

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
«ДНІПРОВСЬКА ПОЛІТЕХНІКА»



НАВЧАЛЬНО-НАУКОВИЙ ІНСТИТУТ ПРИРОДНИЧИХ НАУК ТА
ТЕХНОЛОГІЙ
Кафедра хімії та хімічної інженерії

ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

Методичні рекомендації до виконання практичних робіт
для здобувачів ступеня бакалавра
зі спеціальності G8 Матеріалознавство

Дніпро
НТУ «ДП»
2025

Пантелеєва О. С.

Фізико-хімічні методи аналізу [Електронний ресурс] : методичні рекомендації до виконання практичних робіт для здобувачів ступеня бакалавра зі спеціальності G8 Матеріалознавство / О.С. Пантелеєва, К.О. Черданцева, О.Ю. Светкіна, А.С. Коверя, Г.В. Тарасова, А.О. Овчаренко, Д.А. Сухомлин ; М-во освіти і науки України, Нац. техн. ун-т «Дніпровська політехніка». – Дніпро : НТУ «ДП», 2025. – 48 с.

Автори:

О. С. Пантелеєва, канд. хім. наук;
К. О. Черданцева, канд. хім. наук;
О.Ю. Светкіна, д-р техн. наук, доц.;
А.С. Коверя, канд. техн. наук, доц.;
Г.В. Тарасова;
А.О. Овчаренко, канд. хім. наук, доц.;
Д.А. Сухомлин, канд. хім. наук, доц.

Затверджено до видання науково-методичною комісією зі спеціальності G1 Хімічні технології та інженерія (протокол № 5 від 04.07.2025) за поданням кафедри хімії та хімічної інженерії (протокол № 12 від 04.07.2025).

Стисло викладено теоретичні відомості за темами лекційного курсу, практичні роботи з послідовним описом їх виконання, список використаної літератури.

Орієнтовано на активізацію навчальної діяльності здобувачів ступеня бакалавра спеціальності G8 Матеріалознавство та закріплення практичних навичок у засвоєнні дисципліни «Фізико-хімічні методи аналізу матеріалів».

Відповідальний за випуск завідувачка кафедри хімії та хімічної інженерії
О. С. Пантелеєва, канд. хім. наук.

ЗМІСТ

ПЕРЕДМОВА.....	4
ПОРЯДОК РОБОТИ Й ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ У ХІМІЧНИХ ЛАБОРАТОРІЯХ.....	5
1. ГРАВІМЕТРИЧНИЙ (ВАГОВИЙ) АНАЛІЗ.....	6
Робота № 1 для виконання за темою «ГРАВІМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ФЕРУМУ (III) В РОЗЧИНІ»	9
2. ТИТРИМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ	11
Робота № 2 для виконання за темою «ВИЗНАЧЕННЯ ТВЕРДОСТІ ВОДИ».....	14
3. ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНЕ ТИТРУВАННЯ	16
Робота № 3 для виконання практичного завдання за темою «ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ Fe^{2+} В РОЗЧИНІ».....	18
4. РН-МЕТРИЧНЕ ТИТРУВАННЯ	21
Робота № 4 для виконання практичного завдання за темою «РН-МЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ СУЛЬФАТНОЇ КИСЛОТИ В РОЗЧИНІ».....	22
5. КОНДУКТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД АНАЛІЗУ	24
Робота № 5 для виконання практичного завдання за темою «ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ СИЛЬНОЇ КИСЛОТИ МЕТОДОМ КОНДУКТОМЕТРИЧНОГО ТИТРУВАННЯ».....	26
Робота № 6 для виконання практичного завдання за темою «ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ H_2SO_4 І NiSO_4 В СУМІШІ МЕТОДОМ КОНДУКТОМЕТРИЧНОГО ТИТРУВАННЯ».....	27
6. КОЛОРИМЕТРІЯ	29
Робота № 7 для виконання практичного завдання за темою «ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ФЕРУМУ (II) І ФЕРУМУ (III) В РОЗЧИНІ».....	30
7. МІКРОСКОПІЧНИЙ МЕТОД ДОСЛІДЖЕННЯ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ...	33
Робота № 8 для виконання практичного завдання за темою «МІКРОАНАЛІЗ ШЛІФІВ ЧАВУНУ І СТАЛІ З ВИКОРИСТАННЯМ МЕТАЛОГРАФІЧНОГО МІКРОСКОПА»	39
КРИТЕРІЇ ОЦІНЮВАННЯ	44
ПЕРЕЛІК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ.....	47

ПЕРЕДМОВА

Сучасне матеріалознавство тісно пов'язане з використанням фізико-хімічних методів аналізу, які є необхідними для дослідження складу, структури та властивостей матеріалів на всіх етапах їх отримання та застосування. Майже кожне виробництво матеріалів потребує проведення кількісного аналізу сировини, напівфабрикатів і готової продукції з метою контролю якості та відповідності встановленим вимогам.

Для фахівця з матеріалознавства важливим є оволодіння теоретичними основами та практичними навичками застосування фізико-хімічних методів аналізу, таких як спектроскопічні, електрохімічні, термічні та інші методи дослідження. Не менш важливим є засвоєння сучасної української термінології в галузі аналітичної та фізико-хімічної хімії.

Завдання кількісного аналізу полягає у точному визначенні вмісту компонентів у матеріалах, зокрема масових часток елементів, іонів або хімічних сполук, концентрацій компонентів у розчинах, фазового складу та інших характеристик. У матеріалознавчих дослідженнях часто виникає потреба визначити як повний хімічний склад матеріалу, так і вміст окремих компонентів, що суттєво впливають на його фізичні, механічні чи експлуатаційні властивості.

Для розв'язання цих завдань широко застосовують фізико-хімічні методи кількісного аналізу, які поєднують хімічні перетворення з фізичними способами вимірювання. Використання таких методів забезпечує високу точність, чутливість та інформативність досліджень, що є особливо важливим у галузі матеріалознавства.

ПОРЯДОК РОБОТИ Й ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ У ХІМІЧНИХ ЛАБОРАТОРІЯХ

1. Під час проведення дослідів уважно спостерігають за всіма змінами, що відбуваються з речовинами в процесі реакції.
2. Необхідні для роботи хімічні реактиви розташовують на столах, а реактиви загального користування – у витяжній шафі.
3. Після використання розчину склянку з його залишком закривають і ставлять на місце.
4. Заборонено зливати невикористаний реактив у ту саму склянку.
5. Заборонено виставляти з витяжної шафи на робочі місця реактиви загального користування.
6. Досліди з отруйними та з тими, що мають різкий запах, речовинами проводять у витяжній шафі.
7. При нагріванні рідини пробірку тримають отвором убік від себе та присутніх.
8. Під час виконання дослідів стежать, щоб хімічні реактиви не потрапили на обличчя, руки, одяг.
9. При визначенні виду газу за запахом його струмінь спрямовують рухом руки від пробірки до себе.
10. Сульфатну кислоту розводять, додаючи її малими порціями до води (а не навпаки!) та постійно перемішуючи.
11. Не можна схилитися над рідиною під час її нагрівання.

1. ГРАВІМЕТРИЧНИЙ (ВАГОВИЙ) АНАЛІЗ

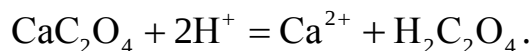
1.1. Сутність гравіметричного аналізу

Гравіметричний метод базується на виділенні з розчину аналізованої речовини досліджуваного компонента у вигляді важкорозчинної сполуки з подальшим визначенням маси цієї сполуки. У гравіметричному методі використовується ряд послідовних хімічних операцій:

1. Розчинення наважки (*наважкою називають певну кількість речовини, зважену на аналітичних вагах*) аналізованої речовини. При аналізі розчину ця операція замінюється відбором певного об'єму розчину.
2. Осадження досліджуваного компонента у вигляді важкорозчинної сполуки.
3. Відфільтровування осаду.
4. Промивання осаду.
5. Висушування осаду
6. Прожарювання осаду.
7. Зважування осаду на аналітичних вагах.

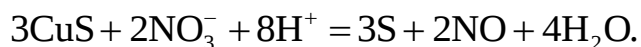
1.2. Розчинення наважки аналізованої речовини

Розчинність твердої речовини у воді залежить переважно від співвідношення двох величин: енергії кристалічної ґратки та енергії гідратації іонів. Якщо енергія кристалічної ґратки менша від енергії гідратації, то тверді речовини розчиняються у воді. У тих випадках, коли величина енергії гідратації недостатня, щоб здійснити розчинення речовини, то необхідно скористатися яким-небудь хімічним реагентом, котрий зв'яже один з іонів малорозчинної речовини. Наприклад, важкорозчинні у воді солі слабких кислот розчиняються в сильних кислотах унаслідок зв'язування іонами водню аніона з утворенням слабкої кислоти, наприклад:



Солі цього типу зазвичай розчиняють у хлоридній та розбавленій сульфатній кислотах.

Для солей з малим добутком розчинності, наприклад CuS , взаємодія аніона з катіонами водню не забезпечує істотного розчинення, у зв'язку з чим аніон окиснюють нітратною кислотою відповідно до наведеного рівняння:

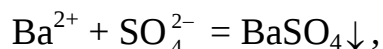


Для розчинення металів зазвичай використовують кислоти, а для розчинення благородних металів інколи застосовують суміші кислот.

Речовини, нерозчинні в кислотах і лугах, найчастіше розкладають шляхом сплавлення з певним хімічним реагентом, а потім на утворений плав діють кислотою або лугом. Наприклад, для переведення в розчинний стан силікатів їх сплавляють з содою Na_2CO_3 або з сумішшю соди й поташу K_2CO_3 . Потім діють на плав хлоридною кислотою, при цьому в розчин переходять метали, а в осаді залишається силікатна кислота.

1.3. Осаджувана форма

Осаджуваною формою називають важкорозчинну сполуку, що утворюється при виділенні досліджуваного компонента з розчину. Наприклад, при визначенні іонів сульфату гравіметричним методом їх виділяють з розчину у вигляді BaSO_4 , а саме:

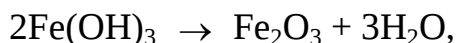
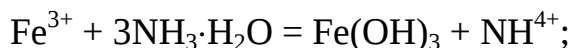


де BaSO_4 – осаджувана форма.

1.4. Гравіметрична форма

Гравіметричною формою називають сполуку, яку зважують на аналітичних вагах для отримання остаточного результату аналізу.

Вміст іонів Fe^{3+} , наприклад, визначають через їх осадження розчином аміаку:



де $\text{Fe}(\text{OH})_3$ – осаджувана форма; Fe_2O_3 – гравіметрична форма.

При прожарюванні досліджуваного компонента не повинно утворюватися летких сполук, а осад не має розбризкуватися.

1.5. Фільтрування осадів

Для фільтрування в гравіметричному аналізі найчастіше застосовують знезолені фільтри. Їх виготовляють з фільтрувального паперу, обробленого хлоридною і фторидною кислотами, що сприяє видаленню домішок. Після спалювання таких фільтрів залишається незначна кількість золи. У разі потреби в дослідженні можна враховувати її масу, зазначену на кожній пачці фільтрів. Знезолені фільтри скріплюються паперовою стрічкою певного кольору: чорного або червоного, білого, синього. Фільтри, відмічені чорною та червоною стрічкою,

мають найбільший діаметр пор (вони найменш щільні) і застосовуються для фільтрування аморфних осадів. Фільтри з синьою стрічкою мають найбільшу щільність, вони застосовуються для фільтрування дрібних кристалічних осадів. Щільність фільтрів з білою стрічкою посідає проміжну позицію між тими, що скріплені синьою і червоною стрічками.

Інколи гравіметрична й осаджувана форми збігаються. Наприклад, при визначенні вмісту хлоридів в осад випадає AgCl (осаджувана форма), цю ж саму сполуку зважують на аналітичних вагах (гравіметрична форма). У цьому випадку осад фільтрують через скляний, заздалегідь висушений до сталої маси, фільтр. Осад на скляному фільтрі також висушують до сталої маси та обчислюють її. Прожарювання в цьому випадку не проводиться.

1.6. Промивання осадів

Промивання осадів необхідне для видалення речовин, котрі при подальшому прожарюванні осаду не переходять у леткий стан. Осади можна промивати двома способами: шляхом *декантації* та *на фільтрі*.

При декантації до осаду, з якого попередньо якомога ретельніше злили маточний розчин на фільтр, доливають приблизно 10 – 20 мл промивної рідини. Перемішують рідину з осадом, дають суміші відстоятися і зливають з неї прозорий шар рідини на фільтр, слідкуючи аби, на нього перейшла мінімальна кількість осаду. Якість промивання осаду залежить від числа процедур та об'єму промивної рідини, проте перший чинник має суттєвіший вплив, тому рекомендується промивати осад багато разів, додаючи промивну рідину малими порціями.

Спосіб промивання осаду на фільтрі передбачає використання невеликих порцій рідини. Процес буде більш ефективним, коли щоразу давати стікати рідині до останньої краплі, перш ніж наливати нову порцію.

Для промивання осадів доцільно застосовувати дистильовану воду, проте їх розчинність у чистій воді нерідко перевищує допустимі значення, що призводить до втрат осаду під час промивання. Тому часто використовують розчини електролітів, які зменшують розчинність осаду, зокрема однойменні з ним іони. Такі речовини також сприяють видаленню адсорбованих на поверхні осаду домішок.

1.7. Висушування й прожарювання осадів

Висушування або прожарювання осаду необхідне для отримання речовини точно визначеного складу. Коли потрібно видалити з осаду тільки залишки промивної води, то осад, пропущений через скляний фільтр, висушують до сталої маси в сушильній шафі за певної температури, величина якої має забезпечити швидке й повне випаровування води, одночасно дозволяє уникнути термічного розкладання осаду. З огляду на цю вимогу, температура в сушильній шафі, як правило, підтримується нижче 200 °C.

Під час прожарювання осаду можуть відбуватися різні хімічні процеси, зокрема випаровування кристалізаційної або конституційної (що входить до складу хімічної сполуки) води, термічне розкладання, окиснення.

Інколи прожарювання проводять лише для того, щоб спалити фільтр. Усі ці процеси потребують підтримання різної оптимальної температури й часу. Зазвичай прожарювання проводять у муфельній печі, де максимальна температура становить 1200 – 1400 °С. Для цього фільтр з осадом поміщають у доведений до сталої маси тигель (за допомогою кількох послідовних прожарювань і зважувань на аналітичних вагах). Далі обережно обвуглюють фільтр на електричній плитці і тільки після цього прожарюють тигель з осадом у муфельній печі, найчастіше для цього застосовують фарфорові тиглі. Якщо осад за високої температури здатний взаємодіяти з фарфором, то використовують платинові, алундові або нікелеві тиглі.

Робота № 1 для виконання за темою

«ГРАВІМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ФЕРУМУ (III) В РОЗЧИНІ»

Мета роботи: оволодіння методом гравіметричного аналізу з отриманням аморфного осаду.

Постановка завдання

Дано: розчин ферум (III) хлориду, у якому міститься певна маса іонів феруму (III).

Визначити: гравіметричним методом вміст феруму (III), який має бути осаджений у вигляді $\text{Fe}(\text{OH})_3$.

Прилади і реактиви: аналітичні ваги, сушильна шафа, електрична плитка, муфельна піч, ексікатор, тигель, склянки об'ємом 150 – 200 мл, 400 – 500 мл, скляна паличка, мірний циліндр на 10 – 30 мл, фільтри знезолені (помічені червоною стрічкою), скляна лійка, пробірка, нітратна кислота (10 %-ний розчин), аргентум нітрат (10 %-ний розчин), амоній гідроксид (10 %-ний розчин), хлоридна кислота (10 %-ний розчин).

Методика дослідження

Осадження

Весь розчин ферум (III) хлориду, призначений для аналізу, ретельно без залишку зливаємо в склянку об'ємом 150 – 200 мл, підкислюємо його, додавши 5 мл хлоридної кислоти, та обережно нагріваємо до кипіння. До гарячого розчину додаємо краплями розчин аміаку, поки не з'явиться слабкий, але явний запах. Потім вміст склянки ретельно перемішуємо скляною паличкою, розбавляємо

гарячою дистильованою водою приблизно до 100 мл і ще раз перемішуємо рідину разом з осадом.

Фільтрування й промивання осаду

Після відстоювання осаду перевіряємо на повноту осадження обережним додаванням 1 – 2 крапель розчину аміаку (у прозорому верхньому шарі розчину не повинна з'являтися біла каламуть) і відразу ж пропускаємо гарячий розчин через нещільний фільтр, помічений червоною стрічкою. Після зливання на фільтр рідини з осаду, промиваємо його гарячою водою спочатку в склянці способом декантації, а потім на фільтрі до повного видалення іонів хлору, про що свідчить проба промивної води з розчином аргентум нітрату за наявності нітратної кислоти.

Примітка. Осадження, фільтрування й промивання осаду треба обов'язково закінчувати за одне заняття.

Висушування й прожарювання осаду

Промитий осад підсушуємо в сушильній шафі й ще вологим разом з фільтром переносимо в прожарений до сталої маси тигель. Потім ставимо тигель на електроплитку для обуглювання фільтра, не дозволяючи йому горіти полум'ям. Прожарюємо осад у муфельній печі до сталої маси таким чином: 1-ше прожарювання протягом 45 хв; наступні – 15 хв.

Обробка результатів

Вміст феруму (III) розраховуємо за такою формулою:

$$m(\text{Fe}^{3+}) = \frac{2 \cdot a \cdot 55,85}{159,7}, \text{ г};$$

де $m(\text{Fe}^{3+})$ – вміст феруму (III), г; a – маса осаду Fe_2O_3 , г; 55,85 – молярна маса феруму, г/моль; 159,7 – молярна маса Fe_2O_3 , г/моль.

2. ТИТРИМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ

2.1. Сутність і значення титриметричного аналізу

Титриметричний (об'ємний) метод кількісного аналізу оснований на точному вимірюванні об'ємів реагентів, концентрація одного з яких точно відома.

Розчин, що має встановлену з достатньою точністю концентрацію, називають **робочим, стандартним або титрованим (титрантом)**. Під час аналізу титрант наливають у бюретку і з неї невеликими порціями додають до аналізованого розчину до тих пір, поки тим або іншим способом не буде зафіксовано точку еквівалентності.

Точкою еквівалентності називають такий стан розчину, коли кількість еквівалентів доданого титранта дорівнює кількості еквівалентів аналізованої речовини, тобто

$$N(A) \cdot V(A) = N(T) \cdot V(T),$$

де $N(T)$ і $V(T)$ – нормальність та об'єм титрованого розчину; $N(A)$ і $V(A)$ – нормальність та об'єм розчину аналізованої речовини.

Усі розрахунки в титриметричному аналізі базуються на цьому співвідношенні.

Процес додавання титрованого розчину невеликими порціями з бюретки в досліджуваний розчин називається **титруванням**.

Найточнішим методом аналізу вважається гравіметричний, але він досить трудомісткий і тривалий. Титриметричний метод за точністю практично не відрізняється від гравіметричного, але потребує набагато менше часу для кожного окремого визначення. Інакше кажучи, замість декількох тривалих операцій гравіметричного аналізу, в титриметрії використовується одна швидка – титрування.

2.2. Вимоги до реакцій у титриметричному аналізі

Реакції, що застосовуються в титриметричному аналізі, мають відповідати таким вимогам:

1. Бути стехіометричними, тобто коли вони відбуваються, наприклад, таким чином:

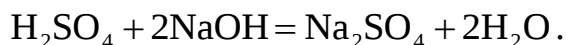


то між коефіцієнтами a і b має зберігатися певне співвідношення, а виникнення побічних реакцій неможливе. Якщо ж таке відбувається, то буде порушено закон еквівалентів, на основі якого ведуть розрахунки в титриметричному аналізі.

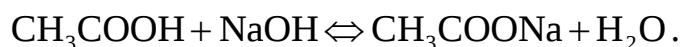
2. Кількісний перебіг, згідно з яким у титриметричному аналізі можна використовувати переважно незворотні реакції або ті оборотні, рівновагу яких

достатньою мірою зміщено в бік продуктів реакції. Повнота перебігу реакції має дорівнювати не менше 99,9 % в момент додавання еквівалентної кількості титранту.

Прикладом незворотної є реакція нейтралізації сильної кислоти лугом, а саме:



Прикладом оборотної реакції, рівновага якої достатньою мірою зміщена праворуч, слугує нейтралізація ацетатної кислоти лугом, тобто



Чим меншою є сила кислоти, тим інтенсивніше відбувається гідроліз солі, що утворюється, тому титрування дуже слабких кислот лужними розчинами є ускладненим процесом.

3. Можливість фіксації точки еквівалентності, тобто такого моменту титрування, коли кількість доданого титранту еквівалентна кількості досліджуваної речовини, яку титрують. Точку еквівалентності можна встановити різними способами: як візуальними, так і за допомогою приладів (фізико-хімічними методами аналізу). При титриметричному аналізі фіксують зміну забарвлення розчину або індикатора поблизу точки еквівалентності візуально. Момент найбільш різкої зміни забарвлення розчину, коли завершують титрування, називають **точкою кінця титрування**.

Точка еквівалентності інколи відрізняється від точки кінця титрування, оскільки зміна забарвлення може відбуватися при деякому надлишку або реагента робочого розчину, або аналізованої речовини. Похибка титрування, зумовлена такою різницею, називається **індикаторною помилкою титрування**.

4. Досить висока швидкість, бо коли реакція відбувається повільно, то титрування потребує багато часу і важко встановити точку його кінця.

2.3. Способи титрування: пряме, зворотне й титрування замісника

Прямим називають титрування, у процесі якого розчин аналізованої речовини безпосередньо титрують робочим розчином. При цьому відбувається реакція між реагентом робочого розчину й аналізованою речовиною. Обчислення результатів проводиться за таким співвідношенням:

$$N(A) \cdot V(A) = N(T) \cdot V(T)$$

Цей спосіб титрування досить поширений, але іноді його доводиться замінювати непрямым титруванням через недостатню швидкість реакції,

можливість виникнення побічних процесів і т. д. Непряме титрування включає метод *заміщення* і метод *зворотного титрування* (метод залишків).

У *зворотному* титруванні використовують два робочих розчини, що легко реагують між собою. До аналізованого розчину додають точно виміряний (піпеткою або бюреткою) об'єм першого робочого розчину в надлишку. Цей надлишок відтитровують другим робочим розчином.

У способі *заміщення* (титрування замісника) до аналізованого розчину додають реагент, який взаємодіє з досліджуваною речовиною і викликає утворення еквівалентної кількості іншої речовини – замісника. Замісник відтитровують робочим розчином.

2.4. Класифікація методів титриметричного аналізу

Усі титриметричні методи поділяють на дві великі групи: ті, що базуються на *іонних реакціях*, і ті що – на *окисно-відновних*. До першої групи відносяться методи нейтралізації, осадження, комплексоутворення. Кожний з них поділяється на ряд конкретних різновидів.

2.5. Вимоги до робочих розчинів для титриметрії

Робочі розчини (стандартні розчини або титранти) у титриметричному аналізі повинні відповідати встановленим чітким вимогам. Дотримання цих вимог є необхідною умовою для забезпечення точності, відтворюваності та достовірності результатів кількісного аналізу. Стандартні розчини мають точно відому концентрацію, бути хімічно стійкими та зберігати свої фізико-хімічні властивості протягом усього терміну зберігання і використання. Недотримання зазначених вимог спричиняє систематичні похибки, що негативно впливають на точність і достовірність результатів вимірювань.

Основні вимоги до стандартних розчинів:

- **Хімічна чистота речовини** — вихідна речовина для приготування стандартного розчину повинна мати високий ступінь чистоти та точно відомий хімічний склад.
- **Стабільність під час зберігання** — розчин не повинен змінювати концентрацію внаслідок випаровування, розкладання або взаємодії з компонентами навколишнього середовища.
- **Відсутність побічних реакцій з компонентами розчину** — стандартна речовина не повинна вступати в небажані хімічні взаємодії з розчинником чи іншими домішками.
- **Чітка та швидка реакція зі стехіометричним співвідношенням** — реакція між титрантом і визначуваною речовиною має перебігати кількісно, згідно з відомим стехіометричним рівнянням.

- **Добра розчинність у вибраному розчиннику** — стандартна речовина повинна повністю розчинятися для забезпечення однорідності розчину.
- **Різка точка еквівалентності** — реакція має супроводжуватися чітко вираженою точкою еквівалентності, що дозволяє точно зафіксувати кінець титрування.

Робота № 2 для виконання за темою

«ВИЗНАЧЕННЯ ТВЕРДОСТІ ВОДИ»

Мета роботи: оволодіти методикою титриметричного визначення карбонатної (тимчасової) твердості води методом нейтралізації, а також загальної твердості води комплексометричним методом.

Постановка завдання:

Дано: вода, що містить солі тимчасової і сталої твердості (CaHCO_3 , MgHCO_3 і MgSO_4).

Визначити: карбонатну твердість води методом нейтралізації та загальну твердість методом комплексометрії.

Прилади і реактиви: конусна колба об'ємом 250 мл, мірна піпетка на 25 мл, бюретка на 25 мл, хлоридна кислота (0,1 N робочий розчин), метилоранж (0,03 %-ний водний розчин), аміачна суміш, хромоген чорний (спиртовий розчин), трилон Б (0,1 N робочий розчин).

Методика досліджень

Визначення карбонатної твердості води

У конічну колбу (150 – 200 мл) вливаємо піпеткою 50 мл досліджуваної води, додаємо 50 мл дистильованої води і 2 – 3 краплі метилоранжу. Титруємо робочим розчином хлоридної кислоти до появи зміни забарвлення від жовтого до оранжевого. Титрування повторюємо 3 рази, а зі збіжних результатів беремо середнє значення параметра $V(\text{HCl})$, мл.

Обробка результатів

Карбонатну твердість X знаходимо за такою формулою:

$$X = \frac{N(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) \cdot 1000}{50}, \text{ мекв/л,}$$

де $N(\text{HCl})$ – нормальність робочого розчину HCl , моль/л.

Визначення загальної твердості води

У конічну колбу вливаємо піпеткою 50 мл досліджуваної води. Додаємо 5 мл буферної суміші ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O} + \text{NH}_4\text{Cl}$) і 10 крапель індикатора хромогену чорного. Титруємо робочим розчином трилону Б до переходу забарвлення із винно-червоного в синє.

Обробка результатів

Загальна твердість Y обчислюється за формулою:

$$Y = \frac{N_{\text{Тр}} \cdot V_{\text{Тр}} \cdot 1000}{50}, \text{ мекв/л,}$$

де $N_{\text{Тр}}$ – нормальність робочого розчину трилону Б, моль/л; $V_{\text{Тр}}$ – середній результат титрування, мл.

Визначення сталої твердості

Стала твердість води Z являє собою різницю між значеннями загальної та карбонатної твердості, тобто

$$Z = Y - X, \text{ мекв/л.}$$

3. ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНЕ ТИТРУВАННЯ

3.1. Теоретичні положення

В основі потенціометричного методу лежить залежність величини рівноважного електродного потенціалу від активності потенціалвизначальних іонів у розчині. Ця залежність виражається рівнянням Нернста, тобто

$$\varphi_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}^0} = \varphi_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}^0}^0 + \frac{0,059}{n} \lg a(\text{Me}^{n+}),$$

де $a(\text{Me}^{n+})$ – активність іонів металу в розчині, моль/л; $\varphi_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}^0}^0$ – стандартний електродний потенціал, В.

Вимірювання потенціалу окремого електрода практично неможливе, тому вимірюють ЕРС гальванічного елемента, який складається з індикаторного електрода й електрода порівняння, занурених в аналізований розчин.

Електрод, потенціал якого залежить від концентрації іонів, які перебувають у розчині, називається **індикаторним**.

Електрод, потенціал якого не залежить від складу аналізованого розчину, і тому має постійне значення, називають **електродом порівняння**.

Вимірювання величини ЕРС гальванічного елемента (різниці потенціалів катода φ_K й анода φ_A), тобто

$$EPC = \varphi_K - \varphi_A,$$

дає можливість обчислити потенціал індикаторного електрода, беручи до уваги сталу величину потенціалу електрода порівняння, взяту з довідкової літератури.

Індикаторними в потенціометрії найчастіше слугують електроди **першого роду** та **індиферентні електроди**.

Метал, занурений у розчин солі того самого металу, відносять до **електродів першого роду**.

Індиферентним називають платиновий або золотий електрод, занурений у розчин, котрий містить будь-яку окисно-відновну систему. Потенціал такого електрода залежить від природи окисно-відновної системи, а також від співвідношення активностей її окисненої (*Ox*) та відновленої (*Red*) форм.

Рівняння Нернста, яке описує цей випадок, ($T = 298 \text{ K}$), має такий вигляд:

$$\varphi = \varphi^0 + \frac{0,059}{n} \lg \frac{a(\text{Ox})}{a(\text{Red})},$$

де φ – рівноважний електродний потенціал окисно-відновної системи, В; φ^0 – стандартний електродний потенціал окисно-відновної системи, В; n – кількість електронів, прийнятих окисненою формою системи при переході до відновленої; $a(Ox)$ – активність окисненої форми системи, моль / л; $a(Red)$ – активність відновленої форми системи, моль / л.

Потенціали будь-яких електродів вимірюють відносно стандартного водневого електрода, потенціал якого умовно вважають рівним нулю. Разом з тим, використовувати стандартний водневий електрод як електрод порівняння незручно, бо через нього необхідно пропускати струм газоподібного водню під певним тиском. З цієї причини в потенціометрії найчастіше електродами порівняння слугують **каломельний і хлоросрібний**, потенціали яких по відношенню до стандартного водневого електрода точно відомі. Їх відносять до **електродів другого роду**.

Електрод другого роду являє собою метал, який перебуває в контакті з важкорозчинною сіллю того самого металу, занурений в розчин, що містить аніони, однойменні важкорозчинній солі.

Для прикладу розглянемо хлоросрібний електрод (рис. 1).

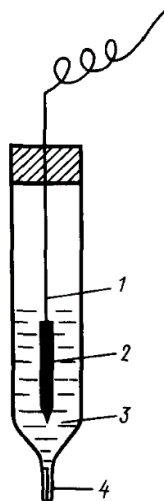


Рис. 1 Схема хлоросрібного електрода:

1 – срібний дріт; 2 – шар важкорозчинної солі $AgCl$;
3 – розчин KCl ; 4 – мікрощілина

Хлоросрібний електрод складається з срібного дроту, покритого шаром важкорозчинної солі $AgCl$ і зануреного в насичений розчин калій хлориду. Електричний контакт між електродом та аналізованим розчином здійснюється через мікрощілину, тому змішування розчинів не відбувається і потенціал електрода залишається сталим.

У кількісному аналізі застосовують методи прямої потенціометрії і потенціометричного титрування.

Пряма потенціометрія передбачає вимірювання ЕРС гальванічного елемента та обчислення за допомогою рівняння Нернста концентрації іонів, які визначають потенціал у розчині. Для цього необхідно точно визначити величину електродного потенціалу в умовах сталої температури, відсутності в розчині солей, що заважають та ін.

При **потенціометричному титруванні** в точці еквівалентності відбувається різка зміна величини потенціалу індикаторного електрода φ , так званий стрибок потенціалу (рис. 2), на якому знаходять точку еквівалентності.

Вимірювання ЕРС при цьому методі потребує меншої точності, тому що це тільки інструмент для визначення точки еквівалентності при титруванні аналізованого розчину будь-яким відповідним робочим розчином.

Потенціометричне титрування передбачає проведення реакцій нейтралізації, окиснення-відновлення, комплексоутворення та осадження із застосуванням майже всіх робочих розчинів, зазвичай відомих у практиці титриметричного аналізу.

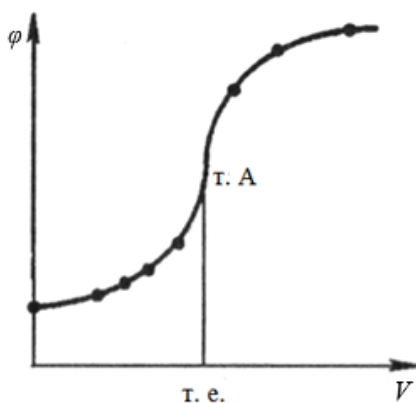


Рис. 2 Крива потенціометричного титрування:

φ – потенціал індикаторного електрода, В; V – об'єм робочого розчину, мл; т. А – середина стрибка потенціалу; т. е. – точка еквівалентності

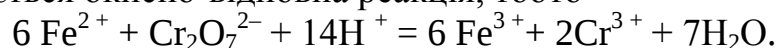
Робота № 3 для виконання практичного завдання за темою

«ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ Fe^{2+} В РОЗЧИНІ»

Мета роботи: визначити вміст Fe^{2+} в аналізованому розчині.

Прилади і реактиви: рН-метр, налаштований на режим вимірювання ЕРС гальванічних елементів. Платиновий електрод. Хлоросрібний електрод. Робочий розчин $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Водний розчин сульфатної кислоти розведений 1:4. Склянка для робочого розчину. Бюретка на 25 мл. Скляна паличка. Склянка на 100 мл для потенціометричного титрування. Мийниця з дистильованою водою.

Вміст феруму (II) визначають шляхом потенціометричного титрування аналізованого розчину робочим розчином $K_2Cr_2O_7$ у кислому середовищі. Під час титрування відбувається окисно-відновна реакція, тобто



Платиновий електрод виконує функцію індикаторного, електродом порівняння слугує хлоросрібний електрод.

Розчин, отриманий студентом в якості задачі, кількісно переносять в потенціометричну комірку і доливають туди 5 мл водного розчину H_2SO_4 (1:4) і 40 мл дистильованої води. Перемішують розчин.

Занурюють електроди в приготований розчин і виконують перше вимірювання ЕРС гальванічного елемента.

Потім в потенціометричну комірку доливають розчин $K_2Cr_2O_7$ порціями по 0,5 мл і після додавання кожної порції та ретельного перемішування розчину вимірюють і записують значення ЕРС гальванічного елемента в табл. 1. За цими даними будують графік (рис.3).

Таблиця 1

Результати потенціометричного титрування

Vр-ну $K_2Cr_2O_7$, мл				
ЕРС, В				

Вимірювання завершують у той момент, коли декілька останніх значень ЕРС будуть приблизно однаковими, тобто на кривій титрування закінчується стрибок.

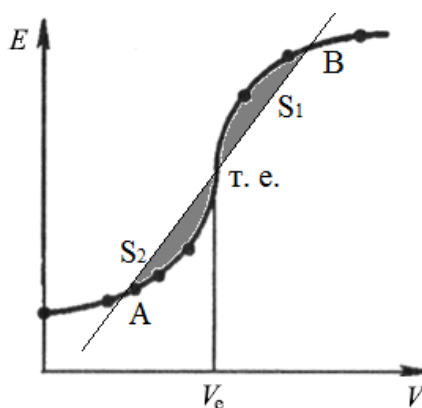


Рис. 3 Крива потенціометричного титрування розчину Fe^{2+} розчином $K_2Cr_2O_7$

За кривою титрування знаходять об'єм розчину $K_2Cr_2O_7$ (V_e), відповідний точці еквівалентності. Для цього проводять пряму АВ так, щоб на графіку площі

S_1 та S_2 були однаковими. Перетин прямої АВ з кривою титрування дає точку еквівалентності (т. е.). Кількість Fe^{2+} в грамах обчислюють за такою формулою:

$$m(Fe^{2+}) = \frac{V_e \cdot N(K_2Cr_2O_7) \cdot m_e(Fe^{2+})}{1000},$$

де $N(K_2Cr_2O_7)$ – нормальність розчину $K_2Cr_2O_7$, моль/л; $m_e(Fe^{2+})$ – маса окисно-відновного еквівалента феруму, г/моль

4. pH-МЕТРИЧНЕ ТИТРУВАННЯ

Один із досить поширених способів потенціометричного методу аналізу – pH-метрія, що передбачає вимірювання концентрація іонів водню в аналізованому розчині.

Найчастіше в якості індикаторного електрода в pH-метрії використовують **скляний електрод**. Цей електрод являє собою скляну трубку, яка закінчується тонкостінною кулькою, виготовлену із скла спеціального складу (рис. 4).

Усередину кульки наливають будь-який буферний розчин (*буферними системами називають розчини, котрі здатні зберігати сталу концентрацію йонів Гідрогену, тобто значення pH середовища, при додаванні до них незначних кількостей кислоти чи лугу*) і поміщають електрод, який слугує провідником електричного струму (наприклад, платиновий дріт).

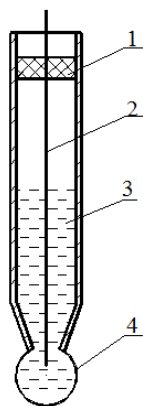


Рис. 4 Схема скляного електрода:

1– пробка; 2 – металевий електрод; 3 – буферний розчин; 4 – кулька із спеціального скла

Завдяки здатності скла обмінювати наявні в ньому іони натрію, на іони водню, які містяться в розчині, на внутрішній і зовнішній поверхнях скляної кульки встановлюється іонна рівновага, під впливом якої там створюється потенціал.

Потенціал скляного електрода за певних значень pH (приблизно від 1 до 10) є лінійною функцією величини pH.

Будучи одним з методів потенціометрії, pH-метрія має два різновиди застосування: точне вимірювання величини pH з подальшим обчисленням $[H^+]$ та pH-метричне титрування.

Визначення величини pH проводять за допомогою спеціальних приладів – pH-метрів. Вони включають блок живлення, електронний підсилювач сигналу та вимірювальну схему. Шкала приладу проградуєвана в одиницях pH.

Електронний підсилювач потрібний для того, аби, долаючи великий опір скла електрода, посилити сигнал, необхідний для вимірювання.

Робота № 4 для виконання практичного завдання за темою

«РН-МЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ СУЛЬФАТНОЇ КИСЛОТИ В РОЗЧИНІ»

Мета роботи: визначення вмісту сульфатної кислоти в аналізованому розчині методом його рН-метричного титрування робочим розчином NaOH.

Прилади і реактиви: рН-метр. Складений електрод. Хлоросрібний електрод. Робочий розчин NaOH. Буферні розчини. Бюретка на 25 мл. Склянка на 100 мл для титрування. Мийниця з дистильованою водою. Склянки для робочого розчину NaOH і буферних розчинів.

1. Титрування сульфатної кислоти лугом

Розчин сульфатної кислоти, виданий в якості задачі, кількісно переносять в чисту склянку об'ємом 100 мл.

Складений і хлоросрібний електроди занурюють у розчин.

Відлік проводять за шкалою приладу після того, як показ рН набуде сталого значення і записують результат у табл. 3

Бюретку заповнюють робочим розчином NaOH. Доливають розчин NaOH до розчину H_2SO_4 порціями по 0,5 мл. Після додавання кожної порції перемішують розчин скляною паличкою, яку не виймають до закінчення досліду. Проводять відлік рН за шкалою приладу після того, як покази набудуть сталих значень.

Записують у таблицю об'єм робочого розчину NaOH, доданого до розчину H_2SO_4 , і відповідне йому значення рН в таблицю 2, наприклад:

Таблиця 2

Результати титриметричного визначення вмісту H_2SO_4 в розчині

V(NaOH),мл					
pH					

7. Будують криву титрування сульфатної кислоти розчином лугу (рис.5).

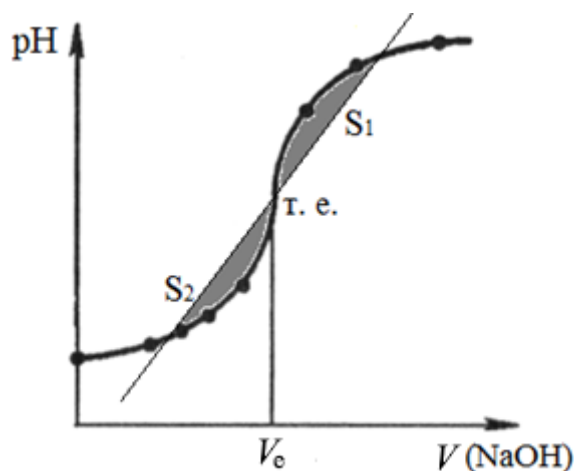


Рис. 5 Крива титрування сульфатної кислоти лугом.

Побудувавши графік титрування знаходять на кривій точку еквівалентності (проводять січну лінію так, щоб площі S_1 та S_2 приблизно дорівнювали одна одній), за якою визначають еквівалентний об'єм $V_e(\text{NaOH})$.

Обчислюють масу сульфатної кислоти за такою формулою:

$$m(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{V_e \cdot N(\text{NaOH}) \cdot m_e(\text{H}_2\text{SO}_4)}{1000} \text{ г},$$

де $N(\text{NaOH})$ – нормальна концентрація робочого розчину натрій гідроксиду;
 $m_e(\text{H}_2\text{SO}_4)$ – маса еквівалента сульфатної кислоти.

5. КОНДУКТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД АНАЛІЗУ

Кондуктометричний метод аналізу ґрунтується на вимірюванні електричної провідності розчину W , яка характеризує здатність електроліту проводити електричний струм:

$$W = I / U = 1 / R$$

де I — сила струму, U — напруга, R — електричний опір. Метод придатний лише для розчинів електролітів, оскільки провідність зумовлена дисоціацією молекул на іони та їх міграцією в електричному полі.

5.1 Різновиди електропровідності

Питома електропровідність — це величина, обернена до питомого опору розчину та характеризує здатність матеріалу проводити електричний струм.

Еквівалентна електропровідність називається здатність розчину електроліту проводити електричний струм, а саме провідність об'єму розчину, котрий містить 1 моль еквівалента речовини, розміщеного між двома електродами на відстані 1 см, *(дана характеристика є важливою для кондуктометричних методів аналізу, бо визначає концентрацію та природу іонів)*.

Молярна електропровідність — це величина, котра характеризує здатність розчину електроліту проводити електричний струм, що припадає на 1 моль розчиненої речовини, має тенденцію збільшуватися при зменшенні концентрації, поки не досягне граничної молярної провідності при нескінченному розведенні.

Вимірювання проводять за допомогою **кондуктометричної комірки** з двома однаковими інертними електродами. Основною характеристикою комірки є її константа, яка пов'язана з питомою електропровідністю та опором розчину. Як вимірювальні прилади використовують кондуктометри або мости змінного струму. Розрізняють низькочастотну (≈ 50 Гц) та високочастотну (> 1 МГц) кондуктометрію.

5.2 Пряма кондуктометрія

Пряма кондуктометрія широко використовується

- для визначення вмісту індивідуальних електролітів в розчинах; визначення електроліта в суміші якщо концентрація домішків не змінюється;
- для контролю процесу очищення розчинника з низькою електричною провідністю (наприклад, дистильованої води);
- для контролю якості рідких харчових продуктів (молока, напоїв, вин);

– для визначення вмістуологи в органічних розчинниках, твердих солях, тощо;

– для контролю якості технічної води, що використовується у промисловості - тонких хімічних технологіях, фармацевтичних, харчових та теплотехнічних виробництвах, технологіях водоочищення, оцінки забрудненості стічних вод;

– визначенні твердості води тощо.

Переваги методу прямої кондуктометрії відрізняється простотою, надійністю, достатньою точністю результатів (1 – 2 %), доступним обладнанням, але має ряд недоліків – обмеженість об'єктів аналізу, вплив на результати забруднення сторонніми електролітами; за високих концентрацій результати можуть бути неоднозначними.

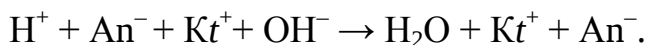
5.3 Кондуктометричне титрування

Метод кондуктометричного титрування полягає у побудові залежності електричної провідності розчину від об'єму титранту (кривої титрування), з якої за зломом кривої визначають об'єм титранту в точці еквівалентності та проводять розрахунок результатів аналізу за законом еквівалентів.

Для кондуктометричного титрування необхідно, щоб рухливості іонів, які вступають у реакцію, та іонів, що утворюються в її результаті, значно відрізнялись одна від одної.

Під час титрування електрична провідність буде помітно змінюватися, якщо вводити чи видаляти іони з високою рухливістю.

Найчастіше використовують ті реакції, де продуктом є слабкий електроліт (кисотно-основна взаємодія, комплексоутворення) чи малорозчинна сполука (реакція осадження) або відбувається перетворення іонів у молекулярну форму, і навпаки, в результаті чого спостерігається злам на кривій титрування. У кисотно-основному титруванні (наприклад, для сильної кислоти) таким малодисоційованим продуктом є вода:



До точки еквівалентності у розчині відбувається зменшення кількості рухливих іонів гідрогену та гідроксиду за рахунок утворення малорухливих молекул води, що призводить до зниження провідності та спадання частини кривої. Після досягнення точки еквівалентності провідність розчину підвищується за рахунок збільшення кількості рухливих іонів гідроксиду в перетитрованому розчині. Форма кривих титрування залежить від природи визначуваної речовини і може мати різний вигляд (рис. 6, а, б, в, г).

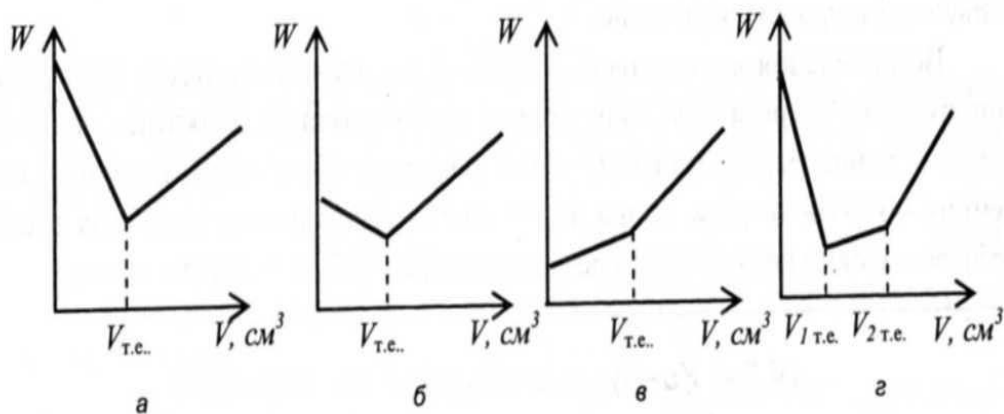


Рис. 6. Криві кондуктометричного титрування сильної кислоти (а); кислоти середньої сили (б); слабкої кислоти (в); суміші сильної і слабкої кислоти (г)

Титрування суміші сильної та слабкої кислот відбувається за умови, що різниця силових показників цих кислот (pK) є більшою, ніж 4 (рис. 7, г). Спочатку титрується сильна кислота, оскільки її присутність пригнічує дисоціацію слабкої сполуки. Після досягнення першої точки еквівалентності в реакцію вступає дисоційована слабка кислота, кількість якої визначається витратою титранту між першою та другою точками еквівалентності.

Робота № 5 для виконання практичного завдання за темою

«ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ СИЛЬНОЇ КИСЛОТИ МЕТОДОМ КОНДУКТОМЕТРИЧНОГО ТИТРУВАННЯ»

Мета роботи: визначення вмісту сильної кислоти методом кондуктометричного титрування розчином лугу.

Сутність роботи. Криві титрування сильної кислоти (H_2SO_4 , HCl) сильними основами мають один різкий злам, що відповідає положенню точки еквівалентності.

Прилади і реактиви: кондуктометр з вимірювальним датчиком; магнітна мішалка із стрижнем; мірна колба місткістю 100 см^3 ; бюретка; 2 склянки місткістю 100 і 200 мл; стандартний 0,1 N розчин $NaOH$.

Виконання роботи. Отримати пробу аналізованого розчину. Перенести її в мірну колбу місткістю 100 см^3 і додати дисцильовану воду до мітки.

Для проведення кондуктометричного титрування 20 см^3 цього розчину переносять в склянку об'ємом 100 см^3 , додають дистильовану воду на 2 – 3 мм вище рівня електродів і титрують стандартним розчином лугу, додаючи його

порціями по 0,1 – 0,2 см³ і вимірюючи питому електропровідність розчину після додавання кожної порції титранта.

За результатами титрування будують криву титрування в координатах κ (мСм/см), – V , (Рис.7 а) і розраховують вміст кислоти за законом еквівалентів.

$$m(\text{кислоти}) = \frac{V_e \cdot N(\text{NaOH}) \cdot 100 \cdot m_e(\text{кислоти})}{1000 \cdot V(\text{кислоти})} \text{ г},$$

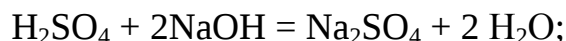
де $N(\text{NaOH})$ – нормальна концентрація робочого розчину натрій гідроксиду; $V(\text{кислоти})$ – об'єм розчину кислот; $m_e(\text{кислоти})$ – молярна маса еквівалента кислоти.

Робота № 6 для виконання практичного завдання за темою

«ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ H₂SO₄ І NiSO₄ В СУМІШІ МЕТОДОМ КОНДУКТOMETРИЧНОГО ТИТРУВАННЯ»

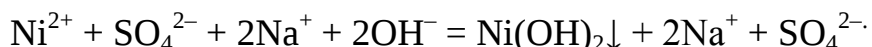
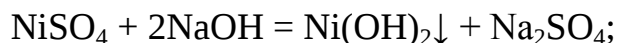
Мета роботи: визначити масу H₂SO₄ і NiSO₄ · 7H₂O (г) в суміші методом кондуктометричного титрування з використанням реакцій кислотно-основної взаємодії і осадження.

Сутність роботи. На кривій титрування суміші H₂SO₄ і NiSO₄ · 7H₂O лугом спостерігаються два злами. Перший злам відповідає відтитровуванню H₂SO₄:



В ході титрування високорухливі іони H⁺ ($\lambda^0 = 362$) замінюються менш рухливими іонами Na ($\lambda^0 = 52$), і електропровідність розчину за рахунок відтитровування сульфатної кислоти зменшується.

При подальшому додованні луку відбувається осадження малорозчинного нікель гідроксиду :



Оскільки рухливості іонів Ni²⁺ ($\lambda^0 = 52$) і Na⁺ ($\lambda^0 = 52$) однакові, то зміна електропровідність розчину при протіканні цієї реакції буде незначною.

Після досягнення точки еквівалентності (т. е.), що відповідає відтитруванню нікель сульфату, при подальшому додаванні лугу збільшується концентрація високорухливих іонів OH^- ($\lambda^0 = 205$) і електропровідність розчину зростає.

Таким чином, об'єм титранта в першій точці еквівалентності V_1 відповідає відтитруванню H_2SO_4 , а різниця об'ємів титранта в другій і першій точках еквівалентності ($V_2 - V_1$) відповідає відтитруванню NiSO_4 .

Прилади і реактиви: кондуктометр з вимірювальним датчиком; магнітна мішалка із стрижнем; бюретка; склянка місткістю 150 мл; 0,1 М стандартний розчин NaOH або KOH.

Виконання роботи.

Проведення титрування. Отримати аналізований розчин в склянку для титрування, додати $\sim 70 - 100$ мл дистильованої води, занурити в склянку стрижень магнітної мішалки і вимірювальний датчик таким чином, щоб отвори на захисному корпусі датчика знаходилися в розчині (при необхідності долити дистильовану воду).

При постійному перемішуванні провести титрування, додаючи в аналізований розчин по $0,2 - 0,5$ мл стандартного розчину лугу із бюретки і фіксуючи значення питомої електропровідності κ (мСм/см). Титрування продовжувати до тих пір, доки не буде отримано $5 - 8$ точок на висхідній ділянці кривої після другого зламу.

Розрахунок результатів. Побудувати криву титрування в координатах κ , мСм/см, – V , мл. Для знаходження об'ємів титранта в точках еквівалентності слід продовжити лінійні ділянки кривої до перетинів і визначити V_1 і V_2 .

На основі закону еквівалентів розрахувати масу (г) H_2SO_4 і $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

6. КОЛОРИМЕТРІЯ

Будь-яка речовина здатна поглинати й відбивати електромагнітне випромінювання. Характер і величина поглинання й відбиття світла залежать від природи речовини та її концентрації в розчині. Описані властивості використовують у кількісному аналізі *оптичними* методами, зокрема за допомогою *колориметрії*.

Кількісний аналіз, в основі якого лежить явище світлопоглинання поділяють на два види – *колориметрію* і *спектрофотометрію*.

Колориметрія – аналіз, що базується на вимірюванні поглинання видимого світла без попереднього виділення монохроматичного випромінювання (це так зване «біле» світло або світло, пропущене через широкосмугові світлофільтри).

Спектрофотометрія – аналіз, у якому застосовують монохроматичне випромінювання як у видимій, так і в прилеглих до неї ультрафіолетовій та інфрачервоній ділянках спектра.

Якщо пропустити через шар речовини (зокрема розчину) пучок світла інтенсивністю I_0 , то після проходження через цей шар його інтенсивність зменшиться до показника I_t , що зумовлено таким співвідношенням:

$$T = \frac{I_t}{I_0},$$

де T – *величина пропускання*, що змінюється в інтервалі від 0 до 1.

Якщо величина пропускання віднесена до шару розчину товщиною в 1 см, то її називають *коефіцієнтом пропускання*.

Поглинання випромінювання можна характеризувати величиною *оптичної густини*, вираженою таким чином:

$$D = -\lg T; \quad (1)$$

$$D = \lg \frac{I_0}{I_t}, \quad (2)$$

де D – оптична густина, яка може змінюватися в діапазоні від 0 до ∞ .

Оптична густина розчинів залежить від їх складу і товщини шару розчину, який поглинає світло. Ця залежність описується об'єднаним *законом Бугера – Ламберта – Бера*.

Основний закон колориметрії – *закон Бугера – Ламберта – Бера*, відображає залежність між поглинанням випромінювання розчином і концентрацією в ньому поглинальної речовини. Згідно з цим законом

$$I_t = I_0 \cdot 10^{-\varepsilon l c} \quad (3)$$

де l – товщина шару розчину, який поглинає світло, см; ε – молярний коефіцієнт поглинання (екстинкції), який дорівнює оптичній густині розчину речовини з концентрацією 1 моль/л у кюветі з товщиною шару рідини 1 см, л/(моль·см); C – концентрації речовини в розчині, моль/л.

Значення коефіцієнта ε залежить від природи речовини, що поглинає світло, від заданих величин довжини хвилі і температури розчину.

Використовуючи рівняння (2) та (3) отримуємо вираз для визначення оптичної густини D , (об'єднаний **законом Бугера – Ламберта – Бера**) а саме:

$$D = \varepsilon l C \quad (4)$$

За відсутності інших фізико-хімічних факторів оптична густина (D) розчину прямо пропорційна шляху (l), який проходить випромінювання, і концентрації (C) речовини в розчині.

Графік залежності оптичної густини D від концентрації C виражається прямою лінією, що йде від початку координат.

Фотоколориметричний метод пов'язаний з вимірюванням струму, що виникає в фотоелементі під дією світла, яке пройшло через досліджуваний розчин. Цей метод аналізу дає більш точні результати порівняно з візуальною колориметрією, а також полегшує роботу аналітика, усуваючи стомлюваність очей.

Робота № 7 для виконання практичного завдання за темою

«ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ФЕРУМУ (II) І ФЕРУМУ (III) В РОЗЧИНІ»

Мета роботи. Визначення концентрації феруму (II) та феруму (III) у водному розчині фотоколориметричним методом.

Сутність роботи. Іони феруму (II), і феруму (III), реагуючи з сульфосаліциловою кислотою в аміачному середовищі, утворюють забарвлену в жовтий колір комплексну сполуку. Отже, в аміачному середовищі визначають сумарний вміст обох форм феруму.

У кислому середовищі сульфосаліцилова кислота утворює сполуку з ферумом (III) червоно-бурого кольору, тому в кислих розчинах визначають концентрацію тільки феруму (III). За різницею між результатами обох визначень знаходять вміст феруму (II).

Властивості отриманих внаслідок реакцій забарвлених розчинів відповідають закону Бугера – Ламберта – Бера і дуже стійкі.

Прилади і реактиви: фотоелектричний колориметр типу КФК – 2ПМ; мірні колби на 100 мл (6 шт.); 1 N розчин HCl; 20 % розчин сульфосаліцилової кислоти; концентрована HNO₃; 25 % розчин аміаку; 4 мірних циліндри.

1. Побудова калібрувальних кривих

Щоб побудувати калібрувальну криву для визначення концентрації Fe (III), готують серію стандартних розчинів. У 6 мірних колб об'ємом 100 мл наливають 0, 1, 2, 3, 4, 5 мл вихідного стандартного розчину Fe (III). Розчин з нульовим вмістом Fe (III) призначено для "холостого досліду". У кожну мірну колбу додають по 10 мл 1 N розчину HCl і по 15 мл 20 %-ного розчину сульфосаліцилової кислоти. Доводять об'єм розчину дистильованою водою в кожній посудині до позначки і ретельно перемішують.

Концентрацію Fe (III) обчислюють у кожному стандартному розчині за такою формулою:

$$C(\text{Fe(III)}) = \frac{C_{\text{Fe(III)}}^{\text{вих}} \cdot V_{\text{ст}}}{V_{\text{м.к.}}},$$

де $C(\text{Fe (III)})$ – концентрація Fe (III) у мірній колбі, моль/л; $C_{\text{Fe(III)}}^{\text{вих}}$ – концентрація вихідного стандартного розчину Fe (III), моль/л; $V_{\text{ст}}$ – об'єм вихідного стандартного розчину, мл; $V_{\text{м.к.}}$ – об'єм мірної колби, мл.

На фотоколориметрі вимірюють оптичну густину D та будують калібрувальну криву в координатах $C(\text{Fe (III)}) - D$ (рис. 7).

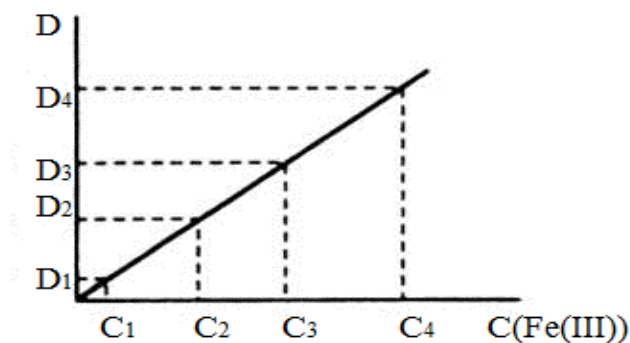


Рис. 7 Калібрувальна крива для фотоколориметрії

Побудова калібрувальної кривої для визначення суми вмісту Fe (II) і Fe (III) в розчині вимірювання відбувається за наведеною вище методикою з тією різницею, що вихідний стандартний розчин, що містить Fe (II) і Fe (III), а замість 10 мл 1 N розчину HCl, у кожну мірну колбу додають 1 мл концентрованої HNO₃ і 10 мл 25% -ного водного розчину аміаку.

2. Визначення вмісту феруму (III)

Кожен студент отримує в якості задачі розчин для аналізу в мірній колбі. У цей розчин за допомогою мірних циліндрів відміряють і наливають 10 мл 1 N розчину HCl і 15 мл 20 % розчину сульфосаліцилової кислоти. Об'єм розчину доводять до мітки, додаючи дистильовану воду і ретельно перемішують вміст.

Щоб приготувати розчин для "холостого досліду", у мірну колбу об'ємом 100 мл наливають розчини хлоридної і сульфосаліцилової кислот у зазначеній вище кількості, доводять об'єм розчину до мітки додаючи дистильовану воду і перемішують.

Через 10 хв після приготування досліджуваного розчину починають визначати його оптичну густину за допомогою фотоколориметра. Користуючись калібрувальною кривою (рис. 8), за результатами виміряної оптичної густини визначають концентрацію Fe (III) в розчині.

3. Визначення вмісту суми феруму (II) і феруму (III)

У мірну колбу з розчином, виданим в якості задачі, додають за допомогою мірних циліндрів 15 мл 20 % розчину сульфосаліцилової кислоти, 1 мл концентрованої HNO₃ і 10 мл 25 % розчину аміаку. Доводять об'єм розчину до мітки, додаючи дистильовану воду і ретельно перемішують вміст.

Готуючи розчин для "холостого досліду", у мірну колбу об'ємом 100 мл наливають сульфосаліцилову й нітратну кислоти і розчин аміаку в зазначеній вище кількості, доводять об'єм розчину до мітки додаючи дистильовану воду і перемішують.

Через 10 хв після приготування досліджуваного розчину починають визначення його оптичної густини за допомогою фотоколориметра. Користуючись калібрувальною кривою, визначають суму концентрацій Fe (II) і Fe (III).

Концентрацію Fe (II) у розчині обчислюють як різницю між отриманими результатами, а саме:

$$C(\text{Fe (II)}) = [C(\text{Fe (II)} + C(\text{Fe (III)})] - C(\text{Fe (III)}).$$

7. МІКРОСКОПІЧНИЙ МЕТОД ДОСЛІДЖЕННЯ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ

7.1. Призначення мікроаналізу.

Мікроскопічний аналіз (мікроаналіз) полягає у вивченні структури металів і сплавів за допомогою металографічного мікроскопа.

Під *структурою* розуміють такі особливості матеріалів, які обумовлені розміром, формою і взаємним розташуванням кристалів або зерен, їх кількісним співвідношенням. Залежно від розмірів структурних складових і вживаних методів їх виявлення використовують наступні поняття: *макроструктура*, *мікроструктура* і *тонка структура*. Вивчаючи будову кристалів неозброєним оком чи при невеликих збільшеннях за допомогою лупи, виявляють *макроструктуру* матеріалу.

Більшість матеріалів складаються з дрібних кристалів (зерен). Спостерігати такі дрібні структурні складові – *мікроструктуру* можливо за допомогою оптичного (розміром до 10^{-7} м) або електронного (розміром до $2 \cdot 10^{-10}$ м) мікроскопа.

Цей метод широко використовується в дослідницьких роботах, а також для контролю якості металів і сплавів в промисловості. Це пояснюється тим, що між структурою металів і сплавів і їх властивостями, передусім механічними, існує тісний зв'язок.

Мікроскопічні методи дають можливість визначити розміри і форму кристалів, наявність кристалів, різних за своєю формою, їх розподіл і відносні об'ємні кількості, форму чужерідних включень, мікропорожнеч та ін.

Величина зерна полікристалічних матеріалів є однією з важливих характеристик структури і визначає більшість фізико-механічних властивостей матеріалів. Наприклад, міцнісні властивості металів залежать від розміру зерен і вони тим вище, чим меншого вони розміру. Така ж залежність відслідковується і для сплавів.

Мікроскопічний метод дослідження (мікроаналіз) дозволяє вивчити мікроструктуру (мікробудова) за допомогою оптичного або електронного мікроскопів. Оптичний мікроскоп дозволяє досліджувати структуру металів і сплавів зі збільшенням до 2000 разів.

Дослідження кристалічної будови при великих збільшеннях, до 200000 разів, призводиться за допомогою електронного мікроскопа.

Тонка структура описує розташування елементарних частинок в кристалі і електронів в атомі. Вивчається вона дифракційними методами (рентгенографія, електроннографія, нейтронографія)

За допомогою мікроаналізу визначають:

1. форму і розміри кристалічних зерен;
2. зміну структури, що відбувається під впливом термічної і хіміко-термічної обробки, а також під дією пластичної деформації;

3. мікродефекти – мікротріщини, раковини, пори і т. п;
4. неметалічні включення – графіт, сульфід, оксиди і т. п.

Для проведення мікроаналізу необхідні знання в методиці приготування мікрошліфів, в облаштуванні мікроскопів і методах мікроскопічного аналізу.

7.2. Приготування мікрошліфа

Мікрошліфом називається зразок металу, спеціально підготовлений для дослідження його структури під мікроскопом. Поверхня мікрошліфа має бути абсолютно плоскою і дзеркальною.

Підготовка мікрошліфа зводиться до наступних операцій:

1. Виготовлення зразка.
2. Вирівнювання поверхні зрізка.
3. Шліфування.
4. Полірування.
5. Виявлення структури травленням (якщо це необхідно).

1. Виготовлення зразка. Зразок для приготування шліфа слід вирізати без нагріву (краще механічним способом) в такому місці заготівлі або виробу, яке характеризувало б будову металу не лише тієї ділянки, з якої відібраний зразок, але і усього об'єму металу.

Має значення також правильний вибір поверхні, по якій потрібно приготувати мікрошліф. Наприклад, мікроструктуру листового металу вивчають у поверхні листа, а також в його подовжньому і поперечному перерізах.

Найбільш зручними розмірами мікрошліфа є циліндр діаметром $d = 10...18\text{мм}$, або паралелепіпед з стороною основи $d = 12...15\text{мм}$ і заввишки $h = 10...15\text{мм}$

2. Вирівнювання поверхні зразка. Отримання плоскої поверхні досягається спилюванням або заточуванням зразка на абразивному крузі з періодичним охолодженням для уникнення перегрівання.

3. Шліфування поверхні зразка для приготування шліфа. Площину зразка шліфують вручну або на шліфувальних станках з кругами, на яких знаходиться шліфовальний папір. Для отримання шліфа з рівною і плоскою поверхнею абразивне шліфувальне полотно (папір) слід покласти на товсте шліфоване скло. Шліфування роблять поворотним прямолінійним рухом оброблюваною поверхнею по абразивному полотну: переміщують зразок від себе із слабким навантаженням (робочий хід) і до себе без навантаження, не відриваючи оброблювану поверхню від абразивного паперу (холостий хід).

Шліфування починають на грубих (крупнозернистих з абразивним зерном 125–150 мкм) абразивних шкірках до повного видалення нерівностей, що залишились від попередніх дій (рис. 8 а). Далі переходять до більш дрібнозернистого абразивного паперу для зменшення шорсткості поверхні і закінчують шліфування на мікронних матеріалах (2,8 – 3,5 мкм)

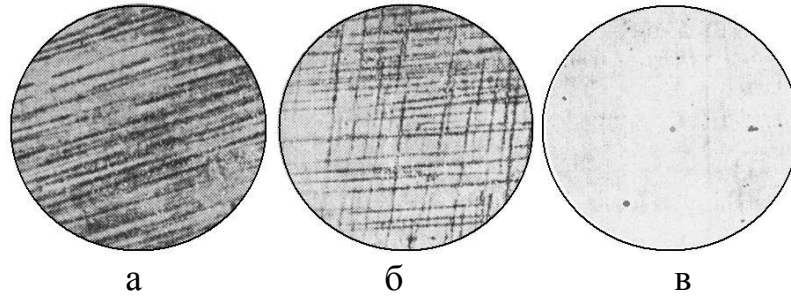


Рис. 8. Різний ступінь стану поверхні мікрошліфа: а – підготовлений до більш тонкого шліфування; б – потребує продовження шліфування на відповідному абразиві; в – стан поверхні мікрошліфа після поліровки

4.Полірування шліфів. Наступний етап після видалення рисок при шліфуванні на папері з найдрібнішим зерном – це полірування поверхні до дзеркального блиску. Полірувати можна механічним або електрохімічним методом.

Механічне полірування роблять на полірувальному устаткуванні (верстаті) з металевим, обтягнутим тонким сукном, фетром, драпом або іншим матеріалом диском, який обертається, (рис. 9). Тканину полирувального круга періодично змочують суспензією (полірувальною рідиною, яка містить у воді дрібний порошок алюміній оксиду або хром оксиду), заздалегідь збовтуючи її. Більш широке використання знаходять алмазні пасту, які наносять на спеціальну тканину або папір.



Рис. 9 Рекомендований прийом полірування шліфа на полирувальній установці: 1 – стіл полірувальної установки, 2 – диск, 3 – сукно, 4 – захисний кожух

Електрохімічне полірування – найбільш сучасний метод полірування. Для цього зразок у якості аноду поміщують у електролітичну ванну. Склад електроліту (фосфатна, сульфатна, хлорна кислоти), матеріал катода (свинець, мідь, алюміній) та щільність струму на аноді залежать від матеріалу, що полірується. При пропусканні струму усі нерівності, що залишилися на поверхні після шліфовки зразка, розчиняються, і він набуває дзеркальної поверхні. Полірування вважається

закінченим, якщо на полірованій поверхні під мікроскопом не виявляються риси, подряпини та ін. дефекти (рис. 8 в). Після полірування зразок промивають проточною водою, потім спиртом і ретельно висушують фільтрувальним папером, прикладаючи його до шліфа, але не витираючи

5. Травлення мікрошліфів. По дзеркальній поверхні зразка, отриманій після полірування, не можна судити про структуру сплаву. Тільки неметалічні включення (сульфіди, оксиди, графіт в сірому чавуні) внаслідок їх забарвленості в різні кольори різко виділяються на світлому фоні полірованого мікрошліфа. Тому для виявлення мікроструктури поліровану поверхню зразка піддають травленню, тобто дії розчинів кислот, лугів, солей, завдяки чому неоднорідні ділянки метала або сплаву можна побачити під мікроскопом.

Сутність процесу виявлення структури металів і сплавів травленням полягає в різному ступені розчинення або забарвлення окремих структурних складових – зерен чистих металів, твердих розчинів, хімічних сполук.

Різні структурні складові мають різний електродний потенціал. Коли полірована поверхня сплаву вкрита травильним розчином, що є електролітом, то ті структурні складові сплаву, що мають більш електронегативний електродний потенціал, являючись анодами, будуть розчинятися. Інші структурні складові з позитивнішим електродним потенціалом, будуть катодами і залишатимуться незмінними.

Таким чином, в результаті травлення на поверхні мікрошліфа утворюються численні западини і виступи, які і характеризують мікроструктуру.

Якість травлення перевіряють під мікроскопом при тому ж збільшенні, при якому передбачається вивчення шліфа.

Хімічне травлення здійснюється шляхом занурення зразка в реактив, або протирання зразка за допомогою тампона. Час травлення найчастіше встановлюється експериментальним шляхом. У більшості випадків ознакою травлення є потьмяніння поверхні, що настає, зазвичай, за декілька секунд. Після травлення мікрошліф промивають водою, протирають ватою, змоченою спиртом, а потім просушують прикладанням фільтрувального паперу або легким протиранням сухою ватою. Травлення можна здійснювати і електролітичним методом.

Приклади рекомендованих реактивів для виявлення структури різних металів і сплавів:

Залізовуглецеві сплави (сталь, чавун)

1. 1–5 % розчин HNO_3 в етиловому спирті. Реактив виявляє структуру загартованої і відпущеної сталі. Травлення відбувається протягом від декількох секунд до хвилин.

2. Насичений водний розчин пікринової кислоти з додаванням 1–5 % поверхнево-активних речовин, що входять до складу миючих засобів.

Слугує для виявлення меж зерен аустеніту в загартованій сталі. Травлення відбувається при 20° С від 5 до 30 хв , при 70° С – 0,5 – 6 хв.

3. 3 частини HCl і 1 частина HNO₃. Реактив виявляє структуру нержавіючої сталі та сплавів.. Перед вживанням реактив потрібно витримати 20 – 30 годин.

Мідь і її сплави

15 см³ HCl; 5 г FeCl₃; 100 см³ води. Час травлення від 30 с до 2 хв. Шліф травлять послідовним втиранням, а потім занурюють в реактив.

Алюміній і його сплави

5 – 20 % розчин NaOH у воді. Травлення шліфа відбувається зануренням в розчин або втиранням його від 30 с до 1хв. Темний наліт, що утворюється на шліфі, видаляють зануренням в концентровану нітратну кислоту.

7.3. Дослідження мікрошліфа

Металографічний мікроскоп дозволяє вивчати непрозорі зразки у відбитому світлі. У цьому його основна відмінність від біологічного мікроскопа.

Вивчення мікроструктури доцільно розпочинати з розгляду нетравленого мікрошліфа, тобто безпосередньо після полирування, промивання і висушування. При дослідженні можна виявити на світлому полі темні або сірі точки і лінії, які можуть являти собою неметалічні включення.

У сталі вивчають оксиди, сульфіді, шлаки, силікати, а в чавуні – графітні включення. Неметалічні включення мають інший коефіцієнт відображення, ніж основний метал.

Для характеристики забруднення сталі неметалічними включеннями застосовується шкала балів (рис. 10).

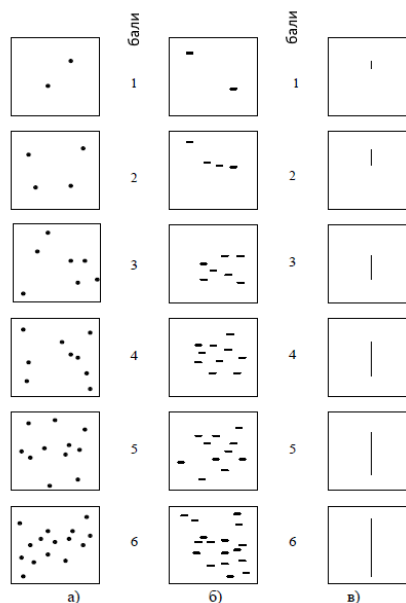


Рис. 10 Шкала балів неметалічних включень в сталі: а) оксиди
б) сульфіді, в) силікати.

Виявлення мікроструктури металів ґрунтується на нерівномірному розчиненні в реактиві структурних складових. У чистому металі границі меж зерен піддаються травленню сильніше, ніж тіло зерна. В результаті на межах зерен після травлення утворюються заглиблення, які розсіюють ("гасять") промені світла, і тому ці структури під мікроскопом спостерігаються у вигляді темних ліній (рис.11) Наприклад, мікроструктура однофазного сплава - фериту спостерігається на рис. 12.

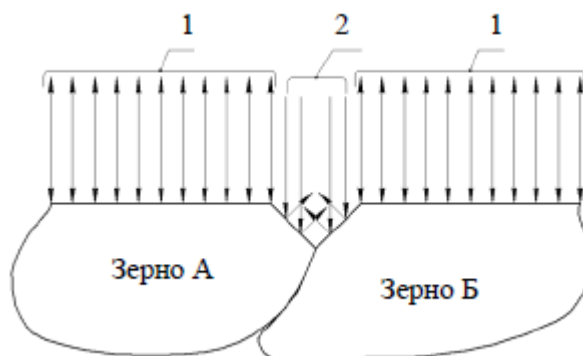


Рис. 11 Відображення потоку світла від поверхні шліфа в чистих металах:
1 – прямий і відбитий потік світла, 2 – розсіяний потік світла



Рис.12 Мікроструктура технічного заліза (ферит), х 100.

У сплавах неоднорідні структурні складові також мають неоднакову розчинність і тому на поверхні шліфа утворюється певний рельєф різної глибини (рис. 13 а).

Зерна перліту, що є сумішшю пластинок фериту й цементиту, протравлюються сильніше, ніж однорідні зерна фериту.

Світло по різному відбивається від тих і інших зерен, і тому зерна фериту виглядають під мікроскопом світлими, а зерна перліту темними (рис. 13 б).

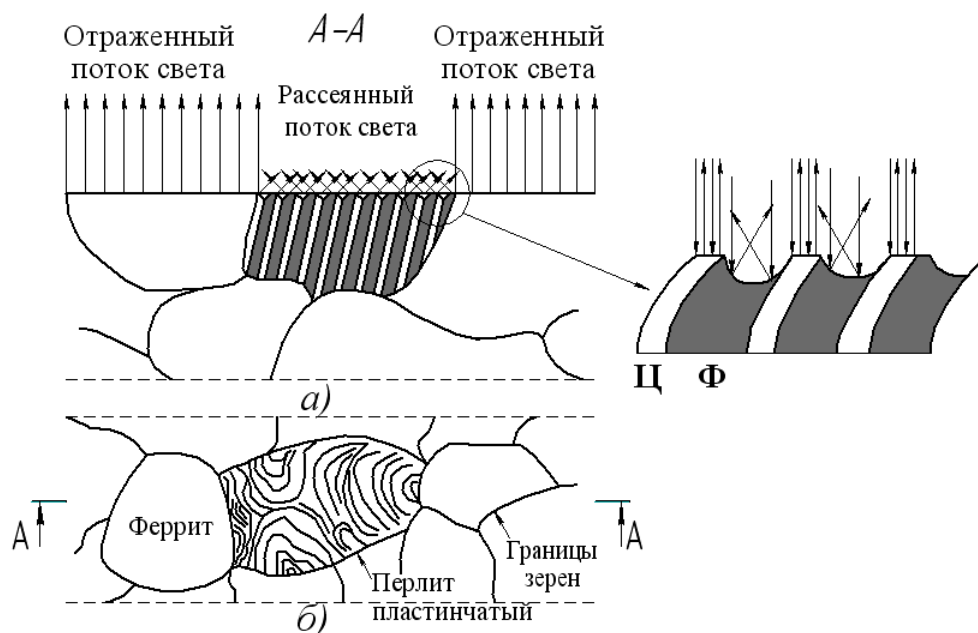


Рис. 13 Схема відображення потоку світла в неоднорідному ферито-перлітовому сплаві (а) і спостережувана мікроструктура в ній під мікроскопом (б) : Ц - пластина цементита в перліті (світла); Ф - пластина ферита в перліті (темна)

Робота №8 для виконання практичного завдання за темою

«МІКРОАНАЛІЗ ШЛІФІВ ЧАВУНУ І СТАЛІ З ВИКОРИСТАННЯМ МЕТАЛОГРАФІЧНОГО МІКРОСКОПА»

Мета роботи: набути навичок проведення мікроаналізу нетравленого і травленого шліфа сплавів, вивчити основні етапи приготування мікрошліфів і використання металографічного мікроскопа.

Постановка завдання:

Дано: зразки чавуну та сталі 45.

Визначити характер включень графіту в мікрошліфі нетравленого чавуну (зразок №1) та види включень в нетравленому та травленому мікрошліфі сталі 45 (зразки №2 і №3)

Прилади і реактиви:

1. Комплект мікрошліфів.
2. Мікроскоп металографічний
3. 1–5 % розчин HNO_3 в етиловому спирті.

Порядок виконання роботи

1. Ознайомитися з методикою мікроаналізу і облаштуванням мікроскопу.
2. Вивчити процес приготування і травлення мікрошліфів.

3. Налаштувати мікроскоп, використовуючи мікрошліф нетравленого чавуну (зразок №1), розглянути характер включень графіту і замалювати структуру.

4. Розглянути і замалювати включення в нетравленому мікрошліфі сталі 45 (зразок №2), визначивши при цьому вид включень (оксиди, сульфіди, силікати) і їх кількість (бал) шляхом порівняння зі шкалою "неметалічні включення в сталі" (рис. 5).

5. Розглянути і замалювати структуру сталі 45 після травлення (зразок № 3).

6. Під малюнками вказати збільшення мікроскопа, при якому відбувалось спостереження, а також спостережувані включення і структури.

7. Скласти звіт про дану роботу.

Схема та опис устаткування

Мікроскоп металографічний вертикальний

Металографічний мікроскоп дозволяє розглядати при збільшенні від 60 до 1500 разів непрозорі тіла у відбитому світлі.

Мікроскоп металографічний (рис. 14) складається з трьох основних частин: освітлювача, корпусу і верхньої частини.

Освітлювач I має ліхтар 1, у середині кожуха якого знаходиться лампа. Центруючі гвинти 2 слугують для поєднання центру нитки лампи з оптичною віссю колектора.

Корпус II мікроскопа. У корпусі мікроскопа знаходяться: диск 3 з набором світлофільтрів; руків'я 4 перемикачів фотоокулярів; посадочне пристрій для рамки 5 з матовим склом або касети з фотопластинкою 9 x 12 мм; вузол апертурної діафрагми, закріплений під оправою освітлювальної лінзи 6; кільце з накаткою 7, що слугує для зміни діаметру діафрагми; гвинт 8, обертанням якого зміщується діафрагма для створення косого освітлення; гвинт 9 для фіксації повороту апертурної діафрагми.

Верхня частина III мікроскопа має наступні деталі.

1. Ілюмінаторний тубус 10, у верхній частині якого розташований отвір під об'єктив. На патрубку ілюмінаторного тубуса розташована рамка з лінзами 11 для роботи у світлому і темному полі і руків'я 12 для включення діафрагми 24

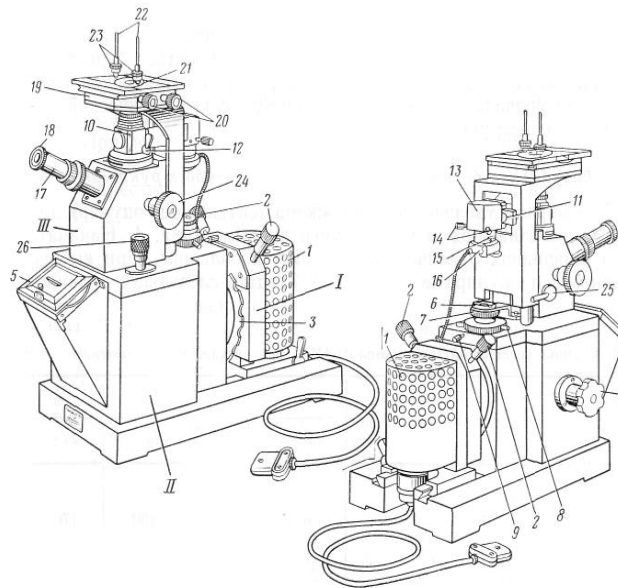


Рис. 14. Загальний вигляд мікроскопа металографічного

при роботі в темному полі; під кожухом 13 – пентапризма. У нижній частині кожуха 13 розташовані центрировочні гвинти 14 польової діафрагми, діаметр якої змінюють за допомогою поводка 15. Під конусом польової діафрагми знаходиться фотозатвір 16.

2. Візуальний (зоровий) тубус 17, в отвір якого поміщується окуляр 18. При візуальному спостереженні тубус всувають до упору, а при фотографуванні його повністю висувують.

3. Предметний столик 19, який за допомогою гвинтів 20 може пересуватися в двох взаємно перпендикулярних напрямках. У центрі предметного столика є вікно, в яке вставляють одну зі змінних підкладок 21 з отворами різного діаметру. На предметному столику розташовані утримувачі, що складаються з вертикальних колонок 22 і пружних притисків 23, якими мікрошліф притискається до підкладки предметного столика. Макрометричний гвинт 24 служить для перемещення предметного столика у вертикальному напрямі і цим производится грубе наведення на фокус. Затискним гвинтом 25 фіксують відповідне положення предметного столика, щоб він мимоволі не опускався. Для установки столика 19 на потрібній висоті на кронштейні столика вигравірована риска, яка встановлюється проти точки, награвірованої на корпусі мікроскопа.

4. Мікрометричний гвинт 26, за допомогою якого об'єктив перемещують у вертикальному напрямі і наводять на фокус. Витрата мікрометричного подання 3 мм, ціна поділки барабана – 0,003 мм

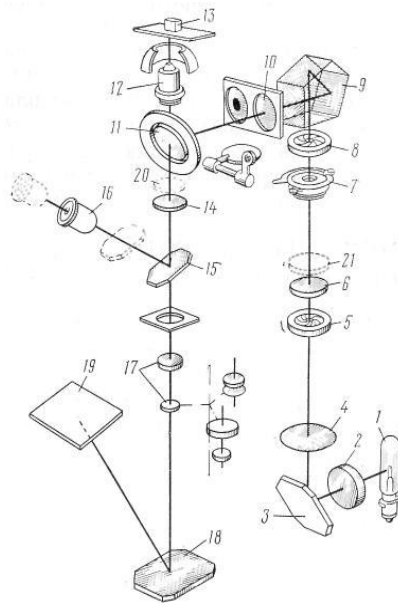


Рис. 15 Оптична система металографічного мікроскопа

Світлові промені від електричної лампи 1 (рис. 15) проходять через колектор 2 і, відбиваючись від дзеркала 3, потрапляють на світлофільтр 4 (зазвичай жовтий для отримання зображення з різкими контурами), потім на апертурну діафрагму 5 (для обмеження світлових пучків і отримання високої чіткості зображення), лінзу 6, фотозатвор 7, польову діафрагму 8 (для обмеження освітленого поля даної ділянки на мікрошліфі), заломлюються пентапризмой 9, проходять через лінзу 10, попадають на відбивну пластинку 11, спрямовуються на об'єктив 12 і на мікрошліф 13, встановлений на предметному столику. Відбившись від мікрошліфа 13, промені знову проходять через об'єктив 12 і, виходячи з нього паралельним пучком, потрапляють на відбивну пластинку 11 і ахроматичну лінзу 14. При візуальному спостереженні в хід променів вводиться дзеркало 15, яке відхиляє промені у бік окуляра 16. При фотографуванні дзеркало 15 вимикається висуненням тубуса разом з окуляром і дзеркалом і промені спрямовуються безпосередньо до фотоокуляра 17, проходять через нього на дзеркало 18, від якого відбиваються і потрапляють на матове скло 19, де і дають зображення. Для фіксації мікроструктури матове скло 19 замінюється касетою з фотопластиною.

Об'єктив 12 дає збільшене дійсне зображення структури. Це зображення предмета збільшується в мікроскопі двічі, тому **загальне збільшення мікроскопа N дорівнює додатку особистих збільшень об'єктиву $N_{об}$ і окуляра $N_{ок}$**

Об'єктив збільшує даний предмет, а окуляр збільшує лише зображення, що отримується від об'єктиву, і не додає до нього ніяких нових особливостей структури, якщо вони не виявлені об'єктивом.

Збільшення об'єктивів і окулярів вказується на їх металічній оправі. До кожного мікроскопа дається набір об'єктивів і окулярів з різним збільшенням.

Після дослідження мікрошліфа у світлому полі іноді проводять додаткове дослідження в темному і поляризованому світлі. Це дає можливість чіткіше виявити окремі структурні складові або неметалічні включення.

Для спостереження в поляризованому світлі в систему включають вкладний аналізатор 20 і поляризатор 21. При дослідженні шліфа в темному полі замість лінзи 10 встановлюється лінза 22.

Для мікроаналізу шліф поміщується на предметний столик мікроскопа 19 гладкою поверхнею вниз. У центрі предметного столика є вікно, в нього вставляють одну зі змінних підкладок 23 з отвором, в яке і ставиться мікрошліф. При встановленні мікрошліфа необхідно, щоб отвір змінної підкладки співпав з центром фронтальної лінзи об'єктиву. Предметний столик за допомогою гвинтів 25 може пересуватися в горизонтальній площині, що дозволяє розглядати структуру різних ділянок поверхні шліфа.

Макрометричний гвинт 24 слугує для переміщення предметного столика у вертикальному напрямі. Цим здійснюється грубе наведення на фокус. Затискним гвинтом фіксується положення столика, щоб він мимоволі не піднімався. Точне фокусування виконується поворотом мікрогвинта 26 в ту або іншу сторону, але не більше, ніж на один оборот. При фокусуванні міняється відстань між фронтальною лінзою об'єктиву і шліфом, причому різке зображення мікроструктури виходить при співпадінні досліджуваної площини мікрошліфа з головним фокусом об'єктиву.

Якість мікроскопа характеризується можливим збільшенням, якістю зображення, роздільною здатністю мікроскопа.

Основними характеристиками мікроскопа є його *роздільна здатність* і збільшення. роздільна здатність характеризується мінімальною відстанню між двома частками, що знаходяться поряд і при якій їх можна бачити ще окремо. Наприклад, роздільна здатність неозброєного ока складає біля 0,2 мм

Роздільна здатність мікроскопа (здатність розрізняти найдрібніші деталі предмета) характеризується рівнянням:

$$d = \frac{\lambda}{A}$$

де λ - довжина хвилі світла в ангстремах ($\lambda=0,55\text{мкм}$ для білого світлу);
A- числова апертура об'єктиву.

КРИТЕРІЇ ОЦІНЮВАННЯ

Навчальні досягнення здобувачів вищої освіти за результатами вивчення курсу оцінюватимуться за шкалою, що наведена нижче:

Рейтингова шкала	Інституційна шкала
90–100	відмінно / Excellent
74–89	добре / Good
60–73	задовільно / Satisfactory
0–59	незадовільно / Fail

Здобувачі вищої освіти можуть отримати підсумкову оцінку з навчальної дисципліни на підставі поточного оцінювання знань за умови, якщо набрана кількість балів складатиме не менше як 60 балів.

Максимальне оцінювання:

Теоретична частина	Практичні роботи та розрахункові завдання з підготовки до практичних робіт	Разом
40	60	100

Критерії оцінювання практичної роботи

У звичайному режимі роботи університету практичні роботи проводяться у навчальних аудиторіях. У змішаному режимі практичні роботи – у форматі відеоконференції Teams. У дистанційному режимі всі заняття проводяться через платформу дистанційного навчання, у форматі відеоконференцій Teams. Відвідування практичних робіт є обов’язковим. Враховують готовність до 8 практичних робіт за денною формою навчання та до 3 практичних робіт за заочною: наявність спецодягу, своєчасну присутність на заняттях та наявність попередніх записів у журналі для практичних робіт, які виконані під час самостійної підготовки до заняття, дотримання правил техніки безпеки та протипожежних правил. За серйозні порушення правил пожежної безпеки та безпечного проведення дослідів студент відсторонюється від заняття до повторної повної і детальної перевірки його знань техніки безпеки.

За виконання практичної роботи здобувач вищої освіти денної форми навчання може отримати до 5 балів + 2,5 бали за виконання розрахункового завдання до неї; для заочної форми навчання – до 15 балів + 5 балів (усього 60 балів), а саме:

Практична робота		Критерії оцінювання
Денна форма	Заочна форма	
7,5	20	Робота виконана у встановлений термін, самостійно. Отримані правильні результати досліджень. У висновках проведена коректна інтерпретація результатів. Продемонстровано вміння впевненого застосування фундаментальних знань з хімії при розв'язанні розрахункових завдань.
6	16	Незначні зауваження при виконанні практичної роботи або при оформленні звіту. Розрахункові завдання містять незначні, неprincipові помилки.
4,5	12	Робота виконана з порушенням встановлених термінів, але згідно з інструкцією; звіт містить неточності у висновках та помилки у розрахункових завданнях.
3	8	Робота виконана з порушенням встановлених термінів, звіт містить грубі помилки у висновках, розрахункові завдання мають не більше 50% вірних відповідей.
1,5	5	Значні помилки при виконанні практичної роботи, отримані результати перебільшують відносну похибку, невиконані розрахункові завдання.
0	0	Невиконання практичної роботи.

ПЕРЕЛІК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Кичкирук О. Ю. Аналітична хімія : навч. посіб. / О. Ю. Кичкирук, А. В. Шляніна, Н. В. Кусяк. – Житомир : ЖДУ ім. Івана Франка, ПП «Євро-Волинь», 2022. – 240 с.
2. Skoog D. A. Fundamentals of Analytical Chemistry / D. A. Skoog, D. M. West, F. J. Holler, S. R. Crouch. – 10th ed. – Brazil : Cengage Learning, 2021. – 1165 p.
3. Худоярова О. С. Аналітична хімія. Кількісний аналіз : навч. посіб. – Вінниця : Вінниц. держ. пед. ун-т, 2022. – 124 с.
4. Гузенко О. М. Аналітична хімія в схемах та таблицях : метод. посіб. / О. М. Гузенко, Т. М. Щербакова, Д. В. Снігур. – 2024.
5. Малишев В. В. Аналітична хімія. Якісний та кількісний аналіз : навч. посіб. / В. В. Малишев, А. І. Габ, Д. Б. Шахнін. – Київ : Університет «Україна», 2018. – 212 с.
6. Derkach T. M. Аналітична хімія для технологів. Ч. 1. Основи титрування та титриметричних методів : навч. посіб. – Київ : КНУТД, 2020.
7. Методи фізико-хімічного аналізу : модуль електрохімічних методів : навч. посіб. / О. І. Пилипенко. – Харків : ХНУМГ ім. О. М. Бекетова, 2023. – 142 с.
8. Металографія : метод. вказівки до виконання лаб. робіт / уклад. К. М. Гриненко, О. І. Дудка, С. М. Чернега. – Київ : НТУУ «КПІ», 2011.
9. Афтандіянц Є. Г. Матеріалознавство : підручник / Є. Г. Афтандіянц, О. В. Зазимко, К. Г. Лопатько. – Київ : Вища освіта, 2012.
10. Холявко В. В. Фізичні властивості та методи дослідження матеріалів : навч. посіб. / В. В. Холявко, І. А. Владимирський, О. О. Жабинська. – Київ : Центр учбової літератури, 2016.
11. Пантелєєва О. С. Електрохімічні дослідження взаємодії сполук кофеїну з поліаніонами Мо та W з 1,3,5- трифенілвердазильним радикалом / О. С. Пантелєєва, К. А. Плясовська, О. В. Штеменко // Український хімічний журнал. – 2020. – № 12. – С. 124–133.
12. Зозуля В. О. Синтез, ІЧ- спектральні та структурні дослідження комплексів ебію та нікелю на основі N,N'- тетраетил- N''- трифторацетилфосфортриаміду / В. О. Зозуля, В. А. Овчинніков, Т. Ю. Слива, О. С. Пантелєєва, Ю. А. Русанова, В. М. Амірханов, М. С. Слободяник // Питання хімії та хімічної технології. – 2021. – № 5. – С. 59–67.
13. Goreshnik E. Investigation of the composition space diagram CuCl–allylamine–dabco. A new mixed ligand compound of (H₂ dabco)₂ [Cu₄ Cl₉ (allNH₃)] composition with unique Cu₄ Cl₉⁵⁻ cupro(I)-chloride fragment / E. Goreshnik, O. Panteleieva // Acta Chimica Slovenica. – 2024. – Vol. 71, № 4. – P. 603–608.
14. Ларук М. М. Інструментальні методи аналізу : навч. посіб. / М. М. Ларук, П. Й. Шаповал, Р. Р. Гумінілович. – Львів : Вид-во Львів. політехніки, 2019. – 216 с.

15. Семенишин Д. І. Аналітична хімія та інструментальні методи аналізу : навч. посіб. / Д. І. Семенишин, М. М. Ларук. – Львів : Вид-во Львів. політехніки, 2015. – 148 с.
16. Габ А. І. Аналітична хімія та інструментальні методи аналізу : навч. посіб. / А. І. Габ, Д. Б. Шахнін, В. В. Малишев. – Львів : Університет «Україна», 2018. – 396 с.

Навчальне видання

Пантелєєва Ольга Сергіївна
Черданцева Ксенія Олександрівна
Світкіна Олена Юріївна
Коверя Андрій Сергійович
Тарасова Ганна Володимирівна
Овчаренко Аліна Олександрівна
Сухомлин Дмитро Андрійович

ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

Методичні рекомендації до виконання практичних робіт
для здобувачів ступеня бакалавра
зі спеціальності G8 Матеріалознавство

Видано в авторській редакції.

Електронний ресурс.
Підписано до видання 01.08.2025. Авт. арк. 3,4.

Національний технічний університет «Дніпровська політехніка».
49005, м. Дніпро, просп. Дмитра Яворницького, 19.