

Учреждение образования
«БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Кафедра аналитической химии

КОМПЬЮТЕРНАЯ ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

**Методические рекомендации
по дисциплине «Физико-химические методы анализа»
для студентов лесохозяйственных специальностей**

Минск 2012

УДК 004.9:543.6(075.8)

ББК 24.4я77

К63

Рассмотрены и рекомендованы к изданию редакционно-издательским советом университета

Составители:

А. К. Болвако, Е. В. Радион

Рецензент:

кандидат технических наук, доцент кафедры информационных систем и технологий *А. А. Дятко*

Предназначено для студентов лесохозяйственных специальностей.

ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ С ПРОГРАММОЙ

При работе с документом «Практикум по ФХМА» используются макросы, поэтому перед началом работы необходимо убедиться, что они не отключены в настройках программы. Для этого в Microsoft Excel 2003 выберите пункт меню **Сервис – Параметры**. В открывшемся диалоговом окне выберите вкладку **Безопасность – Безопасность макросов** и установите **Средняя** или **Низкая** (рис. 6). В первом случае при открытии книги будет задан вопрос, включать макросы или нет, а во втором – макросы будут включены изначально. Если макросы будут отключены, работа с элементами интерфейса и некоторые функции будут недоступны.

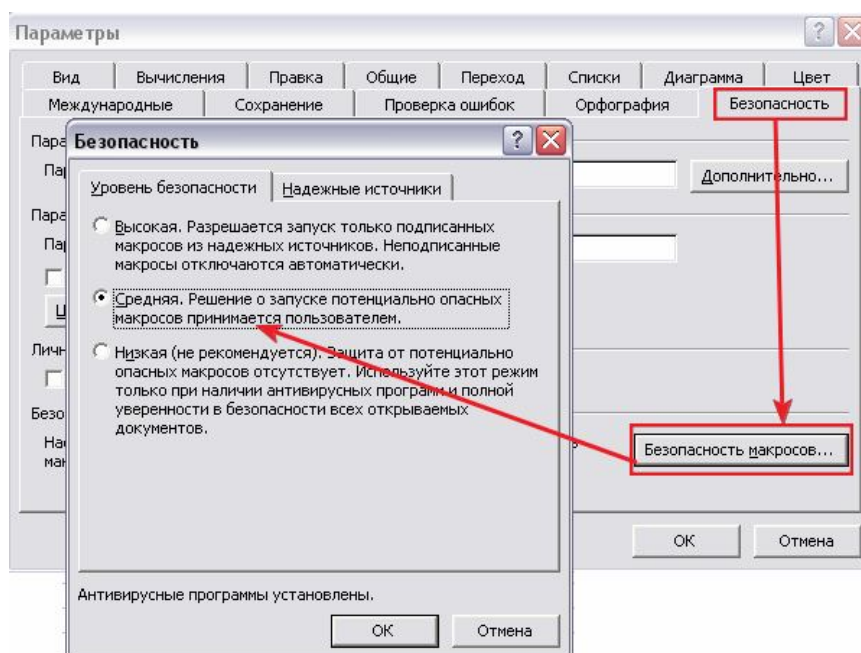


Рис. 6. Настройка уровня безопасности при работе с макросами

При работе с программой при открытии файла *Практикум по ФХМА.xls* на запрос об отключении макросов следует выбрать **Не отключать** (рис. 7).

В более поздних версиях Microsoft Excel, а также в программах, позволяющих работать с документами Excel 2003 (например, Open Office Calc) работа с некоторыми элементами интерфейса может быть невозможна или ограничена.

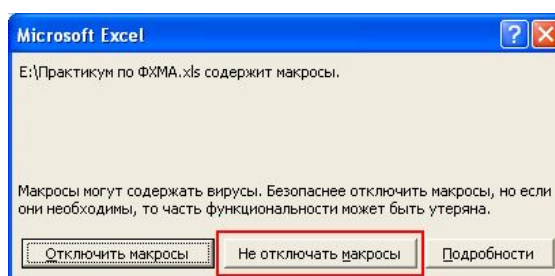


Рис. 7. Включение макросов при открытии документа

РАБОТА С ПРИЛОЖЕНИЕМ «ПРАКТИКУМ ПО ФХМА»

Вид главного окна приведен на рис. 8. Навигация может осуществляться с использованием кнопок или с помощью ярлыков в нижней части окна. При наведении курсора мыши на кнопки в нижней части листа можно прочитать краткое описание каждого из модулей.

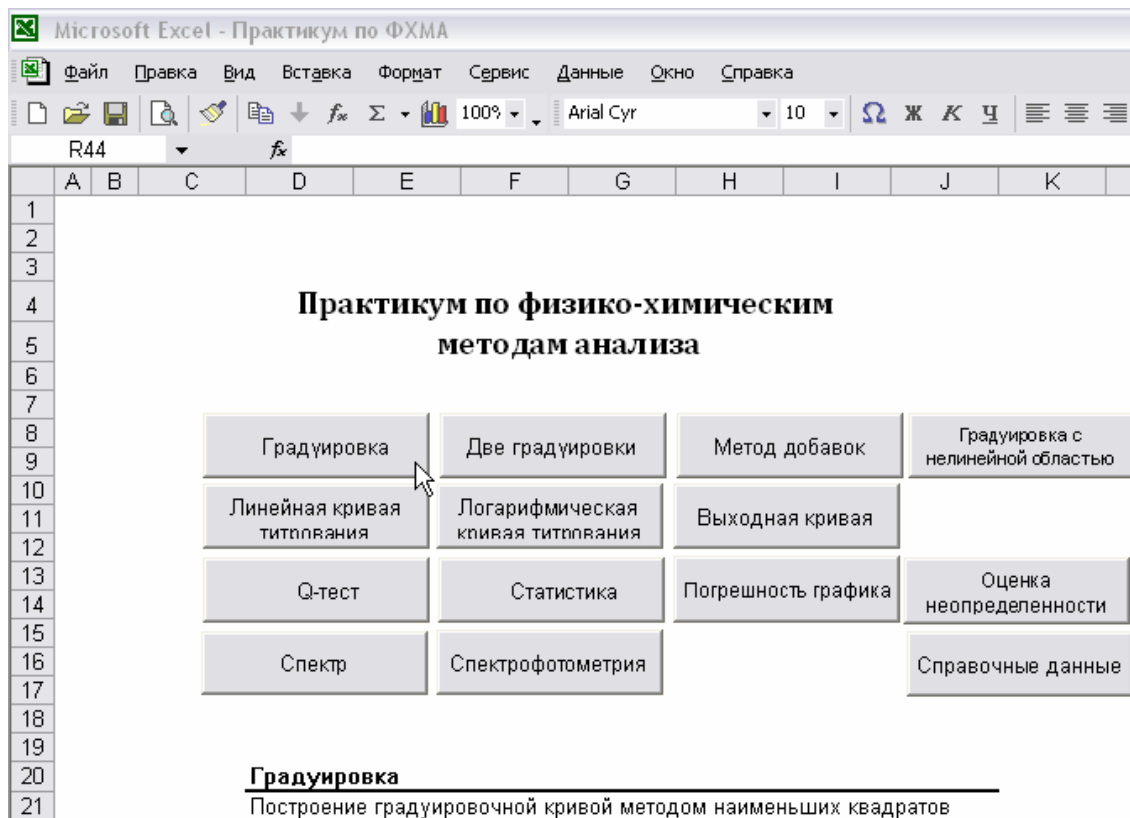


Рис. 8. Вид главного окна

Примечание. Для ввода данных следует использовать только поля, отмеченные **зеленым цветом**. В других ячейках содержатся расчетные формулы и их изменять нельзя.

В программе имеются следующие возможности:

- построение одного или нескольких градуировочных графиков методом наименьших квадратов с оценкой достоверности аппроксимации и расчет результатов анализа с использованием градуировочного графика;
- расчет погрешностей градуировочного графика;
- расчет статистических параметров для набора экспериментальных данных (среднее, среднее и стандартное отклонение, дисперсия, доверительный интервал для разного уровня доверительной вероятности и др.);
- отсеивание грубых промахов с помощью Q -теста;
- построение линейных и логарифмических кривых титрования (в интегральном и дифференциальном виде);

– оптимизация условий спектрофотометрического анализа бинарных смесей по методу Фирордта;

– оценка неопределенности анализа.

Для всех работ предусмотрен вывод отчета для печати. Для распечатки отчета выберите пункт меню **Файл – Печать**, введите необходимое число копий и нажмите кнопку **ОК**.

ПОСТРОЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНОГО ГРАФИКА

Для построения и использования градуировочного графика перейдите на лист **Градуировка** (рис. 9).

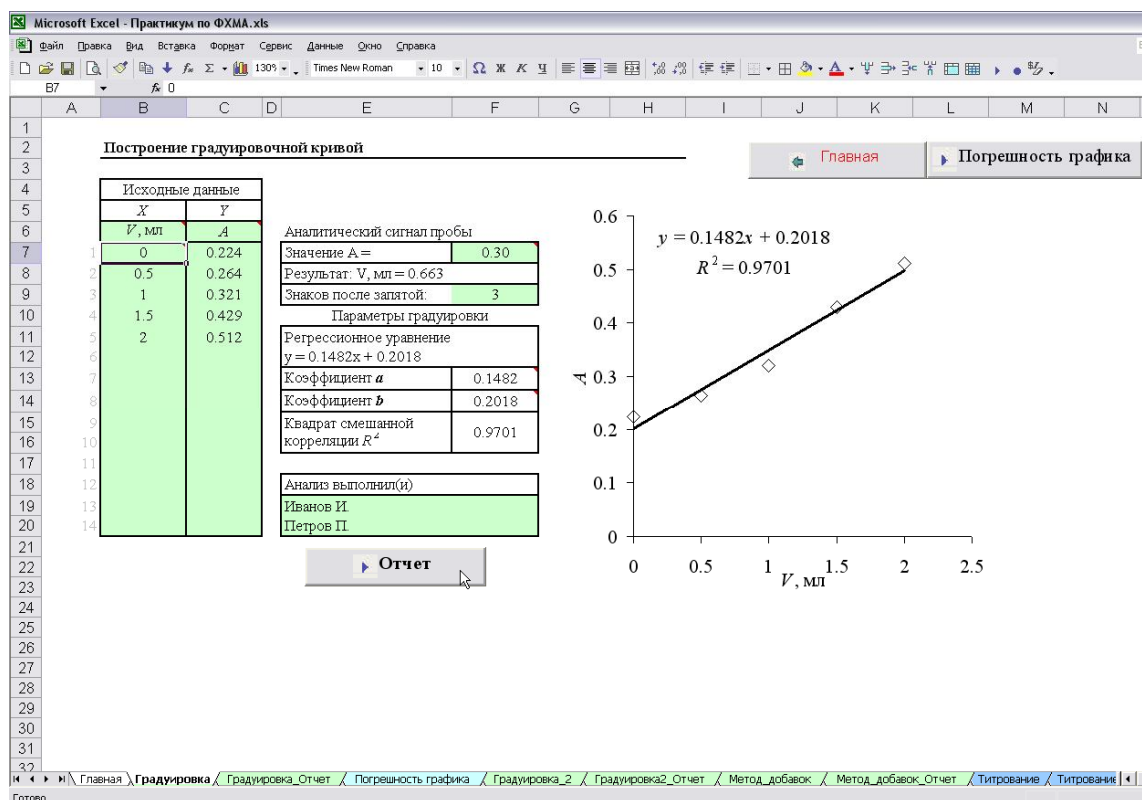


Рис. 9. Внешний вид листа **Градуировка**

Введите в ячейки B6:C6 название и размерность величин, заданных на осях абсцисс и ординат, а в ячейки B7:C20 – экспериментальные данные. Для расчета результата анализа в ячейку F7 введите значение аналитического сигнала пробы, а в ячейку F9 – число знаков после запятой, с которым должен быть вычислен результат. Вид градуировочной зависимости автоматически отображается справа на графике. Коэффициенты *a* и *b* регрессионного уравнения, а также квадрат смешанной корреляции R^2 вводятся в соответствующие ячейки автоматически из графика.

Оцените линейность полученных графиков по значению величины R^2 и визуально. В случае, если какая-то точка будет выпадать из графика, рассмотрите необходимость повторного проведения эксперимента или исключения данной точки из анализируемых данных.

Для исключения выпадающей точки необходимо удалить ее значение из области C7:C20, при этом параметры градуировки будут пересчитаны автоматически.

Убедитесь, что коэффициенты регрессионного уравнения соответствуют приведенным на графике, введите свою фамилию и нажмите кнопку **Отчет**. Будет сформирован отчет, содержащий два экземпляра полученных графиков и результаты расчета (рис. 10).

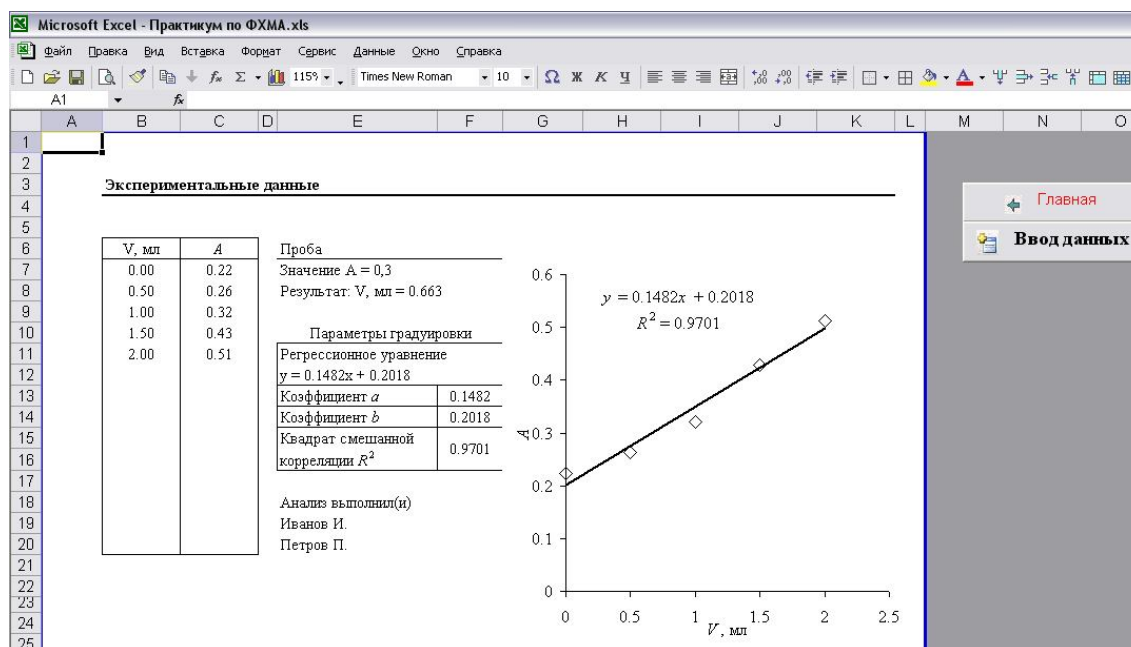
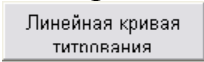
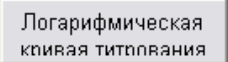


Рис. 10. Вид окна **Отчет** при построении градуировочного графика

Если необходимо, на страницу ввода данных можно вернуться с помощью кнопки **Ввод данных**.

ПОСТРОЕНИЕ КРИВЫХ ТИТРОВАНИЯ

Кривые титрования могут быть линейными (например, при турбидиметрическом, кондуктометрическом или безындикаторном фотометрическом титровании) или логарифмическими (потенциометрическое и индикаторное фотометрическое титрование). В зависимости от того, какой метод анализа используется, необходимо выбирать тип кривой титрования.

Для построения линейной кривой титрования используется лист **Титрование_лин** (кнопка ) , для построения логарифмической кривой – лист **Титрование_лог** и кнопка  на главном листе практикума.

Для построения кривой титрования перейдите на необходимый лист. Для построения *линейной* кривой титрования (рис. 14) на соответствующем листе необходимо ввести в ячейки B12:C12 название и размерность величин, заданных на осях абсцисс и ординат, а в ячейки

B13:C63 – экспериментальные данные. Введите в ячейку E6 концентрацию титранта, а в ячейки G6:G7 – фамилии и инициалы исполнителей.

Оцените ход полученной кривой титрования. В случае, если какая-то точка будет выпадать, рассмотрите необходимость исключения данной точки из анализируемых данных.

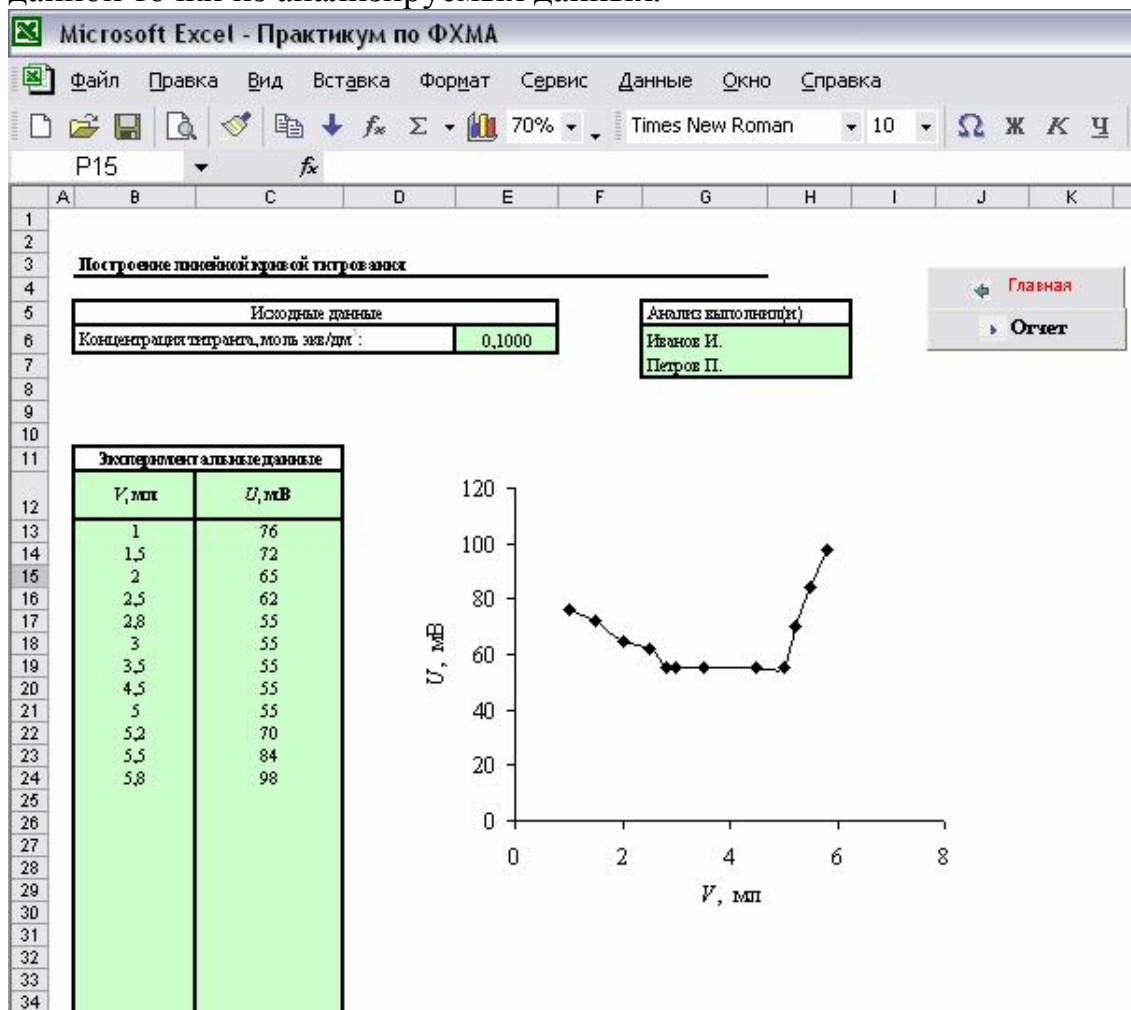


Рис. 14. Вид окна при построении линейных кривых титрования

Для исключения выпадающей точки необходимо удалить ее значение из области исходных данных (B13:C63) и расположить значения таким образом, чтобы в области ввода исходных данных не было не заполненных ячеек (рис. 15).

Для формирования отчета нажмите кнопку .

Экспериментальные данные		Экспериментальные данные		Экспериментальные данные	
V, мл	E, мВ	V, мл	E, мВ	V, мл	E, мВ
0,0	540	0,0	540	0,0	540
0,5	530	0,5	530	0,5	530
1,0	600			1,5	510
1,5	510	1,5	510	2,0	470
2,0	470	2,0	470	2,5	420
2,5	420	2,5	420	3,0	220
3,0	220	3,0	220	3,5	140
3,5	140	3,5	140	4,0	130
4,0	130	4,0	130	4,5	128
4,5	128	4,5	128	5,0	125
5,0	125	5,0	125		

а)

б)

в)

Рис. 15. Последовательность удаления выпадающего значения при построении кривой титрования:

а – исходные данные, содержащие выпадающее значение; б – выпадающее значение удалено; в – данные упорядочены (нет незаполненных ячеек)

Для построения *логарифмической* кривой титрования перейдите на соответствующий лист (рис. 16).

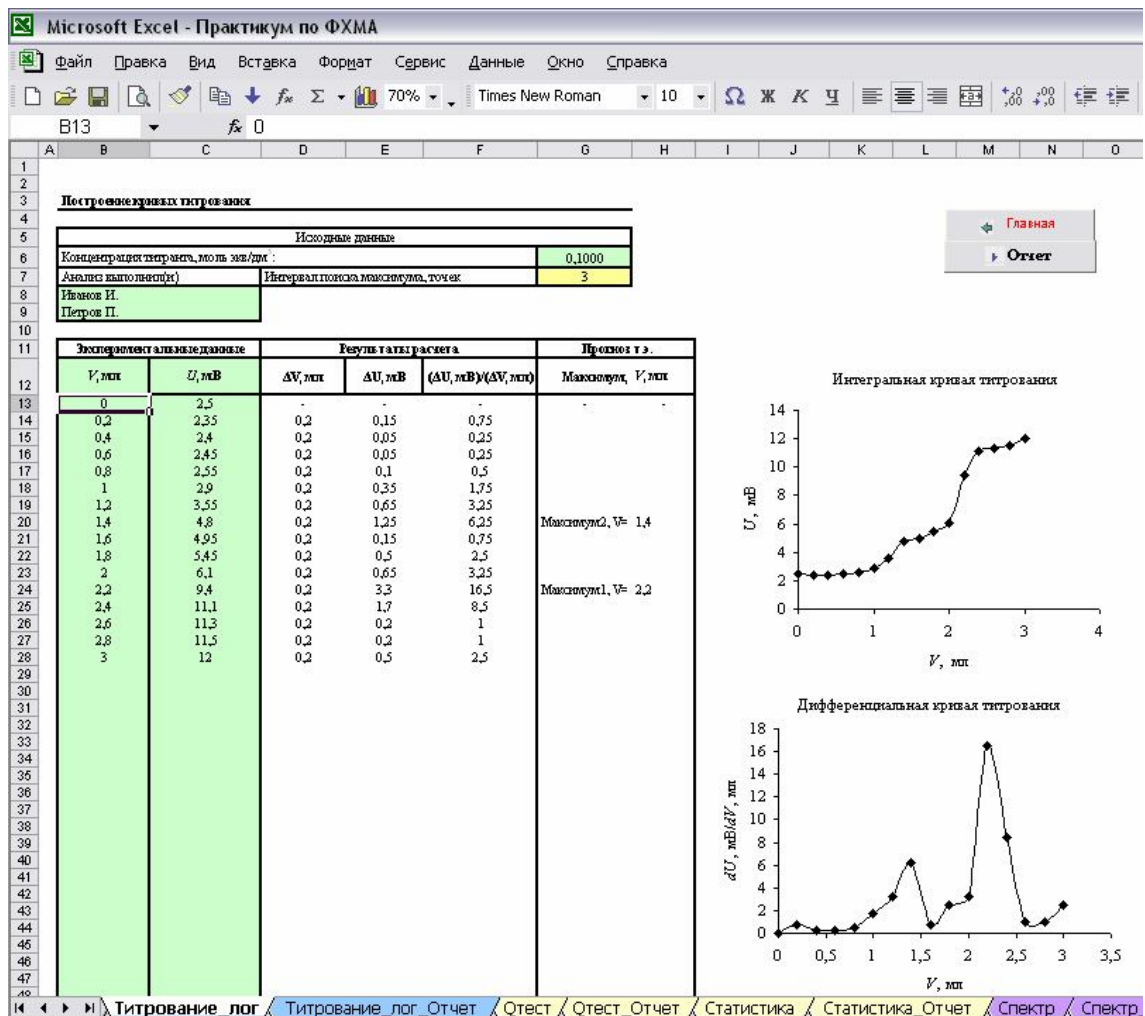


Рис. 16. Вид окна при построении логарифмических кривых титрования

Введите в ячейки B12:C12 название и размерность величин, заданных на осях абсцисс и ординат, а в ячейки B13:C63 – эксперимен-

тальные данные. Введите в ячейку G6 концентрацию титранта, а в ячейки B8:B9 – фамилии и инициалы исполнителей.

Оцените ход полученных кривых титрования. В случае, если какая-то точка будет выпадать, рассмотрите необходимость исключения данной точки из анализируемых данных.

Для исключения выпадающей точки необходимо удалить ее значение из области исходных данных (B13:C63) и расположить значения таким образом, чтобы в области ввода исходных данных не было не заполненных ячеек (рис. 15).

После окончания ввода и корректировки данных справа будут отображены вид интегральной ($Y-X$) и дифференциальной ($\Delta Y/\Delta X-X$) кривых титрования. В столбце **Максимум** таблицы **Результаты расчета** будут автоматически определены первый и второй максимумы на дифференциальной кривой. Если второй максимум определяется некорректно, введите в ячейку G7 (**Интервал поиска максимума**) целое число, большее 2, чтобы изменить область поиска максимального значения.

Примечание. Автоматическое определение точки эквивалентности не всегда может обеспечить получение корректных результатов! В случае сложного хода кривой титрования, близко расположенных или неотчетливых скачков на кривой отображаемые значения могут не соответствовать действительному положению точки эквивалентности! Помните, что окончательное слово в спорной ситуации остается за химиком-аналитиком.

В случае, если на кривой титрования наблюдается несколько скачков, для определения объема титранта в к. т. т. можно подвести курсор к максимуму на дифференциальной кривой и определить значение аргумента (первое число в скобках после названия ряда) (рис. 17).

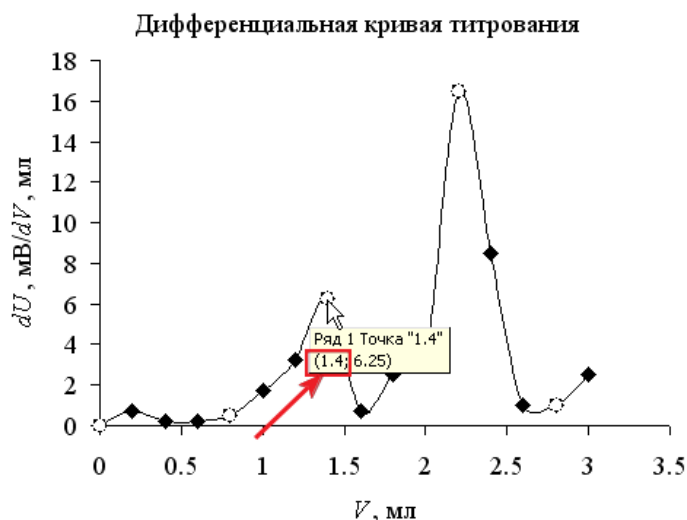


Рис. 17. Определение объема титранта в к. т. т. при наличии нескольких скачков на кривой титрования

На основании значений объемов титранта в к. т. т. необходимо рассчитать массы компонентов в анализируемом растворе по закону эквивалентов.

После нажатия на кнопку **Отчет** при построении как линейной, так и логарифмической кривой титрования будет сформирован отчет о лабораторной работе, содержащий два экземпляра полученных кривых титрования. Пример отчета приведен на рис. 18.

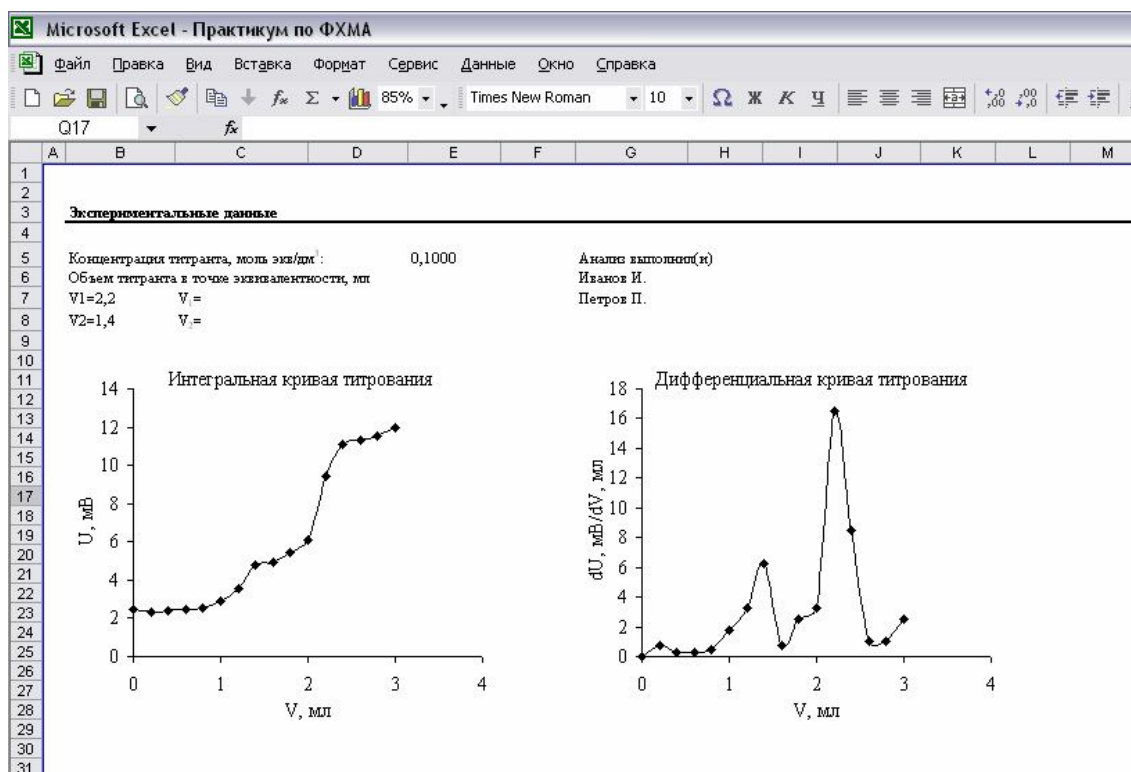


Рис. 18. Вид отчета при построении логарифмической кривой титрования

Вернуться на лист для редактирования введенных данных можно с помощью кнопки  **Ввод данных**.