

Титульный лист методических  
рекомендаций и указаний,  
методических рекомендаций,  
методических указаний



Форма  
Ф СО ПГУ 7.18.3/40

Министерство образования и науки Республики Казахстан  
Павлодарский государственный университет им. С. Торайгырова  
Кафедра физики и приборостроения

## **МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ И УКАЗАНИЯ**

к лабораторным занятиям

по дисциплине Определение состава вещества

для студентов специальности 050604 - Физика

Лист утверждения методических  
рекомендаций и указаний,  
методических рекомендаций,  
методических указаний



Форма  
Ф СО ПГУ 7.18.3/41

**УТВЕРЖДАЮ**  
Проректор по УР  
\_\_\_\_\_ Пфейфер Н.Э.  
(подпись) (Ф.И.О.)  
« \_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

Составитель: доцен, к.ф.-м.н. \_\_\_\_\_ Сарымова Ш.Н.

Кафедра физики и приборостроения

## **Методические рекомендации и указания** к лабораторным занятиям

по дисциплине Определение состава вещества

для студентов специальности 050604 - Физика

Рекомендовано на заседании кафедры  
«\_18\_» \_\_\_\_\_ 08 \_\_\_\_\_ 2010\_г., протокол №\_1\_

Заведующий кафедрой \_\_\_\_\_ Биболов Ш.К. «\_\_\_\_\_»  
\_\_\_\_\_ 201\_\_г

Одобрено УМС факультета физики, математики и информационных  
технологий «\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 201\_\_г., протокол № \_\_\_\_\_

Председатель УМС \_\_\_\_\_ Муканова Ж.Г. «\_\_\_\_\_»  
\_\_\_\_\_ 201\_\_г

**ОДОБРЕНО ОПиМОУП:**  
Начальник ОПиМОУП \_\_\_\_\_ Варакута А.А. «\_\_\_\_\_»  
\_\_\_\_\_ 201\_\_г

Одобрена учебно-методическим советом университета  
«\_\_\_\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_г. Протокол № \_\_\_\_\_

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

### Определение длин волн спектральных линий и ошибки в определении длин волн

**Цель:** При помощи диафрагмы Гартмана рядом со спектром железа фотографируется спектр неизвестной пробы. При помощи спектропроектора или микроскопа МИР-12, зная длины волн близлежащих линий, находят длину волны неизвестного элемента, а по таблицам - элемент, которому она может принадлежать.

**Приборы и материалы:** Спектропроектор ПС-19, измерительный микроскоп МИР-12, фотопластинки со спектрограммой, линейка, таблицы, атласы.

Спектропроектор позволяет проводить большое количество определений без значительной утомляемости зрения. Кроме того, он дает возможность вести наблюдение одновременно несколькими лицами, измерение длин волн спектральных линий с небольшой точностью проводится с помощью спектропроектора и миллиметровой линейки. На экране спектропроектора измеряют расстояние между спектральными линиями. На линейке отсчитываются целые миллиметры, а десятые доли берутся на глаз. Искомая линия находится между двумя линиями с известными длинами волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ . Длина волны искомой линии вычисляется по формуле

$$\lambda_x = \lambda_1 - \frac{\lambda_1 - \lambda_2}{a} b \quad (1)$$

Для более точного измерения расстояния между линиями в спектре применяется измерительный микроскоп МИР-12.

#### Ход работы

1. Фотопластинку с измеряемым спектром поместить на столик спектропроектора эмульсией вверх таким образом, чтобы канты молекулярных полос находились слева. Сфокусировать спектр на экран. Поместить в поле зрения деления шкалы, соответствующие искомым линиям.

2. При помощи миллиметровой шкалы на фотопластинке и атласе найти в спектре пары достаточно интенсивных линий с известными длинами волн (например, линии меди  $\lambda_1=3274 \text{ \AA}$  и  $\lambda_2=3247 \text{ \AA}$ ). Линия определяемого элемента должна быть заключена между этими линиями.

3. Измерить линейкой расстояния между линиями  $\lambda_1$ ,  $\lambda_2$  и  $\lambda_x$ .

4. Вычислить длину волны по формуле (1).

Повторить измерения с помощью микроскопа МИР-12, для чего:

1. Поместить фотопластинку эмульсией вверх на предметный столик так, чтобы молекулярные полосы находились справа, отрегулировать освещение при помощи зеркала. Вращением объектива добиться четкого изображения спектра, а вращением окуляра - нитей перекрестия.

2. Нажав рукоятку, переместить столик со спектрограммой до появления в поле зрения необходимой группы линий. Вращением барабана линии точно установить на перекрестии.

3. Измерить расстояние между линиями, для чего перекрестие последовательно подводить под нужные линии, записывая показания шкал. (Целые миллиметры по шкале на столике, десятые и сотые - по барабанчику). Вычитая из одного показания другое, найти расстояние между линиями.

4. Вычислить длину волны по формуле (1).

5. Оценить возможную ошибку в определении длины волны, для чего необходимо знать линейную дисперсию спектрального прибора  $\frac{dl}{d\lambda}$  (Для прибора ИСП-28, ИСП-30) в интересующем нас интервале длин волн.

6. Определить погрешность в измерении расстояний на фотопластинке  $\Delta X$  (для спектропроектора величину делят на 20 - увеличение проектора).

7. По формуле  $\Delta\lambda = \Delta x \cdot \frac{d\lambda}{dl}$  находят ошибку в измерении длины волны.

8. По таблицам найти возможного "хозяина" определяемых линий.

9. Проверить по наиболее чувствительным и характерным линиям присутствие этого элемента.

10. Результаты представить в виде таблицы:

Длина волны анал. линии Å	Погрешность измерения длины волны	Элемент	Длина волны мешающих линий Å	Длины волн контрольных линий Å
---------------------------------	---	---------	---------------------------------------	---

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2 Количественный спектральный анализ

### Метод трех эталонов

При проведении количественных определений методом трех эталонов на одну фотопластинку фотографируются спектры эталонных образцов (не менее трех) и спектры исследуемых проб. Путем фотометрирования аналитических линий в спектрах эталонов и проб находится разность почернений этих линий  $\Delta S_{1эт}$ ,  $\Delta S_{2эт}$ ,  $\Delta S_{3эт}$ ,  $\Delta S_x$ . Затем по эталонам строится градуировочный график в координатах  $[\Delta S, \lg C]$  (рисунок),

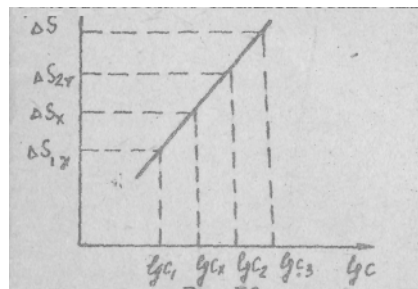


Рисунок - Градуировочный график.

$\Delta S$  - разность почернений аналитических линий для эталонов;  $C_1, C_2, C_3$  - концентрации определяемого элемента в эталонах; ...

Метод трех эталонов используется для количественных определений элементов в металлах и сплавах, порошковых пробах и растворах.

Достоинством этого метода является 1) простота; 2) быстрота определений при анализе малого количества неоднородных по составу проб; 3) хорошая точность.

Недостатки этого метода заключаются в том, что 1) при анализе большого количества исследуемых (особенно однородных по составу проб) метод становится громоздким; 2) использование этого метода приводит к большому расходу дорогостоящих эталонов.

### Анализ металлов и сплавов

**Цель:** Провести количественное определение олова, цинка, железа в сплавах меди, пользуясь эталонными образцами 100 комплекта для бронз. Количественные содержания определяемых элементов в эталонах приведены в таблице №9 (см. приложение).

**Оборудование:** спектрограф ИСП-28(30) с трехлинзовой системой освещения; искровой генератор ИГ-3; спектропроектор ПС-18; микрофотометр МФ-2.



## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3

### Стилоскопический анализ цветных металлов

В качестве примера стилоскопического анализа приводится работа по сортировке сплавов на медной, основе с помощью стилоскопа. Состав сплавов на медной основе весьма разнообразен. В качестве основных компонентов кроме меди могут входить цинк, свинец, олово, марганец, никель, алюминий, кремний и др. Если образцы имеют явно отличный количественный, а тем более качественный состав, то их легко распознать с помощью стилоскопа. Спектроскопические признаки для сортировки медных сплавов взяты из книги Свентицкого.

Таблица №1 Спектральные линии и признаки для определения олова

длина волны в Å	условные обозначения линий	соотношения интенсивности линий	содержание олова в %
Cu 4480,4	1	4=3	0,1
Cu 4507,5	2	4≥3	0,2
Cu 4513,2	3	4=2; 4<6	0,6
Cu 4524,7	4	4>2; 4≤6	1,0
Cu 4530,8	5	4=6; 4>2	1,5
Cu 4539,7	6	4=1	2,0
		4=5	6,0
		4≥5	8,0
		4>5	10,0

Таблица №2 – Спектральные линии и признаки для определения цинка

длина волны в Å	условные обозначения линий	соотношения интенсивности линий	содержание цинка в %
Cu 4651,1	1	6≤4	0,1
		6<5; 6=4	0,5
Cu 4674,8	2	6≤5; 6=2	1,0
Zn 4680,1	3	6≥5; 3=2	1,5
Cu 4697,5	4	3>2; 3=5	5,0
Cu 4704,6	5	3>5; 6≥1	10,0
Zn 4722,2	6	3=1; 6>1	12,0
		3≥1	15,0
		3>1	20,0
		3»1	более 20

Таблица №3 – Спектральные линии и признаки для определения марганца

длина волны в Å	условные обозначения линий	соотношения интенсивности линий	содержание марганца в %
Cu 4697,5	1	4<1; 5=6 4=1; 4<2	0,2 0,5
Cu 4707,6	2	4=2	1
Mn 4709,7	3	4>2; 3≥1	2
Mn 4754,0	4	3=2	2
Mn 4766,4	5	3≥2	6
Cu 4766,7	6	3>2	10

Таблица №4 – Спектральные линии и признаки для определения свинца

Pb 5005,4	1	1 едва видна 1«2	0,5 1,0
Cu 5016,6	2	1<2	2
		1≤2	4
		1=2	6
		1>2	8
		1»2	30

**Приборы и материалы:** стилоскоп СЛ-II (стилометр СТ-7,РО-102 образцы, атлас спектральных линий.

**Условия наблюдения:** дуга переменного тока - 4а, аналитический промежуток 2-3мм. Постоянный электрод из меди.

### Ход работы

1. Включить стилоскоп в сеть. Переключатель "Дуга"- "Искра" поставить в положение "Дуга", регулятор силы тока в положение 4а.
2. Зачистить образец и укрепить его на столике прибора. Установить необходимый аналитический промежуток
3. Включить прибор и по шкале прибора с помощью дисперсионной кривой отыскать нужный участок спектра.
4. Наблюдая в окуляр, найти необходимые аналитические линии и произвести оценку их относительной интенсивности.
5. Переместив спектр, произвести измерения для других элементов
6. Определить концентрацию элемента в данном образце.
7. Аналитические измерения провести для других образцов.
8. Определить марку сплава из которого изготовлены образцы.
9. Результаты анализа представить в виде таблицы.

Таблица 5-Таблица результатов анализа

№ образца	содержание элементов в %				марка сплава
	Sn	Zn	Pb	Mn	



## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

### Количественный анализ цветных сплавов с помощью стилометра

Количественный спектральный анализ можно производить визуально с помощью приборов, снабженных фотометрами - стилометров. Определение содержания в сплавах анализируемых веществ также, как и в полуколичественном анализе основано на сравнении интенсивностей спектральных линий. Для проведения анализа необходимо построить градуировочные графики (зависимости относительной интенсивности аналитической линии от концентрации) с помощью не менее, чем 3-х эталонов.

Таблица 1 - Гомологические пары линий для определения элементов в цветных сплавах

определяемый элемент	длина волны спектральных линий в Å	
	определяемого элемента	элемента сравнения
Цинк	Zn 4680,1	Cu 4651,1
Олово	Sn 4524,7	Cu 4539,7
Марганец	Mn 4754,0	Cu 4704,6
Никель	Ni 5080,5	Cu 5076,2
	Ni 4714,4	Cu 4651,1

**Приборы и материалы:** стилометр РО-102 с генератором, эталоны, исследуемые образцы.

**Условия наблюдения:** источник возбуждения - дуга, сила тока – 4-5а постоянный электрод из меди; аналитический промежуток 3-4мм.

### Ход работы

1. Подготовить прибор к работе, проверить тщательность заземления и правильность подключения к генератору дуги.
2. Закрепить в головке держателя постоянный электрод.
3. Эталон тщательно зачистить и поместить на металлической плите так, чтобы между ним и постоянным электродом образовался требуемый аналитический промежуток.
4. Включить дугу в осветительную систему, отрегулировать, добиваясь полного освещения входной диафрагмы прибора.
5. Наблюдая в окуляры, установить резкость и необходимое расстояние между окулярами.
6. Аналитическую линию определяемого элемента вывести на середину поля зрения.
7. Верхнюю половину спектра перемещать до тех пор, пока линии сравнения и аналитическая линия не окажутся на одной прямой.
8. Уравнять интенсивности линий и произвести отсчет по шкалам фотометрических клиньев.

9. Определить относительную интенсивность линии определяемого элемента  $I_x$
10. По паспорту эталонов определить концентрацию  $C$  определяемого элемента в данном эталоне.
11. Провести измерения для других эталонов (не менее 3-х).
12. Построить градуировочный график в координатах. Целесообразно пользоваться миллиметровкой с логарифмическим масштабом.
13. Провести измерения для исследуемого образца.
14. По графику найти концентрацию элемента в образце.
15. Аналогичные измерения провести для других элементов.
16. Результаты анализа представить в виде таблицы.

Таблица 2 - Результаты анализа

определяемый элемент	концентрация в %
----------------------	------------------