Основы качественного и количественного анализа 3 таксх-21 сделать конспект.

Лекция 1 тема **:Место пробоотбора в химическом анализе.**

Отбор пробы (пробоотбор) является первой стадией аналитического процесса. Погрешность при пробоотборе и пробоподготовке часто обусловливает общую погрешность определения компонента и делает бессмысленным использование высокоточных методов.

*Пробоотбор —* процедура, заключающаяся в отборе части вещества или материала с целью формирования пробы.

*Проба* — небольшая часть анализируемого объекта, средний состав и свойства которой должны быть идентичны во всех отношениях среднему составу и свойствам анализируемого объекта.

В зависимости от способа получения различают следующие *виды проб*:

* • *точечная* проба — количество вещества/материала, которое отбирается от объекта за одну операцию пробоотбора; это проба, которая отбирается непосредственно из объекта;
* • *генеральная (объединенная*) проба — проба, получаемая объединением точечных проб, отобранных от одного материала (партии).

Она может быть достаточно большой: от 1 до 50 кг, иногда даже до 5 т;

* • *лабораторная* проба — сокращенная генеральная проба, масса которой обычно составляет от 25 г до 1 кг;
* • *аналитическая* проба (проба *для анализа*) — сокращенная лабораторная проба, которую полностью и единовременно используют для проведения анализа. Аналитическая проба составляет часть лабораторной пробы, вторую ее часть используют для *предварительных исследований* образца, а третью хранят для проведения возможных *арбитражных* анализов при возникновении спорных ситуаций. Проба должна удовлетворять ряду *требований*:
  + 1) она должна быть *представительной* по отношению к объекту анализа, т.е. содержание определяемого компонента в анализируемой пробе должно отражать среднее содержание этого компонента во всем исследуемом объекте. Это предполагает, что проба должна быть однородной, а если она не является таковой, то ее следует сделать однородной путем измельчения, растирания, перемешивания идр.;
  + 2) проба должна быть *устойчивой,* т.е. во время транспортировки и хранения в ней не должно протекать каких-либо химических реакций. Для этого пробу консервируют, добавляя специальные реагенты. Например, пробу воды при анализе на содержание легколетучего гидразина консервируют добавлением серной кислоты;
  + 3) проба не должна содержать *никаких загрязнений —* ни из устройства пробоотбора, ни из материала контейнера, ни из консервирующего реагента. Погрешности, обусловленные внешними загрязнениями, особенно велики при определении следовых количеств компонентов;
  + 4) проба должна быть представлена в *количестве, достаточном для анализа.* Количество пробы, отбираемой для анализа, определяется погрешностями пробоотбора и требуемой точностью результатов. Чем выше погрешность пробоотбора и чем выше требования к точности, тем больше должна быть проба.

При пробоотборе следует принимать во внимание специфические свойства определяемого компонента (агрегатное состояние, одно- родность/неоднородность вещества/материала и др.). Летучесть, чувствительность к свету, термическая нестабильность, высокая химическая реакционная способность и др. — все это следует учитывать при разработке стратегии пробоотбора и выборе оптимального способа его осуществления.

*Приемы (способы) отбора пробы* зависят от природы объекта.

*Для гомогенных (однородных) систем* используют:

* • для *газов* — отбор при помощи вакуумных мерных колб, бюреток с запорной жидкостью, специальных ловушек, действие которых основано на конденсации при низких температурах или адсорбции анализируемых веществ на охлажденных сорбентах. Для отбора воздуха в полевых условиях используют адсорбирующие патрончики, из которых поглощенные активной поверхностью сорбента вещества в дальнейшем смывают подходящим растворителем;
* • для *жидкостей —* отбор при помощи пипеток, бюреток, мерных колб.

*Для гетерогенных* (*неоднородных*):

* • *газовых* систем (взвешенных частиц и аэрозолей) используют стеклянные или тефлоновые фильтры;
* • *жидких* систем используют два приема:
  + 1) *гомогенизация* (путем перемешивания и др.) и последующий *отбор* при помощи пипеток, бюреток, мерных колб;
  + 2) *разделение фаз* и последующий отбор при помощи пипеток, бюреток, мерных колб;
* *твердых* систем используют прием *гомогенизации* путем дро- бления/измельчения, просеивания, смешивания в специальных мельницах и ступках, растворения и последующего отбора. (Пробу усредняют после получения гомогенной фазы.)

*Порядок отбора пробы.* Пробы можно отбирать периодически или

непрерывно.

При *периодическом отборе пробы* величину интервалов времени между отбором отдельных проб устанавливают в зависимости от специфики процесса и от требуемого потока информации.

При *непрерывном отборе пробы* осуществляется постоянный отвод потока пробы от общего потока вещества/материала в каком-либо процессе. Этот порядок применяют при непрерывном анализе (например, при аналитическом контроле технологических процессов, экологическом контроле и т.п.). При этом осуществляется непрерывное транспортирование анализируемой среды относительно чувствительного элемента измерительного устройства; одновременно проводится и ее подготовка к анализу.

Любое аналитическое определение включает 4 этапа:

-пробоотбор

-пробоподготовка

-собственно химический анализ

-статистическая обработка результатов анализа

Комплекс операций на этапах пробоотбора и пробоподготовки называется *опробованием*.

Общая погрешность результатов анализа партии материала равна сумме погрешностей на каждом из этапов:

S2общ = S2проботбора + S2пробоподг + S2анализа

Если S2анализа ≤ S2опроб/3, то погрешность результатов определяется практически погрешностью пробоотбора, какие бы точные методы ни использовались (*критерий ничтожных погрешностей).*

На практике работа при любом аналитическом исследовании начинается с отбора проб. Необходимость пробоотбора объясняется тем, что при добыче ископаемых и в производственных процессах участвуют большие количества материалов, нередко десятки или сотни тонн, в то время как в аналитическую лабораторию поступает сравнительно небольшое количество материала, обычно не более 1-2 кг, а аналитические навески обычно составляют от десятых грамма до

Поэтому возникает необходимость во взятии из огромной массы исследуемого объекта небольшого количества материала для определения его химического состава, т.е. необходимо провести отбор так называемой *средней пробы*.

Методы пробоотбора зависят:

1) от агрегатного состояния материала,

2)от характера материала (сыпучий, кусковой, монолит),

3)степени его однородности

4)от того, поступает ли материал в упаковке (таре) или без упаковки.

5)от того, находится ли материал в движении (на ленте транспортера, поступает по трубам, перевозится в вагонах, на

баржах и др) или неподвижен (в штабелях, отвалах, отстойниках, находится в вагонах),

6) от задачи анализа (определение среднего содержания одного или нескольких компонентов, распределение компонентов по глубине слоя, изменение содержания во времени и др.),

7) от требований по достоверности установления химического состава и других требований.

При отборе проб необходимо учитывать все эти факторы. Для каждого конкретного материала обычно имеются разработанные правила и приемы пробоотбора, которые установлены в ГОСТ, ТУ, или специальных инструкциях. Отбор проб необходимо проводить в точном соответствии с НД.

**Виды проб**

**Генеральная** (первичная, начальная, общая, суммарная, объединенная, исходная) проба – характеризует данную партию материала, получают объединением необходимого числа точечных проб.

**Точечная проба** (разовая, частная, единичная) – часть партии материала, которую отбирают за один прием из разных точек партии и их различных по глубине слоев в определенных момент времени.

Поскольку масса отобранной генеральной пробы почти всегда бывает значительной (несколько сотен кг, 2-3% от общего количества материала), то ее подвергают ***разделке*** *(операции дробления, перемешивания, сокращения).*

**Промежуточные средние пробы** получаются при использовании одного или нескольких циклов разделки. Их разделывают так же как генеральную пробу, в результате чего их масса уменьшается, пока не будет получена ***готовая проба (средняя, сокращенная, товарная).***

*Путем сокращения готовой пробы получают****лабораторную пробу и контрольную пробу.***

***Лабораторная (паспортная, сертификатная) проба****– конечная промежуточная проба или, другими словами, сокращенная генеральная проба, поступающая в лабораторию на анализ.*

*Ее состав должен быть тождественен среднему составу как всех промежуточных и генеральной пробы, так и всей партии материала. Ее масса в среднем колеблется от нескольких десятков грамм до 2 кг.*

***Контрольная проба (арбитражная, архивная, дубликатная, резервная***) – хранится у поставщика в течение 1-2 месяца на случай проведения повторных, арбитражных или других контрольных испытаний.

Пробы хранят в герметично закрывающихся сосудах и спецшкафах, в условиях, исключающих воздействие света, влаги, кислорода, которые могут вызвать в пробах изменения.

Для предотвращения порчи проб используют различные способы консервации (подкисление, хранение в холодильниках). Если в пробе при хранении происходят изменения, устанавливают срок годности.

При проведении пробоотбора составляют **рабочий план**, в котором указывают:

-назначение (цель) пробоотбора,

- массу генеральной пробы;

-способ отбора и количество точечных проб,

-описание методики пробоподготовки,

-максимальный размер частиц в конечной пробе,

-число проб,

-упаковку проб для анализа,

-другие данные (по необходимости).

Лекция 2 тема: **Отбор проб от сыпучих материалов ( на субботу)**

Сыпучие материалы редко бывают однородными.

**Причины неоднородности:**

-при добыче полезных ископаемых к ним всегда примешивается пустая порода;

-крупные и мелкие куски могут иметь неодинаковый состав;

-может происходить расслаивание материала (сегрегация), например из-за тряски при транспортировке (крупные куски ближе к поверхности, мелкие – внизу) или при насыпании (крупные собираются у основания кучи, мелкие в середине);

-химические изменения при хранении (окисление кислородом с поверхности, поглощение влаги, выветривание)

При отборе пробы необходимо сохранить соотношение между крупными и мелкими кусками такое же, как в исходном материале.

Для определения числа необходимых точечных проб, отбираемых от большой партии материала, часто используют эмпирические формулы. Например,

*N = C √Q*

Где *N* – число точечных проб, *C* – коэффициент однородности (от 1,5 до 3), *Q* – масса партии.

Наиболее распространенный метод отбора проб из штабеля или отвала – метод вычерпывания, при котором всю поверхность разбивают на участки взаимно перпендикулярными линиями. Лопатой, совком или щупом отбирают порции материала в шахматном порядке.

Другие способы пробоотбора:

- метод фракционного пробоотбора (например, отбирают каждую десятую лопату);

- сбрасывание материала с транспортера через определенные промежутки времени;

- специальные автоматические пробоотборные устройства (для транспортеров)

[Особым случаем](https://www.chem21.info/info/287198) [отбора пробы](https://www.chem21.info/info/18573) [является метод](https://www.chem21.info/info/1887795) без взятия стружки, применяемый в [анализе черных](https://www.chem21.info/info/650189), цветных и [драгоценных металлов](https://www.chem21.info/info/471989) и их сплавов. [Бесстружковый метод](https://www.chem21.info/info/219706) основан на [растворении металлов](https://www.chem21.info/info/10545) непосредственно на поверхности детали и удобен в тех случаях, когда взятие стружки портит деталь или когда детали настолько малы, что невозможно взять стружку. Способ [отбора твердых проб](https://www.chem21.info/info/215766) [сильно различается](https://www.chem21.info/info/616639) в зависимости от типа, формы и [общего количества](https://www.chem21.info/info/25991) анализируемого материала, [равномерности распределения](https://www.chem21.info/info/365096) в нем определяемых компонентов. Он может включать такие операции, как дробление ([горные породы](https://www.chem21.info/info/8697), минералы), размалывание (руды), измельчение (почвы),распиливание и высверливание (металлы, сплавы), просеивание, смешение, разделение иа фракции и др. Однако независимо от способа пробоотбора важно,   
  
    Для амальгамирования используется трижды перегнанная ртуть. Расход ртути на [один анализ](https://www.chem21.info/info/41565) 200—250 мл. [Время анализа](https://www.chem21.info/info/39465) одной пробы 1 час. [Среднее содержание](https://www.chem21.info/info/1104337) кислорода, полученное из 19 анализов одной партии, составило 4,2-10 %. [Ошибка метода](https://www.chem21.info/info/189519) около 10%. Для [жидкого сплава](https://www.chem21.info/info/1497826) калия с [натрием среднее](https://www.chem21.info/info/263868) [содержание кислорода](https://www.chem21.info/info/80548) составило 2,8-10" % (табл. 1). Существенную [часть работы](https://www.chem21.info/info/1518755) представляет [отбор пробы](https://www.chem21.info/info/18573), поскольку [щелочные металлы](https://www.chem21.info/info/6862) обладают большой [реакционной способностью](https://www.chem21.info/info/9287) по отношению к влаге и [кислороду воздуха](https://www.chem21.info/info/17642). [Отбор пробы натрия](https://www.chem21.info/info/838650) производился под [слоем предварительно](https://www.chem21.info/info/1549017) осушенной [инертной жидкости](https://www.chem21.info/info/49643). Для этой цели был выбран нонан, который не реагирует с натрием и обладает достаточно [высокой температурой кипения](https://www.chem21.info/info/1857176) (150,7°). [Натрий плавился](https://www.chem21.info/info/368154) под слоем нонана и отбирался в [стеклянную ампулу](https://www.chem21.info/info/376860)  [медицинским шприцем](https://www.chem21.info/info/1261712). Концы ампулы оставались заполненными нонаном. В таком [виде проба](https://www.chem21.info/info/1496106) быстро переносилась в экстрактор. [Отбор проб жидкого](https://www.chem21.info/info/647329) [сплава калия](https://www.chem21.info/info/370402) с натрием производился под вакуумом. Для этого гребенка с ампулами из [тонкого стекла](https://www.chem21.info/info/1267239) присоединялась к баллону со сплавом (рис. 3). [После откачки](https://www.chem21.info/info/1644166) гребенки сплав переливается в ампулы, которые затем отпаиваются и [**[c.93]**](https://www.chem21.info/page/015004219058137222037162071066063247234241011198) [Отбор проб металлов](https://www.chem21.info/info/18880) а сплавов. Пробу таких материалов отбирают путем распиливания, дробления или высверливания. Как правило, нельзя полагать, что стружка с [поверхности металла](https://www.chem21.info/info/140386) будет достоверно отражать состав [всей](https://www.chem21.info/info/1469882) [массы проба](https://www.chem21.info/info/739832) [должна быть](https://www.chem21.info/info/1633404) отобрана из [внутренней части](https://www.chem21.info/info/168702) куска и с поверхности. Из болванки или слитка металла [представительную пробу](https://www.chem21.info/info/10431) [можно получить](https://www.chem21.info/info/1715115), распиливая кусок поперек через регулярные промежутки и отбирая опилки . Можно образец просверлить через равномерные промежутки и собрать стружку. Сверло должно или полностью [проходить через](https://www.chem21.info/info/336204) блок, или половину пути с одной стороны, а другую— с противоположной. Затем стружку измельчают и перемешивают или сплавляют в [графитовом тигле](https://www.chem21.info/info/1022314). В последнем случае [можно получить](https://www.chem21.info/info/1715115) гранулированную пробу, выливая расплав в дистиллированную воду.  
  
    [Изучение химического](https://www.chem21.info/info/306254) состава [исходного сырья](https://www.chem21.info/info/17618) (руд, концентратов), [промежуточных продуктов производства](https://www.chem21.info/info/1525658) (электролитов, пульп, [растворов различного](https://www.chem21.info/info/122060) состава), [готовой продукции](https://www.chem21.info/info/680787) (металлов, сплавов и т. д.), вспомогательных материалов (воды, реактивов и т. п.) осуществляется путем [аналитического контроля производства](https://www.chem21.info/info/622779). [Анализ выполняется](https://www.chem21.info/info/1683835) по [утвержденным схемам](https://www.chem21.info/info/185946), в которых указаны [объекты анализа](https://www.chem21.info/info/140666), определяемые компоненты, [диапазон определения](https://www.chem21.info/info/1532410) их содержаний, [точки отбора пробы](https://www.chem21.info/info/393514), периодичность анализа, методика анализа.  Резцы могут быть изготовлены из стали для высокоскоростного резания и [литых сплавов](https://www.chem21.info/info/165271). Такие резцы применяют при [отборе проб](https://www.chem21.info/info/18573) чистых ниобия и тантала. Для [некоторых сплавов](https://www.chem21.info/info/1515378) этих металлов и вольфрама необходимо использовать резцы из карбида вольфрама.   [Техника работы](https://www.chem21.info/info/23901) при [анализе сплавов различна](https://www.chem21.info/info/1830404) в зависимости от решаемой задачи. Например, при [анализе готовых](https://www.chem21.info/info/651009) [изделий большого](https://www.chem21.info/info/1661514) размера производится предварительный электроискровой [отбор пробы](https://www.chem21.info/info/18573). Образец [небольшого размера](https://www.chem21.info/info/1373070) используется как электрод, противоэлектрод в этом случае — [угольный стержень](https://www.chem21.info/info/583250) или стержень из [чистого металла](https://www.chem21.info/info/157735) (алюминия, меди, железа). Этим методом нельзя пользоваться при [анализе легкоплавких металлов](https://www.chem21.info/info/880036) и сплавов. Для [изучения распределения](https://www.chem21.info/info/1873243) включений и примесей в сплавах и для [анализа покрытий](https://www.chem21.info/info/623808) применяют локальный анализ [51-53]. [**[c.117]**](https://www.chem21.info/page/203251221061102229060092225052119180149183058185)  
  
    Разработанный [радиохимический метод определения](https://www.chem21.info/info/157601) малых [скоростей растворения металлов](https://www.chem21.info/info/581696) основан на предварительной [нейтральной активации](https://www.chem21.info/info/1376848) электродов в [ядерном реакторе](https://www.chem21.info/info/16928) и [определении скорости](https://www.chem21.info/info/9272) [перехода образующихся](https://www.chem21.info/info/1647022) при этом радиоизотопов в раствор в [условиях испытания](https://www.chem21.info/info/14444) [путем периодического](https://www.chem21.info/info/1845374) [отбора проб](https://www.chem21.info/info/18573) электролита и анализа их с помощью многоканальных [сцинтилляционных гамма-спектрометров](https://www.chem21.info/info/950600). [Применение гамма](https://www.chem21.info/info/1118535)-спектрометров обеспечивает [высокую чувствительность](https://www.chem21.info/info/122870), [селективность измерений](https://www.chem21.info/info/1667255) и в ряде случаев позволяет определять [парциальные скорости](https://www.chem21.info/info/74857) [растворения компонентов](https://www.chem21.info/info/1569270) сложных сплавов.   
  
    [Общелабораторные принадлежности](https://www.chem21.info/info/1680101). В [лаборатории необходимо](https://www.chem21.info/info/1055675) иметь напильник для [получения небольшого количества](https://www.chem21.info/info/1519178) опилок с поверхности исследуемых [металлических предметов](https://www.chem21.info/info/1043381). Напильником не следует пользоваться для [отбора проб](https://www.chem21.info/info/18573) свинец-и оловосодержащих  сплавов, так как напильник в таких случаях очень Загрязняется. Для этой цели лучше снимать небольшую тонкую [стружку металла](https://www.chem21.info/info/583699) с помощью перочинного ножа или бритвы.   
  
    [Отбор твердых проб](https://www.chem21.info/info/215766), в общем, сводится к следующему. Дробление — при [анализе горных пород](https://www.chem21.info/info/623415), минералов, размалывание — при анализе руд, измельчение — при [анализе почвы](https://www.chem21.info/info/377187), распиливание и высверливание — при [анализе металлов](https://www.chem21.info/info/19291) и их сплавов, а также просеивание, смешение, разделение на фракции и др. [Отбор пробы](https://www.chem21.info/info/18573) для [твердых веществ](https://www.chem21.info/info/2804) осуществляют [методом квартования](https://www.chem21.info/info/5445) (берут каждую [четвертую часть](https://www.chem21.info/info/799355) или две четверти первоначально подготовленной пробы) или в шахматном порядке. Следует обратить внимание на то, чтобы при [отборе пробы](https://www.chem21.info/info/18573) не [изменялся состав](https://www.chem21.info/info/1389385) анализируемого вещества, и еще до [проведения анализа](https://www.chem21.info/info/18518) определить в [пробе содержание](https://www.chem21.info/info/1121136) воды. [**[c.109]**](https://www.chem21.info/page/182152098184031235084108156250030137187008003044)  
  
    [Размер большой](https://www.chem21.info/info/328596) пробы. С [точки зрения](https://www.chem21.info/info/249986) удобства и экономии желательно, чтобы [размер большой](https://www.chem21.info/info/328596) пробы не превышал абсолютно необходимого. [Размер пробы](https://www.chem21.info/info/40390) в [основном определяется](https://www.chem21.info/info/1470792) 1) [допустимой ошибкой](https://www.chem21.info/info/8242) в различии состава пробы и целого, 2) [степенью неоднородности](https://www.chem21.info/info/197341) материала, из которого отбирают пробу, и 3) [размером частиц](https://www.chem21.info/info/4442), с которого начинается неоднородность. Учет последнего [фактора позволяет](https://www.chem21.info/info/1435596) избежать отбора слишком [большой пробы](https://www.chem21.info/info/522286). В хорошо перемешанных [растворах газа](https://www.chem21.info/info/15680) или [жидкости неоднородность](https://www.chem21.info/info/1910720) существует только на молекулярном уровне и [минимальный размер](https://www.chem21.info/info/895777) [большой пробы](https://www.chem21.info/info/522286) определяется лишь [размером молекул](https://www.chem21.info/info/3799). Иная ситуация возникает при [отборе пробы](https://www.chem21.info/info/18573) [некоторых твердых веществ](https://www.chem21.info/info/911102), таких, как руды или почвы. В таких материалах [отдельные части](https://www.chem21.info/info/1849049) могут различаться по составу. Здесь неоднородность возникает на уровне [частиц размером](https://www.chem21.info/info/4442) порядка сантиметра и более. [Промежуточными между](https://www.chem21.info/info/502137) этими крайними случаями являются коллоиды и затвердевшие металлы. В первом случае неоднородность возможна скорее на уровне [частиц дисперсной фазы](https://www.chem21.info/info/8663) обычно они имеют размер порядка 10 см или менее. В [сплавах неоднородность](https://www.chem21.info/info/1606924) обычно наблюдается среди зерен кристаллов. [**[c.204]**](https://www.chem21.info/page/019184181252200007080041055224044038113248163148)  
  
    Следовательно, отбору и [подготовке пробы](https://www.chem21.info/info/40268) необходимо уделять максимум внимания, ибо без [этого применение](https://www.chem21.info/info/201119) даже самых совершенных способов и приемов анализа на самом [современном оборудовании](https://www.chem21.info/info/1454605) может дать совершенно ложный результат. Непосредственное [выполнение анализа](https://www.chem21.info/info/470157) начинается с момента правильного пробоотбора и [качественной подготовки](https://www.chem21.info/info/1498553) отобранного материала к анализу. [Правила выполнения](https://www.chem21.info/info/472615) этих [операций обычно](https://www.chem21.info/info/1758330) устанавливают только после изучения конкретных свойств анализируемых объектов. Рассмотрим, например, пробоотбор в [условиях работы](https://www.chem21.info/info/139845) [плавильной печи](https://www.chem21.info/info/21369). В нее загружено 10—30 т сырья на [алюминиевой основе](https://www.chem21.info/info/1651545). Это сырье сравнительно легкоплавкое, характеризуемое малым [удельным весом](https://www.chem21.info/info/49939). Если для [получения сплава](https://www.chem21.info/info/519149) определенного состава в этот [жидкий металл](https://www.chem21.info/info/71621) [вводят более](https://www.chem21.info/info/1850874) тугоплавкую присадку с большим [удельным весом](https://www.chem21.info/info/49939) (медь, марганец и пр.), то она осядет на дно ванны. Поскольку [температура металла](https://www.chem21.info/info/63915) недостаточна для расплавления присадки, она медленно будет распространяться по составу сплава. Если [отбор пробы](https://www.chem21.info/info/18573) выполнить преждевременно при плохом перемешивании расплава, то [состав пробы](https://www.chem21.info/info/147654) не отразит [средний состав](https://www.chem21.info/info/173233) металла в печи. Если металл слить, то в [начальный период](https://www.chem21.info/info/594669) разлива с нижнего объема ванны пойдет металл, обогащенный до 8—12% присадкой вместо расчетных 7%, а к концу разлива (когда сливается уже верхний обьем) концентрация его будет ниже нормы (порядка 4—5%). Если разлив выполнять начиная с верхнего объема, картина станет обратной. [Разлив металла](https://www.chem21.info/info/1777002) в обоих этих случаях отразит эффект расслаивания компонентов по [удельному весу](https://www.chem21.info/info/49939). Аналогичное [явление наблюдается](https://www.chem21.info/info/72583) и при добавках в этот сплав [более легкого](https://www.chem21.info/info/1603802) по [удельному весу](https://www.chem21.info/info/49939) кремния, который всплывает на поверхность ванны и окисляется. За [**[c.140]**](https://www.chem21.info/page/167089151255073083090230154018023155167068066150) [Отбор средней пробы](https://www.chem21.info/info/1692695) металла или сплава часто оказывается таким же сложным делом, как [отбор средней пробы](https://www.chem21.info/info/1692695) руды. В большей или меньшей степени, но практически всегда имеет [место неоднородность](https://www.chem21.info/info/364987) (сегрегация) металла. Кроме того, окончательно отобранную [среднюю пробу](https://www.chem21.info/info/5542) нельзя, как правило, измельчить до такой степени, чтобы устранить ее неоднородность. Это хорошо иллюстрируется теми трудностями при [отборе проб](https://www.chem21.info/info/18573), которые вызываются присутствием графита в чугунах и хрупких компонентов в подшипниковых сплавах.   
  
    От [многих других](https://www.chem21.info/info/1633379) [методов эмиссионный спектральный анализ](https://www.chem21.info/info/1153094) отличается универсальностью, поскольку почти все его приемы и условия мало изменяются в зависимости от исследуемого материала. [Методики анализа](https://www.chem21.info/info/5460) разнородных материалов во многом похожи — различаются они чаще всего лишь [способами подготовки](https://www.chem21.info/info/858701), отбора и [введения пробы](https://www.chem21.info/info/426214) в [источник света](https://www.chem21.info/info/128501) и [приготовлением стандартных](https://www.chem21.info/info/433675) образцов. Эти процедуры, однако, настолько тесно увязаны со свойствами материалов, что в виде самостоятельных выделились такие разделы [спектрального анализа](https://www.chem21.info/info/5087), как [анализ сплавов](https://www.chem21.info/info/161989) и металлов, анализ руд, [горных пород](https://www.chem21.info/info/8697) и минералов, [анализ силикатов](https://www.chem21.info/info/172802), [анализ газовых](https://www.chem21.info/info/39521) смесей. Каждому такому разделу посвящены отдельные пособия и руководства, в которых рассматриваются [теоретические основы метода](https://www.chem21.info/info/688792) и даются сами методики анализа.   
  
    [Сплавы твердые](https://www.chem21.info/info/4955), материалы керамические инструментальные. [Правила приемки](https://www.chem21.info/info/996324) и [методы отбора проб](https://www.chem21.info/info/390474) [Порошки металлические](https://www.chem21.info/info/329612). [Определение текучести](https://www.chem21.info/info/948635) Порошки из сплавов для наплавки. [Технические условия](https://www.chem21.info/info/94974) [Металлы высокой](https://www.chem21.info/info/20397) и [особой чистоты](https://www.chem21.info/info/109857). [Общие требования](https://www.chem21.info/info/665735) к методам анализа  Металлы и сплавы. [Обычно металлы](https://www.chem21.info/info/1358646) и сплавы опробуются сверлением 2-MM сверлом, б з [применения смазки](https://www.chem21.info/info/617129). Перед [отбором пробы](https://www.chem21.info/info/18573) [поверхность металла](https://www.chem21.info/info/140386) очищается от загрязнений. [Часто применяется](https://www.chem21.info/info/1472089) шаблон для сверления в опре деле ином порядке.   
  
    ГОСТ 24231-80. [Цветные металлы](https://www.chem21.info/info/64630) и сплавы. [Общие требования](https://www.chem21.info/info/665735) к отбору и [подготовке проб](https://www.chem21.info/info/40268) для [химического анализа](https://www.chem21.info/info/2792). М. Изд-во стандартов, 1980.   
  
    ГОСТ 28053-89. Стружка [цветных металлов](https://www.chem21.info/info/64630) и сплавов. [Методы отбора](https://www.chem21.info/info/102174), [подготовки проб](https://www.chem21.info/info/40268) и [методы испытаний](https://www.chem21.info/info/62769). М. Изд-во стандартов, 1989.   
  
    [Отбор средней пробы](https://www.chem21.info/info/1692695) при [анализе алюминиевых сплавов](https://www.chem21.info/info/1543897) — очень ответственная операция. Объясняется это тем, что в процессе остывания и [кристаллизации сплава](https://www.chem21.info/info/1073152) происходит [неравномерное распределение](https://www.chem21.info/info/30780) [некоторых компонентов](https://www.chem21.info/info/1455979) сплава по [сечению отливки](https://www.chem21.info/info/1273778) и по ее высоте. Явление это, называемое ликвацией, оказывает [большое влияние](https://www.chem21.info/info/1598210) на качество и свойства металла.   
  
    При [анализе применяются](https://www.chem21.info/info/1454504) визуальные, спектрографические и спектрофотоэлектрические методы. В [качестве источников](https://www.chem21.info/info/627804) возбуждения используются [различные типы](https://www.chem21.info/info/25662) [искровых разрядов](https://www.chem21.info/info/94135) и [дуги переменного тока](https://www.chem21.info/info/21390). Для [анализа включений](https://www.chem21.info/info/860331) и [покрытий применяется](https://www.chem21.info/info/1695496) [микроискра](https://www.chem21.info/info/1072602), а также лазерный [отбор пробы](https://www.chem21.info/info/18573) с последующим ее анализом. Если проба (металл, сплав) [небольшого размера](https://www.chem21.info/info/1373070) используется как электрод, иротивоэлектродом в этом случае служит [угольный стержень](https://www.chem21.info/info/583250) или стержень из [чистого металла](https://www.chem21.info/info/157735) (алюминия, меди, железа). Этим методом нельзя воспользоваться при [анализе легкоплавких металлов](https://www.chem21.info/info/880036) и сплавов.  
  
    [Учебное пособие](https://www.chem21.info/info/440166) составлено в соответствии с программой по [аналитической химии](https://www.chem21.info/info/5121) для студентов [химических факультетов](https://www.chem21.info/info/1516234) уни-всрсптетоЕ. В нем рассматриваются [методы анализа природного](https://www.chem21.info/info/536731) сырья ([нерудных ископаемых](https://www.chem21.info/info/658319), руд, природных вод) и [технологических продуктов](https://www.chem21.info/info/150978) (сталей, чугупов, ферросплавов, [сплавов цветных металлов](https://www.chem21.info/info/64630)). Описаны [способы отбора проб](https://www.chem21.info/info/587738), вскрытия анализируемых объектов, разделения и концентрирования определяемых элементов. Приведены [наиболее часто](https://www.chem21.info/info/1456324) используемые [схемы анализа](https://www.chem21.info/info/18510) и важнейшие [современные методы определения](https://www.chem21.info/info/1648478) элементов. Уделено внимание вопросам экологии, [анализу загрязнений](https://www.chem21.info/info/142023) в [объектах окружающей](https://www.chem21.info/info/1020993) среды.   
  
    [Методы отбора пробы](https://www.chem21.info/info/390474), как и ее сокращение, в сильной мере зависят от анали.чируемого материала. ] азличают [методы отбора пробы](https://www.chem21.info/info/390474) кусковой или [сыпучей массы](https://www.chem21.info/info/1812244), металлов и сплавов, пульпы и жидкости, газов. Методика [отбора средней пробы](https://www.chem21.info/info/1692695) во всс.х случаях разная. Например, при [анализе металлов](https://www.chem21.info/info/19291) и сплавов, минералов и руд, [горных пород](https://www.chem21.info/info/8697), углей [методики отбора проб](https://www.chem21.info/info/1610221) [сильно различаются](https://www.chem21.info/info/616639). [Отбор средней пробы](https://www.chem21.info/info/1692695) неоднородных материалов представляет большие трудности. [Методы отбора проб](https://www.chem21.info/info/390474) описаны в спецр.аль-ной литературе. [Ниже очень](https://www.chem21.info/info/1619717) кратко рассмотрены применяемые методы. Они, как правило, сводятся к двум стадиям 1) приготовлению генеральной (первичной) пробы 2) [сокращению первичной пробы](https://www.chem21.info/info/1675282) до средней лабораторной (паспортной) пробы. [**[c.631]**](https://www.chem21.info/page/202100167156013140226243148227126153246251200142) [БЕССТРУЖКОВЫЙ АНАЛИЗ](https://www.chem21.info/info/76121), [метод качеств](https://www.chem21.info/info/208038), и количеств. [анализа металлов](https://www.chem21.info/info/19291) и сплавов без предварит, [отбора пробы](https://www.chem21.info/info/18573) (без взятия стружки). При [анализе сплавов](https://www.chem21.info/info/161989) цветньк и [черных металлов](https://www.chem21.info/info/6861) одну или [неск](https://www.chem21.info/info/121320). капель к-ты или др. р-рителя помещают на тщательно очищенную пов-сть исследуемого образца, огражденную парафиновым бортиком. По окончании р-ции р-р отбирают капилляром и переводят в пробирку. Если остаются нерастворимые частицы (напр., карбиды), их счищают с пов-сти палочкой, переводят в р-р с помощью того же р-рителя при нагревании или др. р-рителя (иногда [после сплавления](https://www.chem21.info/info/737216) со щелочами) и присоединяют к осн. р-ру. При [анализе сплавов благородных металлов](https://www.chem21.info/info/1613551) образец обрабатывают 1-3 мл [царской водки](https://www.chem21.info/info/1588) при 90-100°С [массу растворившегося](https://www.chem21.info/info/12536) сплава находят взвешиванием образца до и [после обработки](https://www.chem21.info/info/268982). Полученные р-ры анализируют. [**[c.283]**](https://www.chem21.info/page/221119241183041056220120161121176069050244048153)  
  
    Сама по себе процедура [отбора проб](https://www.chem21.info/info/18573) из [плавильных агрегатов](https://www.chem21.info/info/1633810) является [непростой](https://www.chem21.info/info/1594438) операцией. [Трудности возникают](https://www.chem21.info/info/1527322) со сплавами, в которых ликвация начинается еще в расплавленном состоянии (например, [сплавы серебра](https://www.chem21.info/info/164784) со свинцом, автоматные стали и др.). В этом случае необходимы очень тщательное перемешивание и немедленная разливка. Пробоотборщик должен обладать соответствующими знаниями о [поведении компонентов](https://www.chem21.info/info/1252846) опробуемого сплава кроме того, необходимо знать [поведение металла](https://www.chem21.info/info/390318) при затвердевании (опреде-леннсые сведения дают [диаграммы состояния](https://www.chem21.info/info/2482)). Для уменьшения ликвации и [неоднородности расплав](https://www.chem21.info/info/1216207) закаливают, получая мелкокристаллическую структуру.