к щелочной среде получили данные для построения калибровочного графика.

№ измерения	Конц. силиката, мг/дм ³	Опт. плотность D
1	0.1	0.04
2	0.2	0.12
3	0.4	0.17
4	0.6	0.23
5	0.8	0.26
6	1.0	0.28

Навески кварцевого песка с различной удельной поверхностью: 0,08; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50 м²/г массой по 1,00 г залили 100 см³ раствора карбоната натрия и в течение часа периодически встряхивали. Вследствие гидролиза соды создается щелочная реакция среды



и песок частично растворяется



Жидкую фазу суспензии отфильтровали, отобрали пипеткой по 10,0 см³ каждой пробы, приготовили растворы для фотоколориметрирования и определили оптическую плотность каждой пробы (табл. 3.1.).

Таблица 3.1.

Зависимость оптической плотности от величины удельной поверхности кварцевого песка

№ пробы	Конц. силиката, мг/дм ³	Опт. плотность D
1	0.34	0.13
2	0.41	0.15
3	0.45	0.16
4	0.45	0.16
5	0.59	0.20
6	0.38	0.14

Решение. Построим калибровочный график (рис. 3.1.) и по оптической плотности исследуемых проб песка найдем концентрацию растворимого силиката в пересчете на SiO₂.

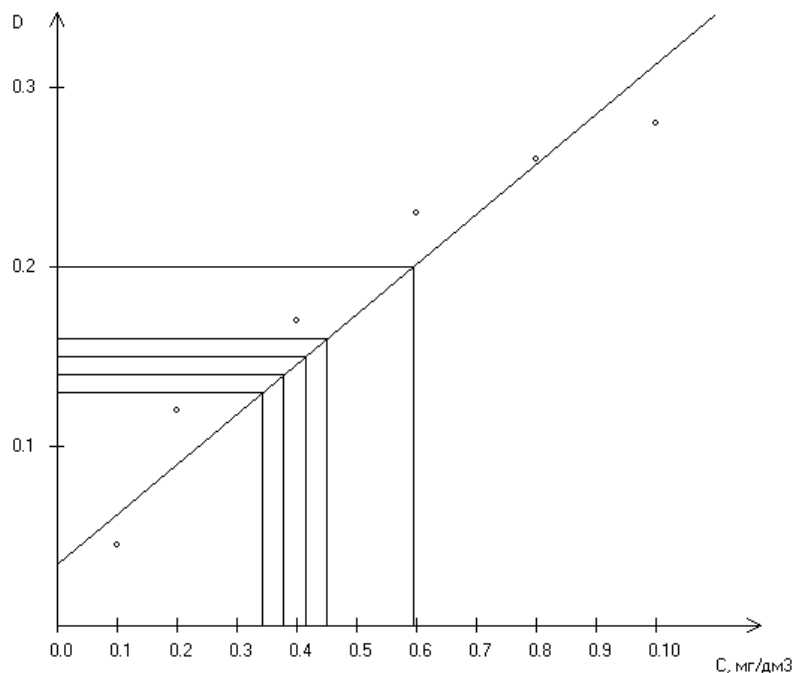


Рис. 3.1. Калибровочный график и искомые концентрации растворимого силиката

Эти данные соответствуют массе SiO_2 , перешедшего в раствор с 1/10 части пробы, т.к. для фотоколориметрирования взято по 10 см^3 исследуемого раствора из 100 см^3 . Следовательно, с 1 г песка в раствор переходит в 10 раз больше SiO_2 , эта величина представляет собой активность единицы массы песка, выраженную в мг/г (a_1).

Для расчета активности единицы поверхности песка a_2 следует a_1 отнести к величине удельной поверхности

$$a_2 = a_1/s, \text{ мг/м}^2.$$

Полученные результаты представим в виде таблицы 3.2 и графика (рис. 3.2.).

Таблица 3.2.

Зависимость оптической плотности D от величины удельной поверхности кварцевого песка

№ пробы	Уд. поверхность, $\text{м}^2/\text{г}$	Опт. плотность D
1	0.08	0.13
2	0.10	0.15
3	0.20	0.16
4	0.30	0.16
5	0.40	0.20
6	0.50	0.14

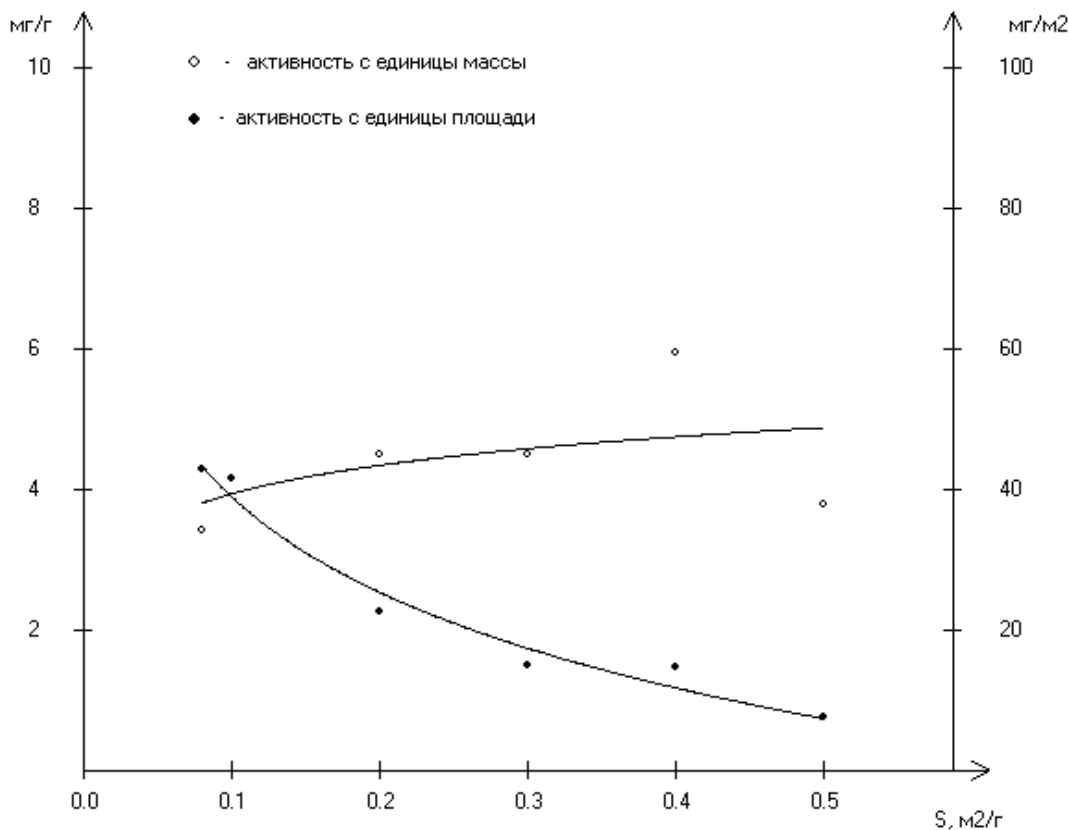


Рис. 3.2. Зависимость активности кварцевого песка от степени дисперсности:

- – масса SiO₂, перешедшего в раствор с 1 г пробы;
- ◆ – масса SiO₂, перешедшего в раствор с 1 м² поверхности.

Пример 2. Для определения железа в воде фотоколориметрическим методом в мерную колбу емкостью 50,0 см³ ввели 10,0 см³ стандартного раствора железа ($T(\text{Fe}^{3+}) = 0,01000 \text{ мг/см}^3$), во вторую колбу такой же емкости – 25,0 см³ исследуемой воды. После добавления соответствующих реактивов и доведения объема раствора до 50,0 см³ были определены оптические плотности растворов на КФК-2: $D_1 = 0,26$; $D_2 = 0,42$. Вычислите содержание железа в воде в мг/дм³.

Решение. Рассчитаем концентрацию стандартного раствора железа в колбе для фотоколориметрирования.

$$C(\text{Fe}^{3+}) = \frac{T_{\text{Fe}} \cdot V_{\text{СТ.Р-РА}}}{V_{\text{КОЛБЫ}}} = \frac{0,01000 \cdot 10,0}{50} = 0,002000 \text{ мг/см}^3 = 2,000 \text{ мг/дм}^3.$$

В данном исследовании использован метод сравнения

$$\frac{D_{\text{СТ}}}{C_{\text{СТ}}} = \frac{D_{\text{ИССЛ}}}{C_{\text{ИССЛ}}} = \frac{0,26}{2,000} = \frac{0,42}{C_{\text{ИССЛ}}}.$$

$$C_{\text{ИССЛ}} = 3,231 \text{ мг/дм}^3.$$

В колбе для фотоколориметрирования анализируемая вода была разбавлена в два раза, поэтому содержание железа – 6,462 мг/дм³.

3.2.2. Задачи для самостоятельного решения

Задача 1. С целью определения растворимости силикатной составляющей перлита получили данные для построения калибровочной кривой.

Концентрация стандартного раствора в пересчете на SiO ₂ , мг/дм ³	Оптическая плотность, D
0,2	0,03
0,4	0,07
0,6	0,10
0,8	0,14
1,0	0,17
1,2	0,21

Навески перлита массой 1,000 г взболтали с 100 см³ воды и оставили на хранение при температуре 25 °С. Через 1; 7 и 14 сут отбирали по 10 см³ и определяли оптическую плотность, данные по которой представлены в табл. 3.3. Определите растворимость SiO₂ в мг/г и мг/м² и сделайте вывод, как изменяются эти величины в зависимости от степени дисперсности перлита и длительности взаимодействия с водой.

Значения растворимости (мг/г и мг/м²) в зависимости от степени дисперсности через 1, 7, 14 сут представьте в виде трех рисунков аналогичных рис. 3.2.

Таблица 3.3.

Влияние степени дисперсности перлита и времени его контакта с водой на растворимость силикатной составляющей

Степень дисперсности S, м ² /г	Оптическая плотность через сут.			Растворимость перлита через сут.					
	1	7	14	1		7		14	
				мг/г	мг/м ²	мг/г	мг/м ²	мг/г	мг/м ²
0,1	0,03	0,05	0,06						
0,3	0,08	0,15	0,17						
0,5	0,15	0,21	0,23						

Задача 2. Для определения содержания в воде железа в двух мерных колбах емкостью 50,0 см³ были приготовлены стандартный и исследуемые растворы. Для приготовления стандартного раствора взяли 8,0 см³ раствора соли железа (Т_{Fe³⁺}=0,01000 г/см³), а для приготовления исследуемого – 25,0 см³ воды. После добавления соответствующих реактивов до 50 см³ оптической плотности растворов определили на фотоколориметре: D_{СТ} = 0,65; D_{ИССЛ} = 0,62. Вычислите концентрацию железа в исследуемой воде в мг/дм³.

3.3. Порядок выполнения работы

Студенты, выполняющие данную работу, делятся на две подгруппы, одна из которых ведет исследования по пункту 3.3.1., вторая - по пункту 3.3.2. Каж-

дый студент оформляет и отчитывает работу в целом.

3.3.1. Построение калибровочного графика

Приготовьте 7 мерных колб объёмом 100 см^3 и отмерьте в них точно из бюретки 1, 2, 4, 6, 8, 10 см^3 стандартного раствора силиката натрия с титром $0,01000 \text{ мг/см}^3 \text{ SiO}_2$, а в седьмой колбе будет растворитель (нулевой раствор), где нет силиката натрия. Во все семь колб налейте мерным цилиндром по 50 см^3 дистиллированной воды, по 5 см^3 раствора молибдата аммония, перемешайте и выдержите **10 мин.**

Затем залейте по 5 см^3 раствора восстановителя, доведите до метки дистиллированной водой, перемешайте и дайте постоять **15 мин.** до образования комплексного соединения, окрашенного в синий цвет.

Подготовьте к работе фотоколориметр КФК-2 к работе (см. работу 2). Ручкой 1 (рис. 2.2.) установите светофильтр с длиной волны 540 нм .

При переключении светофильтров ручка 5 (рис. 2.2.) "Чувствительность" должна находиться в положении "1", а ручка 6 "Установка 100 грубо" в крайнем левом положении (минимальная чувствительность).

Относительная ошибка определения концентрации раствора будет минимальной при значении оптической плотности $0,4$. Поэтому рекомендуется работать вблизи указанного значения оптической плотности, а именно $0,3-0,5$.

В кюветное отделение устанавливают кюветы с растворителем (раствором сравнения, не содержащим определяемого окрашенного вещества – дистиллированная вода), и контрольным раствором (содержащим определяемое вещество). При этом растворитель оказывается в дальнем от экспериментатора положении: ручка переключателя кювет находится в крайнем левом положении "1" (рис. 2.2.). При перемещении переключателя в крайнее правое положение ("2") пучок света проходит через контрольный раствор.

Измерение оптической плотности контрольного раствора происходит следующим образом:

- кюветы помещены в кюветодержатель, как описано выше;
- ручка переключателя кювет помещается в положение "1";
- устанавливается выбранный светофильтр (см. п. 2 и 3);
- ручками "Установка 100 грубо", "Точно" и при необходимости «Чувствительность» устанавливают стрелку шкалы прибора на 0 по шкале оптической плотности (D);
- ручка переключателя кювет переводится в положение "2";
- по нижней шкале (шкала оптической плотности D) определяют значение D.

Для измерения оптической плотности серии окрашенных растворов кювету с растворителем необходимо оставить в дальнем от экспериментатора положении. Ближнюю кювету ополаскивают по очереди более концентрированным раствором и измеряют оптическую плотность.

После завершения работ на колориметре до его выключения ручку "Чувствительность" установите в положение "1", обозначенное красным цветом, а ручку "Установка 100 грубо" - в крайнее левое положение и только после этого выключить тумблер "Сеть" колориметра.

Концентрацию SiO_2 в стандартном растворе в мг/дм^3 рассчитайте по формуле

$$C = \frac{0,01 \cdot V \cdot 1000}{100},$$

где 0,01 – концентрация стандартного раствора, мг/см^3 ;

V – объем стандартного раствора, см^3 ;

1000 – коэффициент перевода концентрации в мг/м^3 ;

100 – коэффициент, учитывающий разбавление стандартного раствора в мерной колбе.

Результаты эксперимента занесите в табл. 3.4.

Таблица 3.4.

Зависимость оптической плотности от концентрации раствора

Объем стандартного раствора, см^3	Концентрация SiO_2 в стандартном растворе, мг/дм^3	Оптическая плотность
1		
2		
4		
6		
8		
10		

3.3.2 Определение SiO_2 , перешедшего в раствор

Порошкообразные кремнеземсодержащие материалы в щелочных средах образуют растворимые силикаты за счет перехода в раствор SiO_2 . В данной лабораторной работе в качестве щелочной среды используется раствор карбоната натрия. В реальной практике производства и применения строительных материалов щелочная среда создается гидроксидом кальция.

Напишите в рабочей тетради реакции взаимодействия карбоната натрия с водой и взаимодействия образовавшейся щелочи с SiO_2 .

Приготовьте 700 г раствора с массовой долей карбоната натрия 5%. Рассчитайте необходимую массу соли и воды. Дистиллированную воду налейте в мерный стакан, высыпьте туда взвешенный на технохимических весах карбонат натрия и энергично размешайте стеклянной палочкой.

Взвесьте по 1,0000 г вначале на технохимических, а затем аналитических весах навески кварцевого песка разной степени измельчения и перенесите их в соответствующие колбы, на которых указана та же удельная поверхность.

К навескам песка прилейте по 100 см^3 раствора соды, отмеренного мерной колбой, закройте колбы пробками, тщательно перемешайте вращательными движениями и оставьте на (1,0...1,5) часа, перемешивая каждые 10

мин все колбы одновременно.

Суспензию исследуемого кварцевого песка профильтруйте в сухую колбу, на которой указана та же удельная поверхность. Для анализа отберите пипеткой 10 см^3 фильтрата, перенесите в соответствующую мерную колбу на 100 см^3 и подготовьте раствор к колориметрированию аналогично стандартному раствору по пункту 3.3.1. Молибдата аммония возьмите 10 см^3 .

Определите оптическую плотность полученных растворов. Данные эксперимента представьте в рабочей тетради в виде таблицы, аналогичной табл. 3.2.

3.4. Приборы, инструменты, материалы

Весы теххимические, аналитические, спектрофотокориметр КФК-2, мерные колбы, плоскодонные колбы, бюретка, цилиндры, воронки, пипетки, растворы силиката натрия и молибдата аммония, карбоната натрия, аскорбиновая и лимонная кислота, персональный компьютер, принтер.

3.5. Выводы

1. Объясните механизм появления спектра поглощения, который дает возможность провести фотокориметрическое исследование.
2. Объясните различную зависимость по отношению к щелочному раствору активности единицы массы и единицы поверхности кварцевого песка от тонкости помола.

Аттестационные вопросы:

- классификация и назначение главных спектральных (оптических) методов исследования;
- абсорбционный спектральный анализ, происхождение спектров поглощения;
- инфракрасная спектроскопия, задачи, решаемые ИК - спектроскопией, в исследовании состава и свойств строительных материалов;
- основной закон фотометрии, оптическая плотность;
- методы, аппаратура и условия проведения фотокориметрических исследований (ошибки фотометрии).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В настоящее время для производства искусственных каменных материалов и изделий применяется множество неорганических веществ и минералов природного и техногенного происхождения. Для технологии производства композита важно знать природу, состав, генезис, структуру, свойства отдельных компонентов. Ученый-исследователь играет огромную роль при обосновании технологических процессов. Современный исследователь имеет знания, опыт в идентификации веществ, владеет химическими, физическими и физико-химическими методами идентификации. В данных методических указаниях представлены уникальные, отработанные на протяжении многих лет, методики оценки свойств неорганических материалов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кристиан, Г. Аналитическая химия: в 2 томах/ Г. Кристиан: пер. с англ. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. – (Лучший зарубежный учебник).
2. Отто, М. Современные методы аналитической химии /М. Отто/ 3-е издание // – М.: Техносфера, 2008. -544 с.
3. Васильев, В.П. Аналитическая химия: в 2 кн. кн. 1: Титриметрические и гравиметрический методы анализа./ В.П. Васильев / – 5-е изд., стер. // – М.: Дрофа, 2005. - 366 с.
4. Васильев, В.П. Аналитическая химия: в 2 кн.: кн. 2: Физико-химические методы. / В.П. Васильев / – 5-е изд. – М.: Дрофа, 2005. – 383 с.
5. Вернигорова, В.Н., Макридин, Н.И. Современные химические методы исследования строительных материалов: Учебн. пособие. / В.Н. Вернигорова //– М.: Изд-во АСВ, 2003. – 224 с.

Методы исследования неорганических веществ и материалов

Методические указания
к выполнению лабораторных
работ по дисциплине «Методы исследования неорганических
веществ и материалов» для студентов направления
«Химия, физика и механика материалов»

Составители: Кукина Ольга Борисовна
Баранов Евгений Владимирович
Сергуткина Октябрина Романовна

Подписано в печать «__»_____201___. Формат 60x84 1/16. Уч.-изд. л. 2,0
Усл.-печ. л. 2,1 . Бумага писчая. Тираж 150 экз. Заказ № _____

Отпечатано: отдел оперативной полиграфии издательства учебной
литературы и учебно-методических пособий
Воронежского ГАСУ
394006 Воронеж, ул. 20-летия Октября, 84