

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Воронежский государственный технический университет»

Строительно-политехнический колледж

**МДК.04.01 Производство работ по
неразрушающему контролю, контролю качества
продукции и технологического процесса**

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

к выполнению практических работ на тему: «Измерение электрических величин аналоговыми электромеханическими измерительными приборами» для студентов специальности 27.02.07 «Управление качеством продукции, процессов и услуг (по отраслям)» всех форм обучения

Воронеж 2021

УДК 658.56(07)

ББК И 374

Составитель А. В. Иванова

Производство работ по неразрушающему контролю, контролю качества продукции и технологического процесса: методические указания к выполнению практических работ для студентов специальности 27.02.07 «Управление качеством продукции, процессов и услуг (по отраслям)» всех форм обучения / ФГБОУ ВО «Воронежский государственный технический университет»; сост.: М. С. Веденеева. – Воронеж: Изд-во ВГТУ, 2021. – 19 с.

Методические указания содержат теоретический материал, необходимый для выполнения практических работ по дисциплине «Производство работ по неразрушающему контролю, контролю качества продукции и технологического процесса». Разработано на основе требований ФГОС СПО с опорой на научные принципы формирования содержания образования.

Предназначены для студентов, обучающихся по специальности 27.02.07 «Управление качеством продукции, процессов и услуг (по отраслям)».

Методические указания подготовлены в электронном виде и содержатся в файле МУ_ПР_ПРрНKKKПиТП_7.

УДК 658.56(07)

ББК И 374

Рецензент – И. В. Поцбнева, канд. техн. наук, доц. кафедры систем управления и информационных технологий в строительстве Воронежского государственного технического университета

*Издается по решению редакционно-издательского совета
Воронежского государственного технического университета*

Практическая работа «Изучение физико-химических испытаний материалов»

1 Цель практической работы

Целью практической работы является рассмотрение теоретических основ и практических аспектов применения методов физико-химических испытаний материалов.

2 Основные теоретические положения

В основе всех методов испытаний материалов лежит измерение либо химического, либо физического свойства вещества, называемого аналитическим сигналом, зависящего от природы вещества и его содержания в пробе.

Все методы испытаний принято разделять на:

- химические,
- физические,
- физико-химические методы анализа.

В *химических методах* анализа для получения аналитического сигнала используется химическая реакция. В качестве аналитического сигнала в химических методах выступает либо масса вещества (гравиметрический метод анализа), либо объем реактива – титранта (титриметрические методы).

Физико-химические методы исследования основаны на регистрации аналитического сигнала какого-то физического свойства (потенциала, тока, количества электричества, интенсивности излучения света или его поглощения и т. д.) при проведении химической реакции.

Физические методы – методы, при реализации которых регистрируется аналитический сигнал каких-то физических свойств (ядерные, спектральные, оптические) без проведения химической реакции.

В последнее время в отдельную группу методов анализа выделяют так называемые биологические методы, в которых для получения аналитического сигнала используются реакции, протекающие в живых организмах или с участием выделенных из них биологических субстратов (ферментов, антител и др.).

Физико-химические методы анализа: спектральные (таблица 1); электрохимические (таблица 2); термические (таблица 3); хроматографические (таблица 4).

Таблица 1 – Характеристика спектральных методов исследования

Вид энергии возмущения	Измеряемое свойство	Название метода
Электро-магнитное излучение	Длина волны и интенсивность спектральной линии в инфракрасной, видимой и ультрафиолетовой частях спектра	Оптические методы (ИК-спектроскопия, атомно-эмиссионный анализ, атомно-абсорбционный анализ, фотометрия, люминисцентный анализ, турбидиметрия, нефелометрия)
	То же, в рентгеновской области спектра	Рентгеновская фотоэлектронная, оже-спектроскопия
	Времена релаксации и химический сдвиг	Спектроскопия ядерного магнитного (ЯМР) и электронного парамагнитного (ЭПР) резонанса

Таблица 2 – Характеристика электрохимических методов исследования

Вид энергии возмущения	Измеряемое свойство	Название метода
Поток электронов (электро-химические реакции в растворах и на электродах)	Напряжение, потенциал	Потенциометрия
	Ток поляризации электродов	Вольтамперометрия, полярография
	Сила тока	Амперометрия
	Сопротивление, проводимость	Кондуктометрия
	Импеданс (сопротивление переменному току, ёмкость)	Осциллометрия, высокочастотная кондуктометрия
	Количество электричества	Кулонометрия
	Масса продукта электрохимической реакции	Электрогравиметрия
	Диэлектрическая проницаемость	Диэлкометрия

Таблица 3 – Характеристика термических методов исследования

Вид энергии возмущения	Измеряемое свойство	Название метода
Теплота	Температура	Термический анализ
		Термогравиметрия
	Количество теплоты	Калориметрия
	Энтальпия	Термометрический анализ
	Механические свойства	Дилатометрия

Таблица 4 – Характеристика хроматографических методов исследования

Вид энергии возмущения	Измеряемое свойство	Название метода
Энергия химических и физических (Ван-дер-Ваальсовы силы) взаимодействий	Электропроводность Теплопроводность Ток ионизации	Газовая, жидкостная, осадочная, ионообменная, гель-проникающая хроматографии

Оптические методы анализа основаны на взаимодействии электромагнитного излучения с веществом.

Это взаимодействие сопровождается явлениями, из которых наиболее важны испускание, поглощение и рассеяние излучения.

Возникающие при этом сигналы несут качественную и количественную информацию о веществе. Частота сигнала отражает специфические свойства вещества, его природу, а интенсивность сигнала связана с количеством анализируемого соединения.

Методы спектроскопии позволяют получать детальную информацию о составе, строении и количественном содержании исследуемых веществ.

Области энергий электромагнитного излучения, соответствующие им методы анализа и процессы, приведены в таблице 5.

Таблица 5 – Области энергий электромагнитного излучения, соответствующие им методы анализа и процессы

Спектроскопические методы	Область, длина волны	Процесс
ядерно-физические	гамма-излучение, $10^{-4} \dots 10^{-1}$ нм	ядерные реакции
рентгеновские	рентгеновская, $10^{-1} \dots 10^1$ нм	изменение состояний внутренних электронов
вакуумная УФ-спектроскопия	вакуумное УФ-излучение $10 \dots 180$ нм	изменение состояний валентных электронов
оптическая УФ-спектроскопия	УФ-излучение $180 \dots 400$ нм	изменение состояний валентных электронов
спектроскопия в видимой области	видимая область $400 \dots 750$ нм	
ИК-спектроскопия, комбинационного рассеяния	инфракрасное излучение $10^3 \dots 10^3$ нм	изменение колебательных состояний молекул
микроволновая спектроскопия	микроволновое излучение $10^{-3} \dots 10^{-1}$ м	изменение вращательных состояний молекул
ядерный магнитный резонанс, электронный парамагнитный резонанс	радиочастотная $10^{-1} \dots 10^1$ м	изменение спинов ядер и электронов в магнитном поле

Спектроскопические методы подразделяют на атомные и молекулярные в зависимости от того, какие частицы формируют аналитический сигнал. Методы, основанные на излучении низких энергий (сопоставимых с энергиями химических связей или меньше их), являются методами молекулярного анализа.

Методы, использующие излучение высоких энергий, относятся к *атомным (элементным)*.

Методы анализа, использующие излучение оптического диапазона, относят к *оптической спектроскопии*. Общим для них является необходимость предварительной атомизации пробы.

1. Атомно-эмиссионная спектрометрия (АЭС) основана на испускании излучения атомами, возбужденными кинетической энергией плазмы, дугового или искрового разряда.

2. Атомно-флуоресцентная спектроскопия (АФС) использует испускание излучения атомами, возбужденными электромагнитным излучением от внешнего источника.

3. Атомно-абсорбционная спектроскопия (ААС) основана на поглощении невозбужденными атомами излучения от внешнего источника.

4. Рентгеновская спектроскопия основана на возбуждении внутренних электронов молекул, при этом не требуется предварительной атомизации пробы. Различают рентгено-эмиссионный спектральный анализ (РЭС), рентгено-флуоресцентный (РФС) и рентгено-абсорбционный (РАС) методы.

5. Электронная спектроскопия – рентгено-фотоэлектронный (РФЭС) и оже-электронный (ОЭС) методы основаны на испускании электронов с поверхности образца под воздействием пучка рентгеновского излучения или электронов.

РФЭС и ОЭС позволяют проводить неразрушающий качественный и количественный элементный и фазовый анализ поверхности твердого тела.

При исследовании энергетического состояния молекул веществ в зависимости от типа поглощающих частиц и способа преобразования избыточной энергии выделяют следующие *молекулярно-спектроскопические методы*:

1. Молекулярная абсорбционная спектроскопия. Метод основан на поглощении световой энергии молекулами или сложными ионами.

2. Нефелометрия и турбидиметрия. Эти методы анализа основаны на измерении, соответственно, рассеянного или поглощенного света взвешенными частицами анализируемого вещества.

3. Люминесцентный анализ (флуориметрия). В основе метода – измерение излучения после возбуждения молекул светом.

4. Магнитная резонансная спектроскопия. Метод основан на получении сигналов от молекул, помещенных в магнитное поле.

5. Спектроскопия диффузного отражения. В основе метода – измерение света, отраженного твердым окрашенным образцом.

Методы *молекулярной абсорбционной спектроскопии* классифицируют в соответствии с участком электромагнитного спектра, используемого для облучения анализируемого вещества.

В этом случае название метода соответствует названию области спектра.

1. Ультрафиолетовая спектроскопия (УФ-спектроскопия). Для облучения используется ультрафиолетовое излучение, $\lambda = 180 - 400\text{нм}$.

2. Спектроскопия видимой области. Используется видимая часть спектра с набором длин волн: $\lambda = 400 - 760\text{нм}$.

3. Инфракрасная спектроскопия (ИК-спектроскопия). Для облучения анализируемого вещества используется инфракрасная область спектра.

Метод молекулярной абсорбционной спектроскопии в УФ- и видимой областях спектра называют спектрофотометрией. В зависимости от типа абсорбционных спектральных приборов различают фотометрический (таблица 6) и спектрофотометрический методы.

Таблица 6 – Фотометрические методы анализа

Метод	Тип прибора	Рабочая область спектра, нм	Способ монохроматизации	Регистрируемые сигналы
Фотометрия	Фотометр (фотоколориметр)	Видимая 400–750	Светофильтр	Оптическая плотность (A) и пропускание (T) в диапазоне длин волн, отвечающем полосе пропускания светофильтра
Спектрофотометрия	Спектрофотометр	УФ и видимая 100–750	Монохроматор или полихроматор	Оптическая плотность (A) и пропускание (T) при $\lambda = const$; электронные спектры поглощения в виде кривых $A = f(\lambda)$, $A = f(\nu)$, $T = f(\lambda)$, $T = f(\nu)$

Оба метода объединяют в одну группу фотометрических методов анализа. Когда определение проводят в видимой части спектра, часто используют термин фотоколориметрия (от лат. color – цвет), поскольку имеют дело с окрашенными растворами.

Если фотометрическое исследование проводят в ультрафиолетовой, инфракрасной или другой части спектра, кроме видимой, то термин «колориметрия» неприемлем.

Природа полос поглощения в ультрафиолетовой (185 – 400 нм) и видимой (400 – 800 нм) областях спектра одинакова и связана, главным образом, с числом и расположением электронов в поглощающих молекулах и ионах. В инфракрасной области (0,8 – 1000 мкм) она в большей степени связана с колебаниями атомов в молекулах поглощающего вещества.

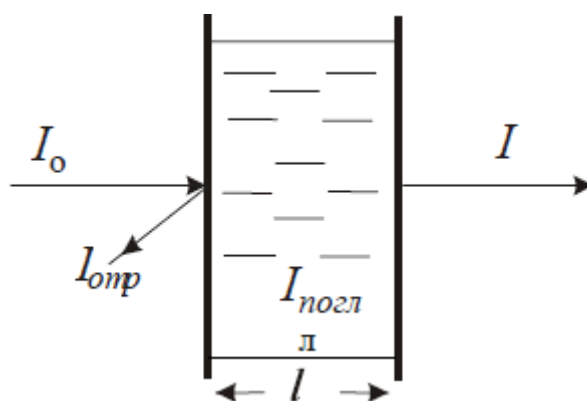
В зависимости от используемой аппаратуры в фотометрических методах анализа различают:

- *спектрофотометрические методы* – анализ по поглощению монохроматического света;
- *фотоколориметрические* – анализ по поглощению полихроматического света.

Фотоколориметрические методы обеспечивают точность $\pm (1 - 3) \%$ отн.

Наиболее совершенные спектрофотометрические методы анализа характеризуются более высокой точностью $\pm (0,1 - 0,5) \%$ отн.

Фотометрические методы анализа основаны на поглощении света окрашенными растворами. При прохождении электромагнитного излучения через однородный слой вещества (раствор) часть его отражается, часть поглощается и часть излучения проходит через слой вещества (рисунок 1).



I_0 . –интенсивность падающего светового потока;

$I_{отр}$. – интенсивность светового потока, отражённого от границы раздела;

I – интенсивность светового потока, прошедшего через раствор.

Рисунок 1 – Схема распределения потоков при прохождении света через раствор

В соответствии с этой схемой падающий поток можно разложить на составляющие:

$$I_0 = I + I_{отр} + I_{погл},$$

где $I_{погл}$ – интенсивность светового потока, поглощённого раствором.

Для оценки степени поглощения исследуемого раствора, содержащего какое-либо соединение, проводят сравнение интенсивности потока излучения, проходящего сквозь этот раствор с интенсивностью потока излучения, проходящего сквозь раствор, поглощение которого принимают равным нулю – раствор сравнения.

Исследуемый – любой раствор, содержащий неизвестную концентрацию соединения, поглощение которого измеряют относительно раствора сравнения.

Для построения градуировочных графиков или для определения среднего молярного коэффициента поглощения готовят ряд эталонных растворов, т.е. растворов, содержащих известное количество определяемого соединения или элемента, в тех же условиях, в которых приготовлен исследуемый раствор.

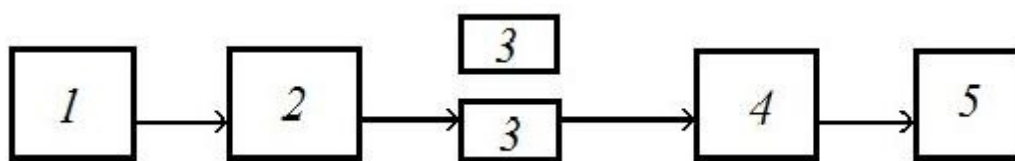
Необходимую концентрацию определяемого элемента в эталонных растворах создают добавлением стандартного раствора с точно известной концентрацией этого элемента. Конечные объемы всех эталонных и исследуемого растворов должны быть строго одинаковы, что необходимо для сравнения величин поглощения этих растворов. Растворы готовят в мерных колбах одинаковой емкости. Стандартные растворы готовят растворением соли определяемого элемента точного состава. Концентрацию соли в растворе для надежности определяют гравиметрическим или титриметрическим методом.

Стандартные растворы делят на исходные и рабочие. Исходные растворы как правило готовят в больших объемах и концентрациях с добавлением кислоты для предотвращения гидролиза, чтобы создать условия для их хранения. Рабочие растворы, имеющие более низкие концентрации по сравнению с исходными растворами готовят соответствующим разбавлением исходных растворов, в день использования.

Для изучения концентрации веществ используют фотоколориметры (рисунок 2) или спектрофотометры. Принципиальная схема спектрофотометра приведена на рисунке 3.



Рисунок 3 – Внешний вид фотоколориметра



1 – источник излучения; 2 – монохроматор; 3 – кюветы с исследуемым раствором и растворителем; 4 – приемник излучения; 5 – измерительное или регистрирующее устройство

Рисунок 3 – Блок-схема приборов для измерения поглощения излучения

3 План практической работы

Работа выполняется в группах по 2 человека.

Практическая работа производится в следующей последовательности.

1 Изучить теоретический материал, представленный в методических указаниях.

2 Привести определения следующих понятий: физические методы исследования; физико-химические методы исследования; химические методы исследования.

3 Дать краткое изложение:

- классификация физико-химических методов исследования;
- характеристика спектральных; электрохимических; термических и хроматографических методов;
- сущность фотометрических методов анализа;

- порядок определения концентрации вещества в растворе фотометрическими методами.

4. Оформить отчет.

Содержание отчета:

- 1) название работы;
- 2) цели;
- 3) определение понятий;
- 4) краткое изложение основных положений;
- 5) основные выводы.

5. Представить на проверку преподавателю отчет о выполнении практической работы. Ответить на контрольные вопросы.

4 Контрольные вопросы

1 Сравните физические; физико-химические и химические методы исследования.

2 Приведите особенности фотометрических методов анализа. Какие, на Ваш взгляд, эти методы имеют достоинства и недостатки?

3 Поясните принцип работы приборов для измерения поглощения излучения.

Библиографический список

1 Зекунов, А. Г. Управление качеством : учебник и практикум для СПО / А. Г. Зекунов ; под ред. А. Г. Зекунова. – Москва : Юрайт, 2018. – 475 с. – ISBN 978-5-9916-6222-2. – URL: <https://www.biblioonline.ru/bcode/425374> (дата обращения: 05.03.2019).

2 Зацепин, А. Ф. Методы и средства измерений и контроля: дефектоскопы : учеб. пособие для СПО / А. Ф. Зацепин, Д. Ю. Бирюков ; под науч. ред. В. Н. Костина. – Москва : Юрайт, 2019. – 120 с. – ISBN 978-5-534-10324-3. – URL: <https://www.biblio-online.ru/bcode/442520> (дата обращения: 05.03.2019).

3 Лифиц, И. М. Стандартизация, метрология и подтверждение соответствия : учебник и практикум для СПО / И. М. Лифиц. – 13-е изд., перераб. и доп. – Москва : Юрайт, 2019. – 362 с. – ISBN 978-5-534-08670-6. – URL: <https://www.biblio-online.ru/bcode/426016> (дата обращения: 05.03.2019).

4 Райкова, Е. Ю. Стандартизация, метрология, подтверждение соответствия : учебник для СПО / Е. Ю. Райкова. – Москва : Юрайт, 2019. – 349 с. – ISBN 978-5-534-08778-9. – URL: <https://www.biblioonline.ru/bcode/426465> (дата обращения: 05.03.2019).

5 Сергеев, А. Г. Стандартизация и сертификация : учебник и практикум для среднего профессионального образования / А. Г. Сергеев, В. В. Терегеря. — Москва : Издательство Юрайт, 2019. — 323 с. — (Профессиональное образование). — ISBN 978-5-534-04315-0. — Текст : электронный // ЭБС Юрайт [сайт]. — URL: <https://www.biblio-online.ru/bcode/433666> (дата обращения: 24.10.2019).

6 Управление качеством. Практикум : учеб. пособие для СПО / Е. А. Горбашко [и др.] ; под ред. Е. А. Горбашко. – 2-е изд., испр. – Москва : Издательство Юрайт, 2019. – 323 с. – ISBN 978-5-534-11511-6. – URL: <https://www.biblio-online.ru/bcode/445450> (дата обращения: 11.03.2019).