

*Алпысбаева Г.Ж., Антонова М.С. Химический анализ медно-никелевых сплавов // Академия педагогических идей «Новация». Серия: Студенческий научный вестник. – 2017. – № 05 (май). – АРТ 85-эл. – 0,2 п.л. - URL: <http://akademnova.ru/page/875550>*

### **РУБРИКА: ХИМИЧЕСКИЕ НАУКИ**

УДК 543.215.4/244.6

**Алпысбаева Гульжазира Жанибековна**

студентка 2 курса, химико-биологический факультет

e-mail: [qwertysimpleplan@mail.ru](mailto:qwertysimpleplan@mail.ru)

**Антонова Марина Сергеевна**

студентка 2 курса, химико-биологический факультет

e-mail: [marinangel97@mail.ru](mailto:marinangel97@mail.ru)

ФГБОУ ВО «Оренбургский государственный университет»

г. Оренбург, Российская Федерация

## **ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ МЕДНО-НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ**

*Аннотация:* В статье рассматриваются обработка методики определения никеля в определенном медно-никелевом сплаве, математическая обработка полученных результатов.

*Ключевые слова:* медно-никелевый сплав, диметилглиоксим, гравиметрический метод, титриметрический метод.

**Alpysbaeva Gulzhazira Zhanibekovna**

2nd student, faculty of chemistry and biology

e-mail: [qwertysimpleplan@mail.ru](mailto:qwertysimpleplan@mail.ru)

**Antonova Marina Sergeevna**

2nd student, faculty of chemistry and biology

e-mail: [marinangel97@mail.ru](mailto:marinangel97@mail.ru)

FGBOU VO "Orenburg state University"

Orenburg, Russian Federation

## CHEMICAL ANALYSIS OF COPPER-NICKEL ALLOYS

*Abstract:* the article discusses the treatment methods of determination of nickel in a copper-nickel alloy, the mathematical processing of the obtained results.

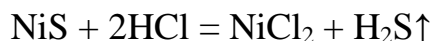
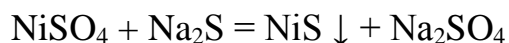
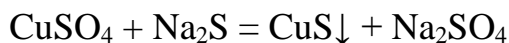
*Key words:* copper-nickel alloy, dimethylglyoxime, gravimetric method, titrimetric method.

Медно-никелевые сплавы — это сплавы на основе меди и никеля, содержащие никель в качестве главного легирующего элемента. Существуют различные марки данного вида сплава в зависимости от содержания меди и никели, а также присутствии различных примесей.

В данной работе рассматривается обработка методики определения никеля в модельном растворе, состав которой соответствует составу определенного медно-никелевого сплава — мельхиора марки МН-19 с соотношением меди и никеля 80: 19 ( $c(\text{NiSO}_4)= 0,1$  моль/л,  $c(\text{CuSO}_4)=0,5$  моль/л).

Использовали гравиметрический метод определения никеля с диметилглиоксимом, который основан на осаждении ионов никеля в аммиачной среде в виде малорастворимого внутрикомплексного окрашенного соединения.

Так как модельный раствор содержит ионы меди, которые дают окрашенный комплекс с диметилглиоксимом, целесообразно сначала отделить медь от никеля. Отделяли сульфидным методом. Для этого к раствору при нагревании приливали по каплям раствор сульфида натрия до слабощелочной реакции среды. Дали осадку отстояться в течение часа, затем декантировали раствор над осадком, и к смеси осадков меди и никеля прибавили концентрированную соляную кислоту до слабокислой реакции среды. При этом медь остается в виде осадка, а никель уходит в раствор. Далее, определяем концентрацию никеля в полученном растворе.



Отфильтровали через фильтр «красная лента», так как осадок сульфида меди мелкодисперсный. Фильтр промыли несколько раз соляной кислотой. Перенесли раствор в колбу на 100 мл.

Предполагается, что концентрация данного раствора равна 0,1 моль/л, учитывая количества веществ в приведенных реакциях.

Теоретическая масса никеля в растворе хлорида никеля равна:

$$m(\text{Ni}) = (m(\text{NiCl}_2) \times M(\text{Ni})) / M(\text{NiCl}_2);$$

$$m(\text{NiCl}_2) = c(\text{Ni}) \times M(\text{NiCl}_2) \times V_{\text{р-ра}};$$

$$m(\text{NiCl}_2) = 0,1 \text{ моль/л} \times 129,616 / \text{моль} \times 0,1 \text{ л} = 1,2962 \text{ г}$$

$$\text{Значит, } m(\text{Ni}) = (1,2962 \times 58,71) / 129,616 = 0,5871 \text{ г}$$

Если в 100 мл содержится 0,5871 г, то в 1 мл содержится 5,871 мг никеля.

Сделали 4 пробы: В первый раз осаждали аликвоту 10 мл. Аликвоту разбавили дистиллированной водой до 100 мл и нагревают до 80-90°C (не окисляли соляной кислотой, так как при отделении никеля от меди мы добавили избыток кислоты). Затем в стакан прибавили 2-3 мл 10% раствора аммиака (до слабого запаха) и 20 мл 1% спиртового раствора диметилглиоксима. Раствор с осадком отстаивался в течение часа. Проверили на полноту осаждения, добавляя по стенке стакана 2-3 капли раствора диметилглиоксима. Затем осадок отделили с помощью вакуум-насоса через плотный стеклянный фильтрующий тигель.

Осадок промыли 3-5 раз 1% раствором аммиака, 3-5 раз дистиллированной водой и сушили до постоянной массы в сушильном шкафу при 110°C. Масса полученного осадка составила 0,2804. Рассчитали массу никеля:  $X = (0,2804 \times 0,2032 \times 1000) / 10 = 5,6986$  мг/мл

Аналогично, осадил вторую и третью пробу аликвотой 10 мл. В итоге получили осадки с массами 0,2776 и 0,2788 с содержанием никеля соответственно 5,6408 мг/мл и 5,6652 мг/мл. Ошибка составила во второй пробе 3,93% и в третьей 3,52%.

Далее, осадил 1 мл исходного раствора и получили осадок массой 0,0282 г. Содержание никеля составило 5,7302 мг/мл с ошибкой 2,41%.

Результаты анализа приведены в таблице 1.

Таблица 1

| Номер пробы | Ошибка, % |
|-------------|-----------|
| 1           | 2,95      |
| 2           | 3,93      |
| 3           | 3,52      |
| 4           | 2,41      |

Далее, провели обратное титрование растворенного осадка с целью сравнения воспроизводимостей методов.

Осадок диметилглиоксимата никеля на стеклянном фильтре, полученный из 10 мл раствора, растворили в небольшом объеме горячей 2н. соляной кислоты с помощью вакуум-насоса и тщательно промыли фильтр водой. Перенесли растворенный осадок в колбу на 100 мл и довели до метки дистиллированной водой.

Титруем аликвоты объемами 2 мл, 5 мл, 7,5 мл, 10 мл из полученного раствора. Титрование провели, согласно методу, описанному в пункте 2.1.2.

Если в 1 мл исходного раствора содержится 2,936 мг никеля, то в 10 мл содержится 58,71 мг.

В 1 мл из 100 мл полученного раствора содержание никеля будет равно:

$$m(\text{Ni}) = (5,871 \times 10) / 100 = 0,5871 \text{ мг.}$$

В колбу для титрования переносим аликвоту  $V_{\text{ал}} = 2$  мл. Добавили 3 мл трилона Б с  $c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{-ЭДТА}) = 0,1$  моль/л, затем нейтрализовали едким натром по метиловому красному (то есть цвет раствора меняется от красного до слабо-оранжевого). Разбавили водой до 100 мл. Создали среду, добавив 2 мл аммиачного буферного раствора, затем индикатор эриохром черный Т. При

этом цвет раствора становится синим. Бюретку заполнили раствором сульфата магния с концентрацией 0,1 моль/л, приготовленный из фиксанала.

Титровали до перехода синей окраски в красную. При этом объем затраченного сульфата магния составил 2,85 мл.

Считаем содержание никеля в 2 мл раствора:

$$m(\text{Ni}) = (c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{-ЭДТА}) \times V(\text{Na}_2\text{-ЭДТА}) - c(\frac{1}{2}\text{MgSO}_4) \times V(\text{MgSO}_4)) \times M(\text{Ni})$$

$$m(\text{Ni}) = (0,1 \times 3 - 0,1 \times 2,8) \times 58,71 = 1,0012 \text{ мг}$$

Значит, в 1 мл содержится  $1,0012 = 0,5006$  мг никеля.

$$\Delta = (0,5871 - 0,5006) / 0,5871 \times 100\% = 14\%$$

Аналогично, титруем 5 мл, 7,5 мл и 10 мл раствора.

Данные титрования представлены в таблице 2.

Таблица 2

| $V_{\text{ал}}, \text{ мл}$ | $V(\text{MgSO}_4), \text{ мл}$ | $m(\text{Ni}) \text{ в } 1 \text{ мл}$ | $\Delta, \%$ |
|-----------------------------|--------------------------------|--|--------------|
| 5                           | 6,5                            | 0,5284                                 | 10           |
| 7,5                         | 8,5                            | 0,4904                                 | 16           |
| 10                          | 11,1                           | 0,5096                                 | 13           |

Для сравнения провели титрование 1 мл исходного раствора без осаждения и с осаждением.

В случае обратного титрования 1 мл исходного раствора было обнаружено, что в 1 мл содержится 5,280 мг. Ошибка составила 10%.

Данные титрования приведены в таблице 3.

Таблица 3

| $V_{ал}, \text{мл}$ | $V_{трилона}, \text{мл}$ | $V(\text{MgSO}_4), \text{мл}$ |
|---------------------|--------------------------|-------------------------------|
| 1                   | 4                        | 3,1                           |

При гравиметрическом определении мы осаждали 1 мл исходного раствора. Теперь мы его растворяем в колбе на 25 и, аналогично, титруем полностью этот раствор. В результате обнаружили, что в нем содержится 4,7552 мг никеля. То есть, можно сказать, что потери произошли во время осаждения и растворения.

Математическая обработка результатов химического эксперимента.  
Сравнение двух методов по воспроизводимости.

В практике химического анализа часто приходится сравнивать методы по воспроизводимости. Например, как и в нашем случае, одна и та же проба анализировалась разными методами. Были получены серии результатов (две выборочные совокупности). Необходимо выяснить, является ли различие дисперсий значимым (неслучайным), то есть действительно один из методов дает более воспроизводимые результаты, чем другой, или различие дисперсий имеет случайный характер. Эта задача решается с помощью F-критерия. Критические значения критерия Фишера приведены в таблице (приложение А) для уровня значимости  $\beta=0,05$ .

F-критерий позволяет при заданном уровне значимости определить, случайно ли различие двух дисперсий или значимо. Рассчитывают коэффициент  $F_{\text{эксп}}$  как отношение значений выборочных дисперсий:

$$F_{\text{эксп.}} = \frac{s_1^2}{s_2^2} = \frac{V_1}{V_2}$$

Полученное значение  $F_{\text{эксп.}}$  сравнивают с табличным значением критерия Фишера. Если  $F_{\text{эксп.}} \geq F_{\text{табл.}}$ , то различие двух дисперсий значимо, то есть результаты действительно различаются по воспроизводимости.

При определении содержания никеля (в мг на мл) в одной и той же пробе модельного раствора двумя разными методами химического анализа были получены следующие результаты:

Таблица 4

| Метод<br>хим. анализа | Среднее<br>значение<br>$\bar{x}$ | Число<br>степеней<br>свободы $f=n-1$ | Дисперсия,<br>$s^2$  |
|-----------------------|----------------------------------|--------------------------------------|----------------------|
| титриметрический      | 5,0746                           | 3                                    | $6,4 \times 10^{-3}$ |
| гравиметрический      | 5,6838                           | 3                                    | $3,8 \times 10^{-4}$ |

$$\text{Рассчитываем } F_{\text{эксп.}} = \frac{s_1^2}{s_2^2} = \frac{\frac{\sum_{i=1}^4 (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}{\frac{\sum_{i=1}^4 (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 16,8$$

Находим  $F_{\text{табл.}}$  для  $f_1 = 3$  и  $f_2 = 3$ .  $F_{\text{табл.}} = 9,3$

Сравниваем с  $F_{\text{эксп.}}$ :  $F_{\text{эксп.}} \geq F_{\text{табл.}}$ , то есть  $16,8 \geq 9,3$

Значит, действительно, методы различаются по воспроизводимости. Исходя из этого, можно сделать вывод, что наиболее точное определение никеля дает гравиметрический метод.



**Список использованной литературы:**

- 1 Крешков А. П., Ярославцев А. А. Курс аналитической химии. Книга первая/ Крешков А. П., Ярославцев А. А., М: Химия, 1974.- 496 с
- 2 Лурье Ю. Ю., Справочник по аналитической химии / Лурье Ю. Ю.- М: Химия, 4-ое издание, 1971.-456 с.
- 3 Мурашова В. И., Тананаева А. Н., Ховякова Р. Ф., Качественный химический подробный анализ / Мурашова В. И., Тананаева А. Н., Ховякова Р. Ф.-Москва: Химия, 1976 г. – 280 с.
- 4 Стряпков А. В., Минаева В. А., Григоренко Т. А. Математическая обработка результатов химического эксперимента/ Стряпков А.В.: учебное пособие.- Оренбург: ГОУ ОГУ, 2005.-166с. – ISBN 5-7410-0550-0.
- 5 Фадеева В. И. Шеховцова Т.Н., Иванов В.М. Основы аналитической химии. Практическое руководство: Учебн.пособие для вузов/ Фадеева В. И.– М:Высш.шк., 2001.- 463 с.- ISBN: 5-06-003833-5.
- 6 Цитович И.К. Курс аналитической химии. Учебник, 8-ое изд./ Цитович И.К., стер.- СПб.: Издательство «Лань», 2004.-496 с, ISBN : 5-8114-0553-7.

*Дата поступления в редакцию: 10.05.2017 г.*

*Опубликовано: 12.05.2017 г.*

*© Академия педагогических идей «Новация». Серия «Студенческий научный вестник», электронный журнал, 2017*

*© Алпысбаева Г.Ж., Антонова М.С., 2017*

**Всероссийское СМИ**

**«Академия педагогических идей «НОВАЦИЯ»**

**Свидетельство о регистрации Эл №ФС 77-62011 от 05.06.2015 г.**

**(выдано Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций)**

---

**Сайт:** [akademnova.ru](http://akademnova.ru)

**e-mail:** [akademnova@mail.ru](mailto:akademnova@mail.ru)