

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ЗАПОРІЗЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ**

**О. В. Луганська**

**ОСНОВИ ТЕХНІЧНОГО АНАЛІЗУ**

**Методичні вказівки до самостійної роботи  
для здобувачів ступеня вищої освіти бакалавра спеціальності «Хімія»  
освітньо-професійної програми «Хімія»**

Затверджено  
вченою радою ЗНУ  
протокол № 11 від 30.05.2023

**Запоріжжя  
2023**

УДК: 543.2:001.8 (075.8)  
Л83

Луганська О. В. Основи технічного аналізу : методичні вказівки до самостійної роботи для здобувачів ступеня вищої освіти бакалавра спеціальності «Хімія». Запоріжжя : Запорізький національний університет, 2023. 59 с.

Методичні вказівки до самостійної роботи підготовлені відповідно до робочої програми навчальної дисципліни «Основи технічного аналізу». У даному виданні міститься короткий виклад тем програми, теоретичний матеріал для опрацювання, питання для самоконтролю, тестові завдання, перелік рекомендованої літератури, що сприятиме закріпленню, розширенню та поглибленню здобутих знань, умінь та навичок. Тлумачення базових термінів і понять курсу, які необхідно засвоїти, подано у глосарії. Видання сприятиме більш повному та глибокому самостійному засвоєнню знань з курсу. Для більшої наочності зміст методичних вказівок доповнено різними видами ілюстрацій (рисунками, таблицями та формулами).

Методичні вказівки призначені для здобувачів ступеня вищої освіти бакалавра спеціальності «Хімія» освітньо-професійної програми «Хімія».

Рецензент

*К.О. Домбровський*, к. б. н., доцент кафедри загальної та прикладної екології і зоології

Відповідальний за випуск

*О.А. Бражко*, д. б. н., професор, завідувач кафедри хімії

## Зміст

<b>Вступ</b>	<b>4</b>
<b>Тема 1. Вступ. Предмет та задача технічного аналізу</b>	<b>7</b>
<b>Тема 2. Методи кількісного технічного аналізу</b>	<b>17</b>
<b>Тема 3. Титриметричні методи технічного аналізу</b>	<b>23</b>
<b>Тема 4. Комплексонометричне титрування</b>	<b>30</b>
<b>Тема 5. Оптичні методи технічного аналізу</b>	<b>36</b>
<b>Тема 6. Методи контролю екологічного стану довкілля</b>	<b>42</b>
<b>Тема 7. Фізичні методи технічного аналізу</b>	<b>47</b>
<b>Глосарій</b>	<b>55</b>
<b>Використана література</b>	<b>57</b>
<b>Рекомендована література</b>	<b>58</b>

## ВСТУП

Курс «Основи технічного аналізу» є необхідною складовою для вивчення засобів контролю виробництва і якості продукції в різних галузях народного господарства – хімічної, металургійної, гірничодобувної, нафтодобувної промисловості та інших видів індустрії. Від рівня хімічного контролю, оснащеності лабораторій приладами, методами та реагентами залежить розвиток багатьох підприємств і науки.

Аналіз конкретних об'єктів виконується за допомогою технічного аналізу, який забезпечує контроль за ходом технологічного процесу, контроль якості готової продукції, напівфабрикатів, сировини, шлаків, газів, стічних вод, пилу з метою охорони навколишнього середовища. Без аналітичного контролю неможлива успішна робота будь-якого виробництва.

Кожен фахівець повинен вміти оцінити якість вихідних матеріалів, перевірити хід технологічного процесу, досягти найбільш економічної витрати сировини, палива, електроенергії, зменшити відходи виробництва та забезпечити високу якість продукції.

**Метою** викладання навчальної дисципліни «Основи технічного аналізу» є формування у майбутніх фахівців хіміків фундаментальних знань з аналітичної хімії та практичних навичок для оцінки якості сировини на промисловому виробництві, контролю продукції та кінцевого продукту згідно схем аналітичного контролю підприємств з різноманітними технологіями та їх екологічного стану.

**Завдання навчальної дисципліни** полягає в усвідомленні важливості опануванням логікою проведення контролю та оцінці результатів для економічного ведення технологічних процесів.

Згідно з вимогами освітньо-професійної програми студенти повинні досягти таких результатів навчання (компетентностей):

- здатність розв'язувати складні спеціалізовані задачі та практичні проблеми хімії або у процесі навчання, що передбачає застосування певних теорій та методів природничих наук;
- здатність до абстрактного мислення, аналізу та синтезу;
- здатність вчитися і оволодівати сучасними знаннями;
- здатність працювати у команді;
- здатність до адаптації та дії в новій ситуації;
- навички використання інформаційних і комунікаційних технологій;
- здатність спілкуватися з представниками інших професійних груп різного рівня (з експертами з інших галузей знань/видів економічної діяльності);
- прагнення до збереження навколишнього середовища;
- здатність до пошуку, оброблення та аналізу інформації з різних джерел;
- здатність бути критичним і самокритичним;

- здатність зберігати та примножувати моральні, культурні, наукові цінності і досягнення суспільства на основі розуміння історії та закономірностей розвитку предметної області, її місця у загальній системі знань про природу і суспільство та у розвитку суспільства, техніки і технологій, використовувати різні види та форми рухової активності для активного відпочинку та ведення здорового способу життя;
- відкритість до застосування хімічних знань та вмінь в широкому діапазоні майбутніх місць роботи та в повсякденному житті;
- здатність здійснювати математичні розрахунки, оцінку та аналіз помилок, правильно використовувати одиниці та способи представлення даних;
- навички до представлення комплексних даних усно та письмово;
- дотримання етичних принципів у професійній діяльності та з погляду розуміння можливого впливу досягнень з хімії на усі сфери життя;
- здатність застосовувати знання і розуміння математики та природничих наук для вирішення якісних та кількісних проблем в хімії;
- здатність розпізнавати і аналізувати проблеми, застосовувати обґрунтовані (чи доцільні) методи вирішення проблем, приймати обґрунтовані рішення в області хімії;
- здатність оцінювати та забезпечувати якість виконуваних робіт виходячи із вимог хімічної метрології та професійних стандартів в галузі хімії;
- здатність здійснювати сучасні методи аналізу даних;
- здатність оцінювати ризики;
- здатність здійснювати типові хімічні лабораторні дослідження;
- здатність здійснювати кількісні вимірювання фізико-хімічних величин, описувати, аналізувати і критично оцінювати експериментальні дані;
- здатність використовувати стандартне хімічне обладнання;
- здатність до опанування нових областей хімії шляхом самостійного навчання;
- здатність формулювати етичні та соціальні проблеми, які стоять перед хімією, та здатність застосовувати етичні стандарти досліджень і професійної діяльності в галузі хімії (наукова доброчесність);
- розуміння ключових хімічних понять, основних фактів, концепцій, принципів і теорій, що стосуються природничих наук та наук про життя і землю, для забезпечення можливості в подальшому глибоко розуміти спеціалізовані області хімії;
- уміння застосовувати знання і розуміння для вирішення якісних та кількісних проблем відомої природи;
- навички в практичному застосуванні теоретичних відомостей.

Вивчення курсу «Основи технічного аналізу» забезпечує оволодіння основними методами аналітичного контролю та покращує підготовку висококваліфікованих фахівців.

В методичних вказівках розглядається основні теоретичні закономірності аналітичної хімії, метрологічні характеристики методів аналізу, хімічні, електрохімічні, оптичні та хроматографічні методи аналізу. Також приділена

увага теорії хімічних, фізико-хімічних та фізичних методів аналізу, які базуються на фундаментальних законах фізики та хімії. Велике значення має практичне використання різних методів аналізу, їх значення, можливості та обмеження.

Важливе місце у структурі курсу «Основи технічного аналізу» відводиться самостійній роботі. Пропоноване видання розроблене з метою спрямування самостійної роботи студентів та надання необхідної методичної допомоги у її виконанні.

## Тема 1. Вступ. Предмет та задача технічного аналізу

**Мета:** розглянути структуру та значення технічного аналізу, його зв'язок з практикою, а також тенденції розвитку технічного аналізу і основні аналітичні проблеми.

### План

1. Методи пробовідбору допоміжних матеріалів, листів металів, контрольних проб у зоні дихання працюючих.
2. Зберігання проби до етапу пробопідготовки.
3. Підготовка проби до аналізу.

**Основні терміни та поняття:** пробовідбір, пробопідготовка, консервування проб, термічне розкладання, маскування

### Методичні рекомендації

У *першому питанні* вам необхідно розглянути методи пробовідбору допоміжних матеріалів, листів металів, контрольних проб у зоні дихання працюючих.

#### *Методи пробовідбору листової сталі*

Для відбору середньої проби листової сталі відрізають від декількох листів по всій довжині смужки шириною ~5 см. Кожну смужку складають в декілька шарів і стругають по торцевій поверхні. Отримана від всіх смужок стружка перемішується в загальній посудині (пакеті). У ряді випадків лист просвердлюють наскрізь в декількох місцях в шаховому порядку. З огляду на можливість попадання масла в пробу, стружку необхідно промивати в органічному розчиннику.

Від однорідних за складом сплавів проби відбирають вирубкою за допомогою зубила. Вирубання проби проводять з двох протилежних по діагоналі очищених кутів злитка. Отримані невеликі шматочки сплаву розплющують на ковадло в тонкі листи, які розрізають на стружку. Від останньої беруть наважку для аналізу.

Отримання проби у вигляді шматочків, а не стружки застосовують при визначенні в металі деяких газоподібних домішок, зокрема кисню (щоб уникнути окислення).

#### *Методи пробовідбору повітря у робочій зоні*

Існує два методи відбору проб повітря.

Відбір проб *першим методом* здійснюється шляхом аспірації певного об'єму повітря через поглинальний прилад, заповнений твердим або рідким сорбентом для вловлювання, або через аерозольний фільтр, що затримує частинки, які містяться в повітрі. В результаті аспірації відбувається концентрування забруднювальної речовини у поглинальному розчині

(наприклад, розчинення і хімічна реакція аналізованої газоподібної забруднювальної речовини) чи на твердому сорбенті (силікагель, алюмогель, подрібнене скло та ін.).

Його застосовують в основному для визначення в повітрі дуже малих концентрацій токсичної речовини і при оцінці тривалих стадій технологічного процесу. Для відбору проб повітря широко застосовують електроаспіратори.

На рис. 1.1 представлений переносний електроаспіратор ASA-2M (1/5-5/1).



Рис. 1.1. Переносний електроаспіратор ASA-2M (1/5-5/1)

*Другий метод* відбору проб атмосферного повітря – метод заповнення посудин обмеженої ємності підрозділяють на:

- вакуумний, коли з герметично закритої посудини відкачують повітря, а потім, безпосередньо в місці відбору проби посудину відкривають;
- метод примусового продування посудини 10-кратним об'ємом повітря в місці відбору проби, після чого посудину герметизують;
- спосіб витіснення попередньо залитої в посудину інертної рідини повітрям на місці відбору проби, після чого посудину герметизують. Як посудину використовують звичайні скляні ємності.

Найчастіше ці методи використовують для визначення оксиду вуглецю або інших газоподібних домішок, тип і походження яких невідоме. Для зважених домішок застосовують тільки аспіраційний метод відбору проб повітря, а для газоподібних – обидва. Відбір проб повітря здійснюється на стаціонарних чи пересувних постах, укомплектованих пристроями для відбору проб або автоматичними газоаналізаторами для безперервного визначення концентрації забруднювальної речовини, а також приладами для метеорологічних спостережень.

У *другому питанні* вам необхідно засвоїти зберігання проби до етапу пробопідготовки.

Зберігання проби до етапу пробопідготовки є одним з визначальних факторів, що впливає на коректність результатів аналізу. Якщо зразок



аналізують не відразу після відбору проби, то існує ймовірність виникнення низки проблем. Процедури транспортування, зберігання мають уникати забруднення, змін чи втрат аналітів. Зміна складу проби може відбуватися внаслідок фізичних та хімічних змін в пробі.

Адсорбція на стінках контейнера зменшується при застосуванні ємностей з малою площею поверхні. Наприклад, відомо, що під час моніторингу води зразки, що містять забруднювачі гідрофобної природи не можна зберігати в пластикових контейнерах. Найкращий вибір в цих умовах скло. Інший спосіб зменшення адсорбції на стінках контейнера – це додавання розчинника, в якому добре розчиняються забруднювачі. Наприклад, додавання ацетонітрилу у водні зразки запобігає адсорбції поліциклічних ароматичних вуглеводнів (ПАВ) на стінках скляного контейнера.

Хімічні процеси (фотодеструкція, термічна деструкція, бактеріальні перетворення, окисно-відновні процеси і т.д.) можуть спостерігатися під час перевезень і зберігання. Ці ефекти часто залежать від концентрації речовин, що ще більше ускладнює задачу. Так, під впливом домішок металів при низьких температурах (менше 10 °С і навіть 0 °С) з найпростіших і циклогексанових вуглеводнів можуть утворитися ПАВ з малою, середньою відносно великою молекулярною масою. Тому при зберіганні рослинних і тваринних тканин, харчових продуктів та ґрунту навіть незначне підвищення температури небажане, інакше результати аналізу виявляться неправильними.

Якщо лабораторія має обмежену кількість досліджень, зразки зберігають при низьких температурах, які зменшують швидкість вказаних процесів. Залежно від природи зразку проби зберігають в спеціальних умовах: в темному місці, при низькій температурі, з додаванням консервантів, антиоксидантів, створюють певну кислотність середовища. Основні умови зберігання проб подані в табл. 1.1, а консервування в табл. 1.2. Біологічні проби, що можуть змінювати свій склад слід зберігати в замороженому стані під рідким азотом.

Таблиця 1.1. Загальні умови зберігання проб

<b>Умови зберігання</b>	<b>Відповідні зразки, що зберігають в даних умовах</b>	<b>Зразки, що не можна зберігати в даних умовах</b>
Глибоке заморожування (-18°C)	Зразки з високою ферментною активністю (печінка), більша кількість типів проб, нестабільні аналіти	Свіжі фрукти та овочі, зразки, які розріджуються під час танення, водні розчини
Холодильник (до 4°C)	Ґрунти, мінерали, свіжі фрукти та овочі, водні розчини	Зразки з можливою ферментною активністю
Кімнатна температура, темне місце	Сухі порошки і гранули, стійкі аналіти	Свіжі продукти

Ексикато р	Гігроскопічні зразки	Зразки гігроскопічні, вологопоглинач	більш ніж
---------------	----------------------	-----------------------------------------	--------------

Зразки, які не можна заморожувати зберігають зазвичай при 0 – 4 °С. Ретельно необхідно контролювати температуру проб води, що містить ПАВ на рівні 1 – 3 нг/л. Встановлено, що навіть при 5 °С при зберіганні проб хлорованої водопровідної води 18 діб багато ПАВ зникають практично повністю.

Для усунення втрат ПАВ рекомендують додавати до кожної проби натрію сульфат і зберігати проби в темноті. Крім того, через легку адсорбцію ПАВ не бажано переливати їх розчини з однієї ємкості в іншу. При додаванні до проб стабілізаторів необхідно приймати до уваги їх властивості і труднощі, які виникають при аналізі через застосування консервуючих добавок.

Таблиця 1.2. Методи консервування та збереження проб води з органічними забрудниками

Досліджувані параметри	Метод консервування	Зберігання проб	Зауваження	Міжнародний стандарт
Галогеніди органічні адсорбуючі	Підкислюють до рН<2 азотною кислотою, охолоджують до 2-5°C і зберігають в темному місці	3 дні	Пробу аналізують якнайшвидше	ІСО 9562
Пестициди фосфорорганічні	Охолоджують до 2-5°C і зберігають в темному місці	2-4 год	Екстракцію проби необхідно проводити якнайшвидше	ІСО 10695 ІСО 11370
Пестициди хлорорганічні	Охолоджують до 2-5°C і зберігають в темному місці	2-4 год	Відразу після відбору проби додають екстрагент, або проводять екстракцію на місці	ІСО 10695 ІСО 11369
КПАР**	Підкислюють до рН<2 сірчаною кислотою, охолоджують до 2-5°C	4-8 год	Пробу аналізують якнайшвидше	ІСО 7875-1
АПА Р**	Охолоджують до 2-5°C	4-8 год	Пробу аналізують якнайшвидше. Для	

			запобігання адсорбції АПАР на стінках ємності додають 5мг/л НПА	
НПА Р**	Додають 40%-ний формальдегід, щоб його концентрація в пробі була 1%, заповнюють ємність до пробки і охолоджують до 2-5°C	1 місяць	Пробу аналізують якнайшвидше	ICO 7875-2
Змазки, масла, вуглеводні	Екстрагують на місці відбору проби, по можливості охолоджують до 2-5°C	2 4 год	Рекомендують відразу після відбору додати екстрагент, що застосовується при аналізі, або виконати екстракцію на місці	ICO 9377 ICO 10301 ICO 11423
Феноли	Охолоджують до 2-5°C і зберігають в темному місці	2 4 год	Екстракцію слід проводити якомога швидше	ICO 8165
Фенольний індекс	Додають сульфат купруму і підкислюють до рН<2 фосфорною кислотою	2 4 год	Спосіб консервації залежить від подальшого методу аналізу	ICO 6439 ICO 14402

\*\* Аніонні поверхнево-активні речовини (АПАР). Катіонні поверхнево-активні речовини (КПАР). Неіонні поверхнево-активні речовини (НПА).

Для зберігання біологічних проб часто використовують *стерилізацію*. Мета стерилізації полягає у руйнуванні чи видаленні мікроорганізмів, що можуть бути присутніми в пробі та незараженні зразку з метою безпеки. Стосовно стерилізації об'єкту прийнята наступна характеристика: ймовірність знаходження однієї нестерильної одиниці, яка має бути менша ніж на 1 мільйон інших одиниць. Тобто, рівень гарантійної стерильності має дорівнювати, або краще бути меншим, ніж  $10^{-6}$ .

У *третьому питанні* вам необхідно розглянути підготовку проби до аналізу.

Підготовка проби до аналізу (пробопідготовка) визначається як сукупність дій над пробою з метою перетворення проби в придатну для подальшого аналізу форму (сухий залишок, розчин та ін.), а також для концентрування або розведення визначуваного компонента і позбавлення від заважаючих аналізу компонентів.

Основне завдання пробопідготовки – підготовка проби для проведення певного виду аналізу. Пробопідготовка допомагає підвищити точність одержуваних результатів, розширити досліджуваний діапазон значень, підвищити селективність, поліпшити відтворюваність і похибку результатів.

Проби газів і парів зазвичай не вимагають якоїсь спеціальної підготовки до аналізу, якщо не потрібно перевести їх в розчин. Перед проведенням аналізу рідин і розчинів на їх основі іноді буває необхідним усунення впливу компонентів, що заважають або концентрування мікродомішок. Найбільш складною є підготовка до аналізу твердих речовин і біологічних тканин.

*Етапи підготовки до аналізу.*

#### 1. Висушування.

Висушування зразків необхідно в тому випадку, якщо об'єкт аналізу містить хімічно незв'язану (адсорбовану) або хімічно пов'язану (стехіометричну, кристалізаційну) воду. Для правильного встановлення складу зразка і отримання відтворюваних результатів аналізу необхідно видалити вологу з зразка, висушити його до постійної маси або визначити вміст води.

Зразки висушують на повітрі, в сушильних шафах, в ексикаторах над вологопоглинаючими речовинами (кальцій хлорид, фосфорний ангідрид, магній перхлорат і ін.). Якщо відсутні певні вказівки в методиці, то зазвичай зразки сушать в сушильних шафах при 110 °С протягом 1-2 годин.

#### 2. Розкладання (частіше з переведенням проби в розчин).

Розкладання зразків і переведення проби в розчин потрібно для вимірювання аналітичного сигналу в більшості використовуваних методах аналізу (виняток становлять деякі спектроскопічні або ядерно-фізичні методи).

Способи розкладання ділять на *сухі і мокрі*. До сухих відносять термічний розклад, сплавлення і спікання з різними речовинами. До мокрого способу відносять розчинення проби в різних розчинниках, переважно в кислотах і їх сумішах.

Зазвичай сухий спосіб використовують тоді, коли мокрий спосіб не дає задовільних результатів. Сухі способи менш кращі, ніж мокрі, оскільки вони пов'язані з високими температурами, а це призводить до погрішностей аналізу внаслідок:

- втрати летких речовин;
- руйнування матеріалу посуду і подальшого забруднення зразка;
- надлишку плавня і руйнуються агентів;
- усунення впливу компонентів, що заважають.

*Термічним розкладанням* називають розкладання проби при нагріванні, що супроводжується утворенням одного або декількох компонентів газоподібної фази. Зразок нагрівають в тиглі в печі, наносять зразок на металевий дріт або

поміщають в скляну трубку з інертним газом і нагрівають до потрібної температури (зазвичай не менше 500 – 600 °С. Найчастіше термічне розкладання використовують при аналізі органічних речовин.

*Сплавлення* частіше використовують при аналізі неорганічних речовин. При сплаві тонко подрібнений зразок перемішують з 8 – 10 кратним надлишком реагенту (плавня) і нагрівають (300-1000 °С) до отримання прозорого плавня. Час плавлення визначається природою розкладається проби і варіюється від декількох хвилин до декількох годин. Після охолодження застиглу масу розчиняють у воді або кислотах.

При сплавленні використовують плавні: лужні (карбонати, гідроксиди лужних металів), кислі (калію гідросульфат, бор оксид), окисні (лужні плавні з пероксидом, хлоратом, нітратом лужних металів).

*Спікання* – це взаємодія речовин при підвищених температурах в твердій фазі. В окремих випадках воно дозволяє провести розкладання проби швидше, при більш низьких температурах і меншому надлишку (в порівнянні з сплавом) реагентів. Спікання проводять зазвичай з сумішшю лужних металів і магній, кальцій, цинк оксидів. Найбільш ефективно його можна використовувати при розкладанні проб силікатів, сульфідів, оксидів металів.

Мокрий спосіб дозволяє діяти на зразок в більш м'яких умовах і з великою швидкістю проводити його руйнування. Кращим розчинником є вода. Багато неорганічних солей і деяких органічних сполук (спирти, амінокислоти, солі органічних кислот) легко розчиняються у воді.

Для розчинення часто застосовують різні кислоти і їх суміші при нагріванні. В окремих випадках використовують суміш води і органічного розчинника. Для розчинення органічних сполук застосовують органічні розчинники (спирти, хлорпохідні вуглеводнів, кетони, диметилформамід, циклогексанон та інші).

3. Усунення впливу компонентів, що заважають Одним із способів усунення заважаючих компонентів є *маскування* – перехід заважаючих компонентів в таку форму, яка вже не буде заважати. Маскування – це гальмування або повне припинення хімічних реакцій заважаючих компонентів, не пов'язане з утворенням нової фази.

Зазвичай маскування компонентів, що заважають пов'язано з утворенням ними більш стійких сполук (комплексних, малорозчинних) зі спеціальними речовинами – маскувальниками.

## Висновки

Для відбору середньої проби листової сталі відрізають від декількох листів по всій довжині смужки шириною ~5 см. Кожну смужку складають потім в декілька шарів і стругають по торцевій поверхні. Отримана від всіх смужок стружка перемішується в загальній посудині (пакеті).

Існує 2 групи методів відбору проб повітря:

- 1) аспіраційні способи відбору проб;

2) вакуумний метод.

Аспіраційний метод заснований на проходженні відомого об'єму повітря через поглинальне середовище. Застосовують для дуже малих концентрацій токсичної речовини.

При нетривалих технологічних процесах в тих випадках, коли метод аналізу токсичної речовини дозволяє обмежитися невеликим об'ємом повітря, використовують швидкі способи відбору проб в посудини різної ємності (газові піпетки, шприци), заповнення яких здійснюють вакуумним способом.

Для зменшення адсорбції на стінках тари проби необхідно зберігати у відповідних ємностях. Також для зменшення адсорбції до проб додають розчинник в якому розчиняються забруднювачі. Проби слід зберігати у відповідних умовах (такі як: температура, вологість, освітлення), які залежать відповідно від властивостей досліджуваного зразку. Для зберігання біологічних проб часто використовують стерилізацію.

Підготовка проби до аналізу (пробопідготовка) визначається як сукупність дій над пробкою з метою перетворення проби в придатну для подальшого аналізу форму.

*Етапи підготовки до аналізу.*

1. Висушування.
2. Розкладання (частіше з переведенням проби в розчин).
  - 2.1. Сухий спосіб розкладання:
    - 2.1.1. термічне розкладання.
    - 2.1.2. сплавлення;
    - 2.1.3. спікання.
  - 2.2. Мокрий спосіб розкладання.
3. Усунення впливу компонентів, що заважають.

### **Питання для самоконтролю**

1. Як проводять відбір середньої проби листової сталі?
2. Як проводять відбір проби, якщо сплав однорідний за складом?
3. Які існують методи для відбору проби повітря в робочій зоні?
4. Які тари можна використовувати для зберігання проб?
5. В яких умовах можна зберігати сухі порошки і гранули?
6. Основне завдання пробопідготовки.
7. Які етапи включає в себе пробопідготовка?
8. Для чого потрібне висушування проби?
9. За якими критеріями обирають спосіб розкладання?
10. В чому полягає маскуванню компонентів?

### **Тестові завдання**

1. Проба листової сталі в кінцевому результаті схожа на:

- А) пластинки;
- Б) стружку;
- В) смужки;
- Г) шматочки.

2. Зразки з високою ферментністю необхідно зберігати:

- А) при кімнатній температурі;
- Б) в ексикаторі;
- В) в холодильнику;
- Г) при глибокому заморожуванні.

4. Рівень гарантійної стерильності має дорівнювати або краще бути меншим, ніж:

- А)  $10^{-6}$ ;
- Б)  $10^{-4}$ ;
- В)  $10^{-8}$ ;
- Г)  $9^{-8}$ .

5. Аспіраційний метод застосовують при:

- А) дуже високих концентрацій токсичної речовини;
- Б) будь-яких концентрацій токсичної речовини;
- В) дуже малих концентрацій токсичної речовини;
- Г) середніх і малих концентрацій токсичної речовини.

6. Основне завдання пробопідготовки – це:

- А) підготовка проби для проведення всіх видів аналізу;
- Б) підготовка проби для проведення титриметричних видів аналізу;
- В) підготовка проби для проведення загальних видів аналізу;
- Г) підготовка проби для проведення певного виду аналізу.

7. Пробопідготовка не включає в себе етап:

- А) висушування;
- Б) стерилізації;
- В) розкладання;
- Г) усунення впливу компонентів, що заважають.

8. Зразки висушують:

- А) на повітрі;
- Б) в сушильних шафах;
- В) в ексикаторах над вологопоглинаючими речовинами;
- Г) всі варіанти правильні.

9. До вибору способу розкладання проби не приймають до уваги критерій:

- А) природа матриці (неорганічної або органічної);
- Б) хімічний склад визначених компонентів;
- В) цілі і методи подальшого аналізу;
- Г) жодна з відповідей.

10. При термічному розкладанні зразок нагрівають зазвичай не менше:

- А) 550 – 700 °С;
- Б) 500 – 600 °С;
- В) 380 – 500 °С;

Г) 400 – 550 °С.

**Рекомендована література:** основна [9]; додаткова [8].



## Тема 2. Методи кількісного технічного аналізу

**Мета:** засвоїти основи гравіметричного аналізу і його етапи, розглянути вимоги до осаджуваної форми, ознайомитись з типовою схемою виконання вагового аналізу, а також з особливостями роботи з фільтрами.

### План

1. Теоретичні основи гравіметричного аналізу.
2. Вимоги до осаджуваної форми.
3. Техніка операцій у гравіметричному аналізі.

**Основні терміни і поняття:** гравіметричний аналіз, метод осадження, метод відгонки, осаджувана форма, беззольні фільтри.

### Методичні рекомендації

У *першому питанні* вам необхідно ознайомитись з теоретичними основами гравіметричного методу аналізу та його основними етапами.

В основі *гравіметричного аналізу* лежить точне вимірювання маси визначуваного компонента проби, виділеного або в елементарному вигляді, або у вигляді сполук певного складу.

Методами кількісного аналізу перевіряють правильність технологічних процесів, вирішують багато питань дослідницького характеру: оцінюють вміст цінних речовин в рудах, біологічних об'єктах, присутність токсичних речовин в продуктах харчування, медичних препаратах, навколишньому середовищі, тощо.

У ході гравіметричного аналізу визначувана речовина або відганяється у вигляді легкої сполуки (*метод відгонки*), або осідає з розчину у вигляді малорозчинної сполуки (*метод осадження*).

Ваговий аналіз заснований на тому, що з певної зваженої кількості речовини (наважки) за допомогою відповідних хімічних реакцій виділяють певну складову частину у вигляді нерозчинного осаду. Цей осад відфільтровують, промивають і після прожарювання або висушування зважують на аналітичних вагах. Потім за масою осаду обчислюють кількість цієї складової частини.

Основні етапи гравіметричного аналізу:

- відбір проби;
- підготовка проби до аналізу;
- взяття наважки;
- отримання осадженої форми;
- отримання гравіметричної форми;
- зважування гравіметричної форми;
- розрахунок результатів аналізу.

У *другому питанні* вам необхідно засвоїти основні вимоги до осаджуваної форми.

Хімічна сполука, у вигляді якої осаджується компонент, що визначається, називається *осаджуваною формою*.

Вимоги до осаджуваної форми.

1) Низька розчинність.

Вона забезпечує кількісне виділення визначуваного компонента з наважки проби. При цьому добуток розчинності (ДР), наприклад в разі бінарних електролітів (в результаті дисоціації утворюється два іони- катіон і аніон), складових осаджуваної форми ( $\text{BaSO}_4$ ,  $\text{AgCl}$ ), по своїй величині добуток розчинності повинен бути менше  $10^{-8}$  для високої точності аналізу.

2) Крупнокристалічний стан осаду.

Це потрібно для того, щоб швидко і без втрат проводити фільтрацію й промивання осаду на фільтрі. Дрібнокристалічні осадки фільтруються повільно і можуть проходити через пори фільтрів, що призводить до втрат ( $\text{BaSO}_4$ ,  $\text{CaC}_2\text{O}_4$ ). Аморфні опади, особливо драглисті, наприклад,  $\text{Al}(\text{OH})_3$  мають сильно розвинену поверхню і тому можуть адсорбувати сторонні домішки з розчину і важко і повільно піддаються промиванню на фільтрі.

3) Осаджувана форма повинна легко і повністю переходити в вагову форму.

У *третьому питанні* вам необхідно ознайомитись з типовими техніками операцій гравіметричного аналізу і особливостями роботи із фільтрами.

*Підготовка до зважування і зважування.* Правильна підготовка речовини для зважування полягає у видаленні всіх сторонніх складових, які потрапили в пробу при зберіганні, транспортуванні, упаковці і відборі проби. Зі зміною вологості речовини процентний вміст його складових частин змінюється. Тому в ряді випадків пробу висушують в сушильних шафах до постійної маси при  $105 - 110^\circ\text{C}$ . Деякі речовини, що піддаються окисленню при нагріванні, висушують в атмосфері інертних газів.

*Перенесення і розчинення наважки.* Вміст зваженого бюкса або предметного скла обережно висипають у склянку, після чого бюкс або скло з залишком наважки знову зважують. Величину наважки зразка для аналізу визначають по різниці маси бюкса з наважкою і без неї.

Якщо залишки наважки у бюксі або на склі змити дистильованою водою в той же стакан, куди перенесено наважку, то масу наважки розраховують по різниці маси бюкса (скла) з навішуванням і масою чистого бюкса (скла).

*Осадження.* Для повноти осадження береться півтора – дворазовий надлишок осаджувача в порівнянні з розрахованим за рівнянням реакції. Осадження ведуть в тій самій посудині, в якій проводилося розчинення проби, при нагріванні. Техніка осадження кристалічних і аморфних осадів різна.

Кристалічні осадки осаджують при нагріванні на водяній бані. Розчин не слід доводити до кипіння, так як додавання реактиву до киплячого розчину може викликати різке виділення парів і розбризкування, що призводить до

втрата. Осаджувач додають повільно, краплями, по стінках посудини, при безперервному помішуванні скляною паличкою.

Аморфні осад осаджують з гарячих концентрованих розчинів, застосовуючи концентровані розчини осаджувача. Осадження проводять швидко, при цьому осад має мінімальну поверхню.

*Фільтрування і промивання.* В кількісному аналізі застосовують беззолні фільтри, які згорають практично повністю.

Беззолні фільтри бувають:

- з синьою стрічкою – для дрібнозернистих осадів;
- з білою стрічкою – для осадів середньої зернистості;
- з червоною стрічкою – для крупнозернистих і аморфних осадів.

Фільтри складають за схемою, наведеною на рис. 2.1.

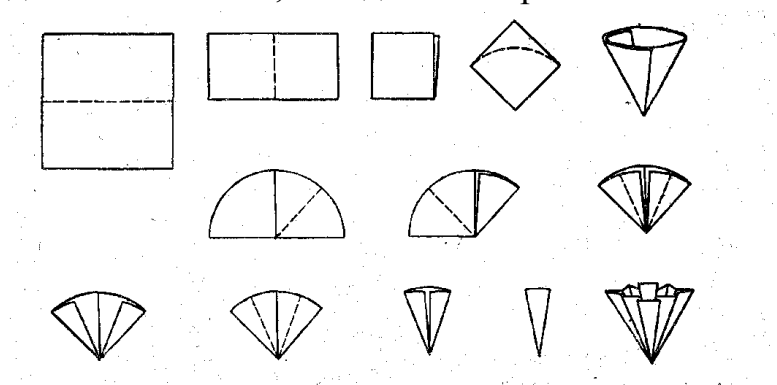


Рис. 2.1. Техніка складання фільтрів

Рідину для промивання обирають в залежності від властивостей осаду. При промиванні осаду на фільтрі рідину з промивалки направляють в воронку так, щоб рідина стікала зверху вниз і осад заповнював вершину конуса фільтра (рис. 2.2). Операцію промивання повторюють кілька разів, доки осад не буде повністю відмитий від розчинних домішок. Процес промивання осаду не можна зупиняти, так як осад може швидко затвердіти і розтріскатись, тоді його неможливо промити повністю.

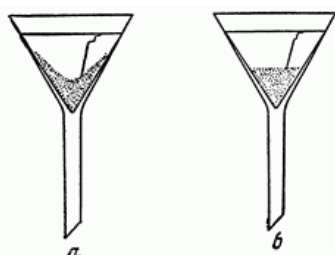


Рис. 2.2. Положення осаду на фільтрі: а – до промивання, б – після промивання

*Прожарювання.* Для отримання вагової форми осад повинен бути висушений в сушильній шафі або прожарений до постійної маси. Попередньо необхідно провести операцію обуглювання (спалювання) фільтра. Зазвичай спалюють підсушений фільтр з осадом, але іноді спалюють вологий фільтр. Для спалювання фільтр виймають з воронки, обережно загортають краї (рис. 2.3) і

кладуть в попередньо прожарений і зважений тигель. Потім тигель поміщають в фарфоровий трикутник над газовим пальником і обвуглюють фільтр.

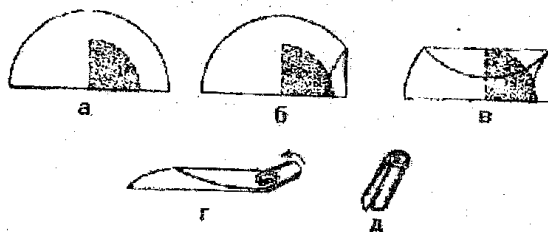


Рис. 2.3. Складання фільтра: а, б, в – складання фільтра, г – згортання, д – згорнутий фільтр з осадом

Необхідно слідкувати, щоб папір фільтра не загорівся, так як при горінні частинки осаду можуть бути підхоплені потоком гарячих парів і винесені з тигля, що призведе до втрат. Після цього тигель поміщають в муфельну піч і прожарюють при температурі, яка вказана в методиці аналізу.

### Висновки

Основною операцією у гравіметричному аналізі є зважування визначуваного компонента на аналітичних вагах. При вирішенні аналітичних завдань ваговим методом можливі кілька варіантів виконання аналізу.

Серед гравіметричних методів аналізу найбільш широко застосовують метод осадження.

Методи осадження часто застосовують як методи розділення. Гравіметричний аналіз за методом осадження застосовують при аналізі еталонів для калібрування і контролю фізико-хімічних методів аналізу, при визначенні складу синтезованих сполук, тощо.

### Питання для самоконтролю

1. Що лежить в основі гравіметричного аналізу?
2. Чим відрізняється метод осадження від методу відгонки?
3. Назвіть основні етапи гравіметричного аналізу.
4. Які вимоги висуваються до осаджуваної форми?
5. Як проводять перенесення і розчинення наважки?
6. Яким чином осаджуються крупнокристалічні осади?
7. Як осаджують аморфні осади?
8. Які фільтри використовуються у гравіметричному аналізі?
9. Що таке вагова форма?
10. Для чого потрібно промивати осад?

### Тестові завдання

1. Розчинність малорозчинних сполук ( $\text{AgCl}$  або  $\text{BaSO}_4$ ) характеризують за допомогою спеціальної константи, яка називається:

- А) добуток розчинності;
- Б) константа дисоціації;
- В) ступінь дисоціації;
- Г) ступінь гідролізу.

2. Для визначення масової частки іонів Барію використовують гравіметричний метод осадження. Гравіметричною формою в даному випадку є:

- А) барій оксид;
- Б) барій сульфат;
- В) барій сульфід;
- Г) барій гідроксид.

3. Осаджувана форма – це:

- А) сполука, масу якої визначають в результаті аналізу;
- Б) сполука, у вигляді якої осаджують певний компонент;
- В) сполука, яку аналізують;
- Г) розчин, який осаджує певний йон.

4. До осаджувача висувається наступна вимога:

- А) осаджувач повинен бути летким;
- Б) осаджувач повинен бути специфічним;
- В) осаджувач повинен утворювати якомога менш розчинну сполуку;
- Г) осаджувач повинен утворювати крупнокристалічний осад.

5. При промиванні осаду слід дотримуватися правила:

- А) промивати багато разів невеликим об'ємом промивної рідини;
- Б) промивати 1 – 2 рази великим об'ємом промивної рідини;
- В) промивання повторювати кілька разів, доки осад не буде повністю відмитий від розчинних домішок;
- Г) число промивань та об'єм рідини не мають значення.

6. Дрібнокристалічні осади фільтрують через беззольні фільтри, що марковані:

- А) синьою стрічкою;
- Б) білою стрічкою;
- В) червоною стрічкою;
- Г) чорною стрічкою.

7. Аморфні та крупнозернисті осади фільтрують через беззольні фільтри, що марковані:

- А) синьою стрічкою;
- Б) білою стрічкою;
- В) червоною стрічкою;
- Г) чорною стрічкою.

8. Осади середньої зернистості фільтрують через беззольні фільтри, що марковані:

- А) синьою стрічкою;
- Б) білою стрічкою;
- В) червоною стрічкою;
- Г) чорною стрічкою.

9. Величину наважки зразка для аналізу визначають:

А) за різницею мас бюкса з наважкою і без неї;

Б) сумою мас бюкса з наважкою і без неї;

В) вагою наважки;

Г) вагою бюкса з наважкою.

10. Для повноти осадження береться така кількість надлишку осаджувача:

А) кількість надлишку не має значення;

Б) півтора – дворазовий надлишок;

В) триразовий надлишок;

Г) п'яти разовий надлишок.

**Рекомендована література:** основна [8]; додаткова [11; 7].

### Тема 3. Титриметричні методи технічного аналізу

**Мета:** розглянути алгоритми методу визначення Хрому прямим і зворотним способами титрування та індикатори методу кислотно-основного титрування.

#### План

1. Алгоритми методу визначення Хрому прямим і зворотним способами титрування.
2. Індикатори методу кислотно-основного титрування.

**Основні терміни та поняття:** реакція нейтралізації, титриметричний аналіз, кислотно-основні індикатори, кінцева точка титрування, титрант.

#### Методичні рекомендації

У *першому питанні* вам необхідно розглянути методи визначення Хрому прямим і непрямим способом титрування.

Для визначення Хрому у сталях, сплавах, що не містять Ванадій, використовують наступну методику.

З мірної колби місткістю 200 см<sup>3</sup> відбирають 50 см<sup>3</sup> розчину, що аналізується в конічну колбу місткістю 250 – 300 см<sup>3</sup>, доливають 15 см<sup>3</sup> сульфатної кислоти, розведеної 1:4, і 2 см<sup>3</sup> фосфатної кислоти. Для окислення Хрому вводять 2 см<sup>3</sup> розчину з масовою часткою 0,5 % аргентум нітрату, 1 – 2 г амоній персульфату. Розчин в колбі розбавляють водою до 150 см<sup>3</sup> і кип'ятять приблизно 10 хв.

Для матеріалів, що містять Марганець, додають ще 1 г амоній персульфату, якщо розчин не забарвиться в малиновий колір, і знову кип'ятять 5 – 10 хв. Потім колбу знімають з плитки, додають 1 – 2 г натрій хлориду до переходу забарвлення розчину в жовтий колір і знову кип'ятять 5 хв. для видалення Хлору. Після охолодження розчину титрують розчином солі Мора в присутності 0,5 см<sup>3</sup> розчину з масовою часткою 0,2 % фенілантранілової кислоти до переходу забарвлення з малинового в зелений.

Для сумішей порошків хром бориду наважку масою 0,1 г розчиняють в 50 см<sup>3</sup> сульфатної кислоти, розведеної 1:4, доливають 2 см<sup>3</sup> нітратної кислоти і випарюють розчин двічі до слабких парів сульфатної кислоти. Якщо наважка повністю не розчиняється, то розчин фільтрують (фільтрат зберігають) і досплавляють нерозчинну частину наважки з натрієм карбонатом при 900 – 950 °С. Після цього витравлюють водою, підкисленою сульфатною кислотою, і приєднують до фільтрату. Аналізований розчин переливають в мірну колбу місткістю 200 см<sup>3</sup>, розбавляють водою до мітки і перемішують.

Масова частка Хрому у відсотках обчислюють за рівнянням(3.1):

$$x = \frac{V_1 \cdot V_2 \cdot T \cdot 100}{V_1} \quad (3.1)$$

де:  $V$  – об'єм солі Мора, що витратили на титрування Хрому,  $\text{см}^3$ ;

$T$  – масова концентрація розчину солі Мора, виражена в  $\text{г}/\text{см}^3$ ;

$V_2$  – обсяг аналізованого розчину,  $\text{см}^3$ ;

$V_1$  – аліквотна частина аналізованого розчину,  $\text{см}^3$ ;

$m$  – маса наважки, г.

У *другому питанні* вам необхідно розглянути індикатори методу кислотного-основного титрування.

Так як реакція нейтралізації не супроводжується видимими змінами, наприклад, зміною забарвлення розчину, для фіксування точки еквівалентності доводиться додавати до розчину відповідний індикатор.

Індикаторами в методі кислотного-основного титрування служать речовини, що змінюють своє забарвлення при зміні рН середовища, тому їх називають кислотно-основними або рН-індикаторами. Найбільш широко використовуються в аналізі: метиловий оранжевий, фенолфталеїн, лакмус, метиловий червоний, тимолфталеїн, бромтимоловий синій.

Зробити правильний вибір індикатора для титриметричного аналізу можна, знаючи теорію індикаторів.

Існує декілька теорій, які пояснюють природу зміни забарвлення індикаторів – це іонна, хромофорна і іонно-хромофорна теорії. Найбільш простою є *теорія іонного забарвлення Оствальда*.

Згідно з теорією Освальда (1984 р.), індикатори, які використовуються в методі кислотного-основного титрування – це слабкі органічні кислоти або луги, у яких недисоційовані молекули іншого кольору, ніж у аніонів або катіонів, що утворюються при дисоціації. Умовно формули індикаторів можна записати як  $\text{HInd}$  і  $\text{IndOH}$ .

Якщо до розчину, який містить фенолфталеїн, додати трохи лугу,  $\text{OH}^-$  іони будуть пов'язувати  $\text{H}^+$  іони з утворенням молекул  $\text{H}_2\text{O}$ . Рівновага дисоціації індикатора зміститься вправо і накопичення аніонів викличе фарбування розчину в малиновий колір (рис. 3.1).

Навпаки, якщо до розчину фенолфталеїну долити кілька крапель кислоти, то буде придушуватися дисоціація молекул індикатора. Рівновага зміститься вліво, і розчин знебарвиться.



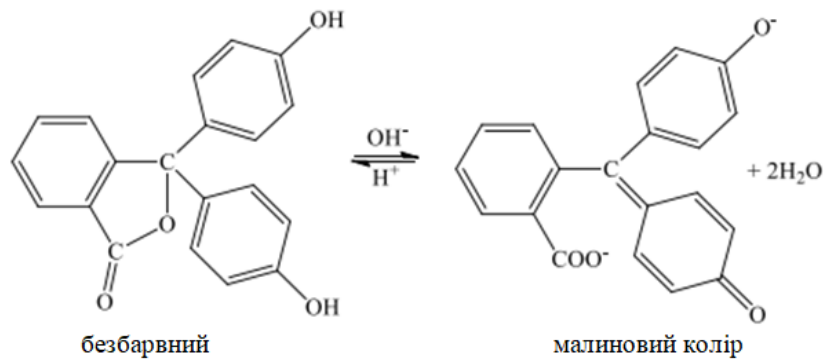


Рис. 3.1. Зміна забарвлення фенолфталеїну при зміні середовища

Згідно *хромофорної теорії*, молекули кислотно-основних індикаторів містять так звані хромофори (обумовлюють колір хімічної сполуки), тобто особливі групи атомів з сполученими подвійними зв'язками і неподіленими парами електронів. Хромофори бувають ізольовані і спряжені. Прикладами ізольованих хромофорів є групи  $-\text{C}=\text{C}-$ ,  $-\text{C}=\text{O}$ ,  $-\text{N}=\text{N}-$ , а до спряжених відносять групи  $-\text{C}=\text{C}-\text{C}=\text{C}-$ ,  $-\text{C}=\text{C}-\text{C}=\text{O}$ .

При зміні рН розчину або при дисоціації індикатора хромофори можуть перегруповуватися. Зміна забарвлення індикаторів – результат змін в їх внутрішньої будові. У одноколірних індикаторів це пов'язано з появою або зникненням хромофорів.

У двоколірних індикаторів ці зміни обумовлені перетворенням одних хромофорів в інші, що мають різне забарвлення. Цей процес називається таутомерією.

Перехід з однієї таутомерної форми в іншу відбувається під дією іонів  $\text{H}^+$  і  $\text{OH}^-$ , оскільки одна з форм індикатора є слабкою органічною кислотою або слабким органічним лугом. На забарвлення індикаторів впливає також присутність в сполуках інших угруповань, які називаються ауксохроми. До них відносяться групи  $-\text{OH}$ ,  $-\text{NH}_2$ ,  $-\text{OCH}_3$ ,  $-\text{N}(\text{CH}_3)_2$ ,  $-\text{SH}$  і т.д. Ауксохроми самі не повідомляють забарвлення індикаторів, але мають властивість посилювати дію хромофорів, підвищувати інтенсивність спричиненого ними забарвлення.

Сучасна *іонно-хромофорна теорія* індикаторів враховує ці два чинники і формулюється так: при зміні кислотності розчину одночасно відбувається зміщення рівноваги дисоціації індикатора і перегруповання хромофорних груп.

Таким чином, в розчинах кислотно-основних індикаторів одночасно відбуваються як рівноважні процеси, обумовлені дисоціацією молекул, так і рівноважні процеси, пов'язані з молекулярним угрупованням.

Властивість молекул різних індикаторів дисоціювати в нейтральному середовищі характеризується константами дисоціації.

Взаємозв'язок між константою дисоціації індикатора і значенням рН, де відбувається зміна забарвлення, можна вивести із загальних міркувань дисоціації індикатора з урахуванням закону діючих мас для рівноважних концентрацій:

$$K_{\text{HInd}} = \frac{[\text{H}^+]\cdot[\text{Ind}^-]}{[\text{HInd}]}$$

$$;$$

$$\text{pH} = \text{p}K_{\text{HInd}} - \lg \frac{[\text{HInd}]}{[\text{Ind}^-]}.$$

З урахуванням того, що зазвичай здатність людини до сприйняття забарвлення можлива, коли концентрація однієї з забарвлених форм приблизно в 10 разів більше концентрації іншої, отримуємо:

$$\text{pH} = \text{p}K_{\text{HInd}} - \lg \frac{10}{1} = \text{p}K_{\text{HInd}} - 1;$$

$$\text{pH} = \text{p}K_{\text{HInd}} - \lg \frac{1}{10} = \text{p}K_{\text{HInd}} + 1;$$

$$\text{pH} = \text{p}K_{\text{HInd}} \mp 1.$$

Тобто інтервал значень рН, в межах якого індикатор змінює своє забарвлення, простягається зазвичай на одну одиницю рН в ту або іншу сторону від величини рК індикатора. Цей інтервал переходу забарвлення індикатора називають також область переходу. Наприклад, область переходу забарвлення метилового оранжевого простягається від 3,1 до 4,4. При рН>4,4 метилоранж зберігає жовте забарвлення, при рН<3,1 – рожеве. У середині цього інтервалу відбувається зміна забарвлення від рожевого кольору до жовтого.

В ході титрування розчин титранту доливають до виразного зміни забарвлення індикатора.

Значення рН, при якому спостерігається різка зміна забарвлення індикатора, називають показником титрування рТ, що розраховується за формулою:

$$\text{pT} = - \lg K_{\text{HInd}}$$

Наприклад, у фенолфталеїну значення рТ=9, у метилового оранжевого рТ=4. Зазвичай величина рТ знаходиться всередині інтервалу переходу. Для того, щоб помилка титрування була найменшою, треба щоб зміна забарвлення індикатора відбувалося ближче до точки еквівалентності.

Неправильний вибір індикатора може спотворити результат аналізу, щоб цього не сталося, необхідно в кожному визначенні уявляти, яким чином відбувається зміна рН в процесі титрування, в якому середовищі лежить точка еквівалентності, як різко змінюється рН поблизу точки еквівалентності. Ці процеси описують *криві титрування*.

Для кожного даного титрування можна застосовувати тільки ті індикатори, показники титрування яких лежать в межах стрибка рН на кривій

титрування, тобто у правильно обраного індикатора інтервал переходу повністю або частково перекривається стрибком титрування на даній кривій.

### Висновки

Індикаторами в методі кислотно-основного титрування служать речовини, що змінюють своє забарвлення при зміні рН середовища. Найбільш широко використовуються в аналізі: метиловий оранжевий, фенолфталеїн, лакмус, метиловий червоний, тимолфталеїн, бромтимоловий синій.

Індикатори, які використовуються в методі кислотно-основного титрування – це слабкі органічні кислоти (або слабкі органічні луги); згідно іонної теорії, молекули індикаторів і утворені ними іони мають різне забарвлення.

Зробити правильний вибір індикатора для титриметричного аналізу можна, лише знаючи теорію індикаторів.

### Питання для самоконтролю

1. Що таке кислотно-основна реакція?
2. Що таке водневий показник?
3. Що таке ацидиметрія?
4. Що таке рН-індикатори?
5. Наведіть приклади кислотно-основних індикаторів.
6. Назвіть теорії, що пояснюють дію кислотно-основних індикаторів.
7. Що таке ауксохроми?
8. Що таке показник титрування (рТ)?
9. Що таке інтервал переходу забарвлення індикатора?
10. Назвіть правило вибору індикатора в методі кислотно-основного титрування.

### Тестові завдання

1. Титрант – це:
  - А) розчин, що дозволяє фіксувати кінцеву точку титрування;
  - Б) скляна ампула, що містить точну наважку речовини в сухому стані;
  - В) розчин, концентрація якого точно відома;
  - Г) розчин, що залишився після фільтрування осаду, який містить окремі компоненти речовини, що аналізується.
2. Титрування, яке засноване на перенесенні протонів у розчині від однієї речовини до іншої, називається:
  - А) окисно-відновне;
  - Б) осаджувальне;
  - В) кислотно-основне;

Г) комплексометричне.

3. Титрування слабкої основи слабкою кислотою не використовують у методі кислотно-основного титрування через:

- А) наявності домішок, які заважають проводити титрування;
- Б) відсутність можливості фіксувати кінцеву точку титрування;
- В) утворення малодисоційованих розчинних комплексних сполук;
- Г) відсутності осаду, який аналізується.

4. Значення рН, при якому змінюється колір індикатора, називається:

- А) кінцевою точкою титрування;
- Б) інтервалом переходу індикатору;
- В) показником титрування;
- Г) власна індикація.

5. Можливість кислотно-основного титрування й підбір індикатора здійснюють за допомогою:

- А) рН розчину;
- Б) даних кривих титрування;
- В) властивостей речовини яку аналізують;
- Г) вимірювання об'єму розчину реактиву відомої концентрації.

6. У титриметричному аналізі використовують різні способи титрування. Якщо є можливість вибору, то яким способом слід скористатись, щоб одержати точніший результат:

- А) пряме титрування;
- Б) зворотне титрування;
- В) замісникове титрування;
- Г) реверсійне титрування.

7. Титрування якого типу відображає дане рівняння:



- А) окисно-відновне;
- Б) осаджувальне;
- В) кислотно-основне;
- Г) комплексометричне.

8. Титрантами методу нейтралізації є стандартні розчини кислот і лугів, які є вторинними стандартними розчинами. Оберіть речовину, за якою стандартизують розчин хлоридної кислоти:

- А)  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;
- Б)  $\text{HNO}_3$ ;
- В)  $\text{CaCO}_3$
- Г)  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

9. У титриметричному аналізі використовують лише ті реакції, що відповідають таким вимогам:

- А) реакція повинна протікати кількісно, тобто бути необоротною (відбуватися лише в прямому напрямку);
- Б) реакція повинна відбуватися з великою швидкістю;
- В) усі відповіді правильні.;

Г) повинен існувати спосіб фіксації кінцевої точки титрування.

10. Методи титриметричного аналізу класифікують:

А) за типом аналітичної реакції;

Б) за природою речовини, яку аналізують;

В) в залежності від способу відбору наважки для титрування;

Г) за способом титрування.

**Рекомендована література:** основна [1;2]; додаткова [12].

#### Тема 4. Комплексометричне титрування

**Мета:** засвоїти основні властивості трилону Б та особливості титрування з його використанням, ознайомитися з способами фіксування кінцевої точки титрування в комплексометрії, розглянути методи контролю основної речовини в чистих солях.

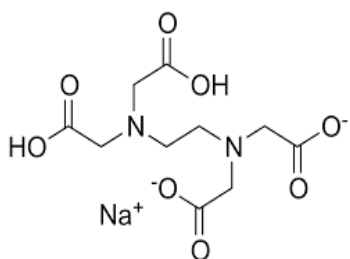
#### План

1. Властивості трилону Б.
2. Особливості титрування трилоном Б.
3. Методи контролю основної речовини в чистих солях згідно ГОСТ 10398-76.
4. Способи фіксування кінцевої точки титрування в комплексометрії.

**Основні терміни і поняття:** комплексометрія, трилон Б, пряме та зворотнє титрування, аліквота, наважка, титрант, стандартизація, точка еквівалентності.

#### Методичні рекомендації

У *першому питанні* вам необхідно розглянути властивості трилону Б.

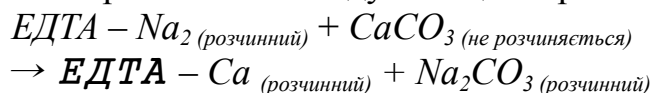


*Трилон Б* – це динатрієва сіль етилендіамінтетраоцтової кислоти, органічна сполука, що представляє собою білий кристалічний порошок. Добре розчиняється у воді і лугах, дуже слабо розчиняється в спирті. Утворює дуже стійкі комплексні сполуки з більшістю катіонів. Вступає в реакцію з сильними окисниками. Перетворює

нерозчинні солі металів в розчинні.

Трилон Б є іоном коагулянтном. Його дія відбувається за схемою, що ґрунтується на вилученні іонів металу зі солей, що не піддаються розчиненню, з подальшим заміщенням їх на іони Натрію, причому незалежно від валентності металу 1 молекула трилона Б реагує з 1 молекулою солі металу. Властивість Трилону Б перетворювати нерозчинні солі металу в розчинні пояснює його широке використання в аналітиці й не тільки.

Приклад розчинення нерозчинного осаду кальцій карбонату:



У *другому питанні* вам необхідно засвоїти особливості титрування трилоном Б.

Перед початком титрування робочий розчин трилону Б необхідно стандартизувати. Під стандартизацією розчину титранту мають на увазі встановлення його точної концентрації з відносною похибкою, що звичайно не перевищує  $\pm 0,1\%$ . Висока точність, з якою можна визначити концентрацію

титранту, є обов'язковою умовою, що забезпечує необхідну точність титриметричного визначення.

Розрізняють приготовані і встановлені розчини титрантів. Приготовлені розчини отримують шляхом розчинення точного навішування ретельно очищеної вихідної речовини в певному обсязі води або іншого розчинника. Так готують, наприклад, титрований розчин  $\text{NaCl}$ ,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  та ін.

Однак багато розчинів приготувати таким шляхом не можна, тому що не завжди можна отримати вихідні речовини в стані, придатному для цієї мети, наприклад  $\text{NaOH}$ ,  $\text{KMnO}_4$  і ін. В таких випадках готують встановлений розчин – це розчин титранту, концентрація якого відома лише приблизно, потім його стандартизують, тобто. встановлюють концентрацію з необхідною точністю.

Крім того, перед титруванням необхідно створити розчин з певним рН середовища. Створюють його за допомогою буферних розчинів (наприклад, аміачного буферного розчину), розчинів основ (натрій гідроксиду, амоній гідроксиду, гексаметилентетраміну), кислот (наприклад, нітратної кислоти).

У *третьому питанні* вам необхідно розглянути метод контролю основної речовини в чистих солях згідно ГОСТ 10398-76.

Цей стандарт поширюється на хімічні реактиви та особливо чисті солі і встановлює комплексометричний метод визначення вмісту основної речовини в сполуках, до складу яких входять такі елементи (табл.4.1).

Метод контролю основної речовини в чистих солях згідно ГОСТ 10398-76 заснований на утворенні малодисоційованих комплексних сполук катіонів з етилендіамін-N, N, N', N'-тетраоцтовою кислотою.

При цьому різні елементи, незалежно від валентності, реагують з ді-На-ЕДТА в молярном співвідношенні 1:1, за винятком Молібдену, який реагує з

ді-На-ЕДТА в молярном співвідношенні 2:1, і Цирконію, який, в залежності від умов, може давати сполуки 1:1 і 2:1.

Таблиця 4.1. Елементи, які входять до складу основної речовини в чистих солях, для методу контролю яких використовують ГОСТ 10398-76

Al	Cd	Mo(VI)
Ba	Ca	Ni
V(v)	Co	Pb
Bi	La	Sc
Ga	Mg	Sr
Fe(I, II)	Mn(II)	Ti(I, V)
In	Cu	Zn

Цей стандарт передбачає два типи комплексонометричного титрування: пряме і зворотне.

*Пряме титрування* застосовують для визначення іонів металів:  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ , які швидко реагують з ЕДТА, за умови, що існує відповідний індикатор або фізико-хімічний метод фіксування *ККТ* (критична контрольна точка).

*Зворотнє титрування* використовується тоді, коли реакція утворення комплексу металу з ЕДТА відбувається повільно або неможливо підібрати відповідний індикатор для визначення точки еквівалентності. Воно базується на додаванні надлишку ЕДТА з подальшим визначенням цього надлишку шляхом титрування його розчином металу. Так визначають, зокрема,  $Cr^{3+}$ ,  $Co^{3+}$ ,  $Pb^{2+}$  в присутності  $SO_4^{2-}$ ,  $Mg^{2+}$  в присутності  $PO_4^{3-}$ .

Масову частку основної речовини в аналізованому продукті (X) у відсотках обчислюють за рівняннями (4.1) та (4.2):

- 1) при прямому титруванні

$$X = \frac{V \cdot A \cdot 100}{m}, \quad (4.1)$$

- 2) при зворотному титруванні

$$X = \frac{(V_2 - V_1) \cdot A \cdot 100}{m}, \quad (4.2)$$

де: V – об'єм розчину ді-На-ЕДТА з концентрацією 0,05 або 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, витрачений на титрування або взятий для визначення, см<sup>3</sup>;

V<sub>1</sub> – об'єм розчину солі Цинку концентрацією 0,05 або 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, витрачений на зворотнє титрування, см<sup>3</sup>;

V<sub>2</sub> – загальний об'єм розчину аналізованого продукту, см<sup>3</sup>;

V<sub>3</sub> – об'єм аліквотної частини розчину аналізованого продукту, см<sup>3</sup>;

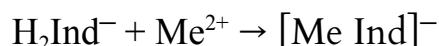
A – маса основної речовини в аналізованому продукті, відповідна 1 см<sup>3</sup> розчину ді-На-ЕДТА з концентрацією 0,05 або 0,01 моль/дм<sup>3</sup>, г;

m – маса наважки продукту, г.

У *четвертому питанні* вам необхідно розглянути способи фіксування кінцевої точки титрування в комплексонометрії.

При комплексонометричному титруванні використовують металохромні індикатори (металоіндикатори). *Металоіндикатори* – це органічні барвники (мурексид, еріохром чорний Т, еріохром синьо-чорний Б і ін.), які утворюють з обумовленими іонами розчинні у воді забарвлені комплексні сполуки, менш міцні, ніж комплекс катіона металу з трилоном Б.

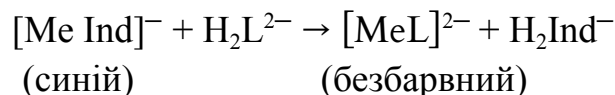
При цьому комплекс катіона з індикатором і вільний індикатор мають різне забарвлення:





(вино-червоне)                      (синє)

При комплексонометричному титруванні до аналізованого розчину додають металоіндикатор, який утворює з обумовленими катіонами комплекс, який має певне забарвлення. У процесі титрування трилоном Б комплекс катіонів металу з індикатором руйнується і утворюється безбарвний, дуже міцний комплекс катіонів з трилоном Б, а в розчин переходять іони вільного індикатора:



### Висновки

*Трилон Б* – це динатрієва сіль етилендіамінтетраоцтової кислоти, органічна сполука, представляє собою білий кристалічний порошок. Добре розчиняється у воді і лугах, дуже слабо розчиняється в спирті. Утворює дуже стійкі комплексні сполуки з більшістю катіонів. Вступає в реакцію з сильними окисниками. Перетворює не розчинні солі металів в розчинні.

Кінцеву точку титрування визначають візуально з використанням металохромних індикаторів, а також потенціометрично, фотометрично та іншими методами.

Металохромні індикатори утворюють у водних розчинах з іонами металу забарвлені комплекси, менш міцні, ніж комплекс металу з трилоном Б. Стійкість комплексів катіонів металів з трилоном Б значною мірою залежить від рН середовища.

### Питання для самоконтролю

1. Який метод титрування називається комплексонометричним? Які речовини можна визначати цим методом?
2. Що таке трилон Б? Якими характерними властивостями володіють комплексні сполуки катіонів металів з ЕДТА?
3. У чому полягає суть прямого і зворотного титрування?
4. Коли використовують зворотне титрування?
5. Яких умов необхідно дотримуватися при комплексонометричному титруванні? Які буферні розчини часто застосовуються в цьому методі?
6. Як проходить фіксування кінцевої точки титрування?
7. Що таке робочий розчин в комплексонометрії? Як його готують?
8. Що таке стандартизація розчину титранту?
9. Яким умовам повинні відповідати речовини для стандартизації титрантів?
10. Які загальні умови висувають до методів титрування?

### Тестові завдання

1. Методом прямої комплексометрії визначають концентрацію:

- А) аніонів сильних кислот;
- Б) катіонів металів;
- В) аніонів слабких кислот;
- Г) йонів Гідрогену.

2. Кількісний вміст кальцій хлориду визначають методом прямого комплексометричного титрування. Виберіть індикатор для фіксування кінцевої точки титрування:

- А) крохмаль;
- Б) еозін;
- В) еріохром чорний Т;
- Г) калію хромат.

3. Титрант методу комплексометрії (розчин трилону Б) утворює з катіонами металів незалежно від їх валентності комплексні сполуки у молярному співвідношенні:

- А) 1:1;
- Б) 1:2;
- В) 1:3;
- Г) 3:1.

4. Трилон Б здатен утворювати:

- А) стійкі комплексні сполуки;
- Б) розчинні комплексні сполуки;
- В) безбарвні комплексні сполуки;
- Г) всі відповіді правильні.

5. Загальну твердість води визначають прямим титруванням стандартним розчином трилону Б в присутності індикатора:

- А) дифенілкарбазон;
- Б) еріохром чорний Т;
- В) флуоресцеїн;
- Г) розчин натрій нітропрусиду;

6. Існують такі типи комплексометричного титрування:

- А) пряме і зворотне;
- Б) пряме і постійне;
- В) обернене і замісникове;
- Г) тільки пряме.

7. Для стандартизації титрованого розчину трилону Б використовують стандартний розчин:

- А) натрій тетраборату;
- Б) калій дихромату;
- В) цинк сульфату;
- Г) оксалатної кислоти.

8. Приготували 0,05 М розчин Трилону Б. Вкажіть речовину-стандарт для стандартизації цього розчину:

- А) металевий Цинк;

- Б) натрій тетраборат;
- В) калій дихромат;
- Г) натрій гідроксид.

9. Трилон Б, формулу якого скорочено позначають  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}$ , проявляє таку особливість взаємодії з катіонами металів:

- А) реагує лише з однозарядними катіонами;
- Б) реагує з аніонами;
- В) реагує з більшістю катіонів, крім катіонів Натрію та Калію;
- Г) реагує лише з багатозарядними катіонами.

10. При проведенні комплексометричного титрування застосовують металохромні індикатори, до яких належить:

- А) флуоресцеїн;
- Б) дифенілкарбазид;
- В) фенолфталеїн.
- Г) еріохром чорний.

**Рекомендована література:** основна [5]; додаткова [5; 6; 10].

## Тема 5. Оптичні методи технічного аналізу

**Мета:** дослідити аналітичні можливості органічних реагентів та обмеження їх застосування; ознайомитись з особливостями сумісного сорбційно-рентгенофлуоресцентного аналізу.

### План

1. Аналітичні можливості органічних реагентів на Pb, Cu, Cd та обмеження їх застосування за селективністю при визначенні металів в об'єктах довклілля.

2. Вплив іонів важких металів на інтенсивність характеристичного рентгенівського випромінювання Молібдену(VI).

**Основні терміни і поняття:** електронний парамагнітний резонанс (ЕПР), адсорбент, магнітне поле, органічні реагенти, ІЧ-спектроскопія, рентгенофлуоресцентний аналіз.

### Методичні рекомендації

У *першому питанні* вам потрібно розглянути аналітичні можливості органічних реагентів на Pb, Cu, Cd та обмеження їх застосування за селективністю при визначенні металів в об'єктах довклілля.

В аналітичній хімії широко використовують хелатні комплексні сполуки іонів металів із органічними лігандами, у структурі яких є функціональні групи із атомами, здатними утворювати донорно-акцепторні зв'язки. Останнім часом серед спектрофотометричних реагентів добре зарекомендували себе похідні тіазолу, а саме тіазоліазонафтолові барвники. Головним недоліком такого типу реагентів є низька вибірковість аналітичних реакцій через високу спорідненість багатьох іонів металів до утворення міцних координаційних зв'язків за азогрупою та іншими гетероциклічними електронодонорними центрами. Синтетичні можливості органічної хімії дозволяють модифікувати структуру реагентів шляхом введення функціональних груп, які забезпечать вибірковість аналітичних реакцій, зокрема завдяки створенню стеричних перешкод іонам супутніх елементів, перетворюючи планарну будову реагенту в об'ємну.

Вперше було синтезовано новий аналітичний реагент – 1-(5-бензилтіазол-2-іл)-азонафтален-2-ол (BnTAN) та його водорозчинну сульфамідну похідну SABnMeTAN (рис. 5.1). Структуру цільового продукту азосполучення заплановано таким чином, щоб вона містила фенільний замісник, до якого у подальшому можна прищепити інші функціональні групи у залежності від потреб.

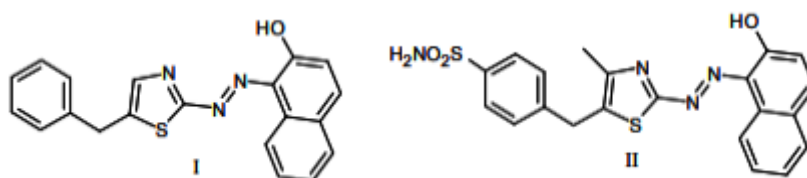


Рис. 5.1. Структурні формули барвників: I – BnTAN, II – SABnMeTAN

Детально вивчено взаємодію органічного реагенту із рядом перехідних металів. Характерно, що більшість із досліджених іонів ( $Co^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Hg^{2+}$ ) утворюють хелатні комплекси із BnTAN у лужному розчині, хоча  $Ni^{2+}$  та  $Cu^{2+}$  координуються азобарвником у слабокислому середовищі, а  $Pd^{2+}$  – у сильнокислому. Комплекси металів із запропонованим реагентом поступаються у стійкості відповідним хелатам із ЕДТА, що можна використати у комплексонометричному титруванні.

Склад комплексних сполук визначали класичними спектрофотометричними методами і у більшості випадків один іон металу взаємодіє із двома лігандами BnTAN. Винятками є лише комплекси Ni(II) та Pd(II) складу 1:1, а також Hg(II), що реагує із азобарвником у співвідношенні 1:3 (рис. 5.2).

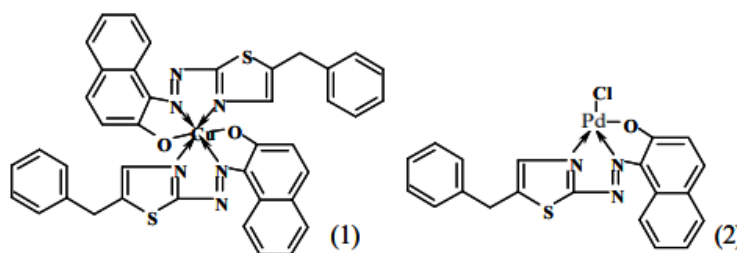


Рис. 5.2. Гіпотетичні структури комплексів  $Cu(BnTAN)_2$  та  $PdClBnTAN$

Спектрофотометричні методи визначення перехідних металів з використанням 1-(5-бензилтіазол-2-іл)-азонафтален-2-олу мають варіанти розроблених методик спектрофотометричного визначення окремих перехідних металів з допомогою нового азобарвника, а також результати визначення перехідних металів у різноманітних об'єктах. Приклад послідовності дій під час екстракцій- 12 но-фотометричного аналізу із BnTAN наведено на рис. 5.3.

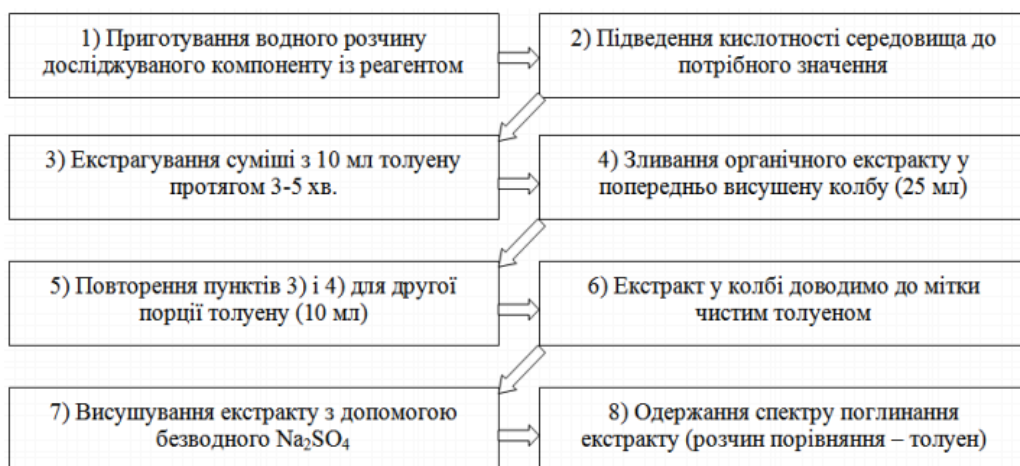


Рис. 5.3. Алгоритм дій при визначенні Cu(II) із VnTAN

Можливість використання розроблених методів визначення іонів металів перевіряли на модельних розчинах методом «введено-знайдено». Результати визначення різних вмістів цих металів підтвердили, що нові методики характеризуються надійністю, підтвердженою на реальних об'єктах. Аналізували також стандартні зразки, сертифіковані розчини порівняння, ґрунти, водопровідну та річкову воду, сплави та монети, деталі електронної техніки на вміст перехідних металів із задовільними значеннями відносного стандартного відхилення.

У **другому питанні** вам необхідно звернути увагу на вплив іонів важких металів на інтенсивність характеристичного рентгенівського випромінювання Молибдену(VI).

З метою розробки основ сорбційно-рентгенофлуоресцентного аналізу токсичних металів з їх предконцентруванням на силікагелі з ковалентно закріпленим 8-оксихіноліном були побудовані залежності інтенсивностей характеристичного рентгенівського випромінювання  $L_{\alpha}$ -лінії свинцю,  $K_{\alpha}$ -лінії Цинку,  $K_{\alpha}$ -лінії Купруму,  $K_{\alpha}$ -лінії Кадмію та  $K_{\alpha}$ -лінії Молибдену (рис. 5.4), координуваних на поверхні даного комплексотвірного хімічно модифікованого кремнезему, від маси металів на сорбенті. Розглянутий концентраційний інтервал відповідає концентраціям металів у питній воді від 0,5 до 10 ГДК (мкг/л).

З метою збільшення гомогенності перед зняттям рентгенівських спектрів характеристичного випромінювання зразки сорбенту з координуваними металами були перетерті в агатовій ступці.

З рис. 5.4 видно, що інтенсивність характеристичного рентгенівського випромінювання для всіх іонів металів прямо пропорційно залежить від вмісту цих іонів у фазі сорбенту. Цей факт доводить можливість використання даного силікагелю з ковалентно закріпленим 8-оксихіноліном у сорбційно-рентгенофлуоресцентному аналізі складних сумішей, наприклад забрудненої води, до складу яких входять іони Плюмбуму(II), Цинку(II), Купруму(II), Кадмію(II) та Молибдену(VI).

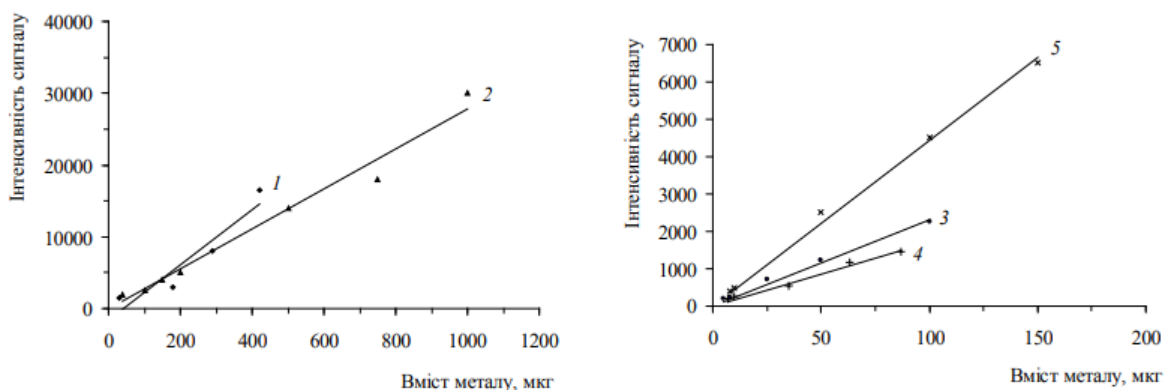


Рис. 5.4. Графіки залежностей інтенсивності характеристичного рентгенівського випромінювання: 1 –  $L_{\alpha}$ -лінії Pb, 2 –  $K_{\alpha}$ -лінії Zn, 3 –  $K_{\alpha}$ -лінії Cu, 4 –  $K_{\alpha}$ -лінії Cd, 5 –  $K_{\alpha}$ -лінії Mo (5) від маси металів на кремнеземі, хімічно модифікованому оксидом (сила струму 12 мА, напруга 45 В, час експозиції 1000 с)

Для встановлення впливу надлишку Плюмбуму(II) у вихідних розчинах на сорбційно-рентгенофлуоресцентне визначення Молібдену(VI) на стадії рентгенофлуоресцентного аналізу було порівняно залежності інтенсивностей характеристичного рентгенівського випромінювання  $K_{\alpha}$ -лінії Молібдену від його маси у вихідних розчинах без та в присутності 1 мг Pb(II) (рис. 5.5).

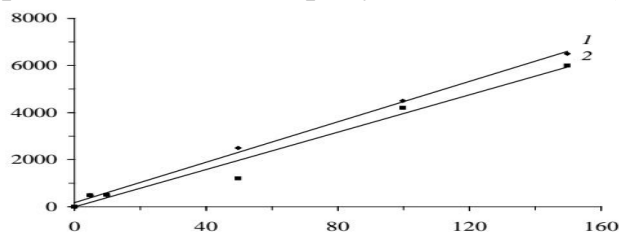


Рис. 5.5. Залежність інтенсивності характеристичного рентгенівського випромінювання  $K_{\alpha}$ -лінії Молібдену від його маси на поверхні адсорбенту: 1 – без іонів Плюмбуму(II), 2 – в присутності 1 мг іонів Плюмбуму(II)

Присутність у фазі сорбенту масових надлишків Свинцю(II) зменшує інтенсивність сигналу  $K_{\alpha}$ -лінії Молібдену, координованого на силікагелі з хімічно закріпленим 8-оксихіноліном.

Отже, основною причиною нечіткого сорбційно-рентгенофлуоресцентного визначення іонів молібдену в присутності іонів інших токсичних металів є зменшення інтенсивності сигналу характеристичного рентгенівського випромінювання  $K_{\alpha}$ -ліній Молібдену на поверхні силікагелю з хімічно закріпленим 8-оксихіноліном.

### Висновки

В аналітичній хімії широко використовують хелатні комплексні сполуки іонів металів із органічними лігандами, у структурі яких є функціональні групи із атомами, здатними утворювати донорно-акцепторні зв'язки. Останнім часом серед спектрофотометричних реагентів добре зарекомендували себе похідні

тіазолу, а саме тіазолілазонафтолові барвники. Головним недоліком такого типу реагентів є низька вибірковість аналітичних реакцій через високу спорідненість багатьох іонів металів до утворення міцних координаційних зв'язків за азогрупою та іншими гетероциклічними електронодонорними центрами.

Адсорбція іонів металів на модифікованому кремнеземі відбувається за рахунок комплексоутворення іонів з 8-оксихіноліном, хімічно закріпленим на поверхні кремнезему, що підтверджено даними ЕПР та ІЧ-спектроскопії. Дослідження будови поверхневих комплексів свідчать про координацію металів як через атоми азоту, так і через атоми кисню гідроксигруп іммобілізованих молекул 8-оксихіноліну.

### Питання для самоконтролю

1. Що визначає ЕПР метод?
2. На чому ґрунтується спектрофотометричний метод?
3. Що таке ІЧ-спектроскопія?
4. Що визначає рентенофолоуресцентний аналіз?
5. За рахунок чого відбувається адсорбція іонів токсичних металів на хімічно модифікованому силікагелі?
6. Які переваги та недоліки мають кремнеземні сорбенти?
7. Про що свідчать дослідження будови поверхневих комплексів?
8. Які спектри були одержані з метою встановлення будови комплексів іонів Купруму(II)?
9. Які існують способи для переведення сполуки, що визначається, у фазу сорбента?
10. Які обмеження мають органічні реагенти при визначенні металів в об'єктах довкілля?

### Тестові завдання

1. Електронний парамагнітний резонанс (ЕПР) – це:
  - А) фізичне явище, яке полягає у вибіркового поглинанні електромагнітних хвиль парамагнітною речовиною, яку помістили у зовнішнє магнітне поле;
  - Б) метод кількісного визначення елементного складу речовини, що досліджується за атомними спектрами поглинання;
  - В) фізико-хімічний метод кількісного аналізу, що ґрунтується на вимірюванні електрохімічного потенціалу електрода в розчині досліджуваної речовини;
  - Г) метод дослідження речовини шляхом визначення мас іонів цієї речовини (частіше відношення мас іонів до їхніх зарядів) і їхніх кількостей.
2. У спектрофотометричному методі використовується частина спектра:
  - А) видима;
  - Б) ультрафіолетова, видима та інфрачервона;
  - В) ультрафіолетова і видима;



Г) видима та інфрачервона.

3. Адсорбція іонів металів на модифікованому кремнеземі відбувається за рахунок:

А) комплексоутворення іонів з 8-оксихіноліном, хімічно закріпленим на поверхні кремнезему;

Б) електричної дисоціації;

В) інтенсивності падаючого світла;

Г) концентрації розчину.

4. Органічні речовини в реакціях комплексоутворення можуть виступати в ролі:

А) монодентатних і полідентатних лігандів;

Б) бідентатних і полідентатних лігандів;

В) монодентатних і бідентатних лігандів;

Г) бідентатних лігандів.

5. На скільки відсотків Цинк(II) та Молібден(II) визначаються розробленим методом:

А) 50 – 60 %;

Б) 20 – 30 %;

В) 10 %;

Г) 80 %.

6. Основною причиною не кількісного сорбційно-рентгенофлуоресцентного визначення іонів молібдену в присутності іонів інших токсичних металів є:

А) зменшення інтенсивності сигналу характеристичного рентгенівського випромінювання;

Б) зменшення концентрації розчину;

В) збільшення інтенсивності сигналу характеристичного випромінювання;

Г) збільшення концентрації розчину.

7. Об'єктом спектрофотометричних вимірювань, як правило, є:

А) тверді сполуки;

Б) розчини;

В) гази;

Г) плазма.

8. ІЧ спектри отримують за допомогою:

А) спектрометрів різних типів, робочий діапазон яких знаходиться в межах так званої фундаментальної ІЧ області.

Б) великих концентрацій розчину;

В) довжини хвилі;

Г) інтенсивності падаючого світла.

9. Поглинання світлового випромінювання залежить відповідно з законом Бугера-Ламберта:

А) від товщини шару розчину;

Б) від інтенсивності падаючого світлового потоку;

В) від концентрації розчину;

Г) від інтенсивності світлового потоку, що пройшов крізь розчин.

10. ІЧ спектроскопія використовується для вивчення:

А) флотаційних реагентів, міжфазної зони «адгезив-субстрат», ідентифікації і кількісних вимірювань промислових забруднень, аналізу в польових умовах, вивчення реакцій в атмосфері;

Б) водних розчинах;

В) такого методу немає;

Г) твердих сполук.

**Рекомендована література:** основна [3]; додаткова [2; 3; 4].

## Тема 6. Методи контролю екологічного стану довкілля

**Мета:** з'ясувати аналітичні можливості сульфосаліцилової кислоти та ортофенантроліна, ознайомитися з особливостями валового аналізу ґрунтів.

### План

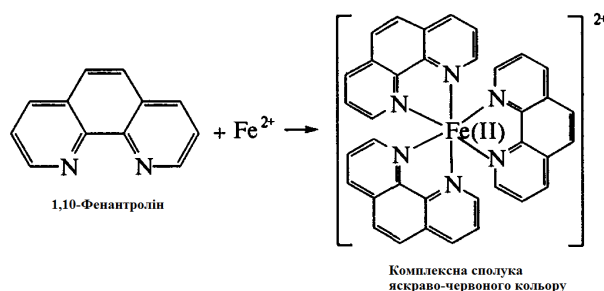
1. Аналітичні можливості сульфосаліцилової кислоти та ортофенантроліна при визначенні Феруму.
2. Особливості валового аналізу ґрунтів.

**Основні терміни та поняття:** валовий склад, валовий аналіз, спікання, сплавлення, кислотне розкладання.

### Методичні рекомендації

У *першому питанні* вам необхідно з'ясувати аналітичні можливості сульфосаліцилової кислоти та ортофенантроліна при визначенні Феруму.

Іони  $\text{Fe}^{2+}$  і  $\text{Fe}^{3+}$  мають хромофорні властивості, в зв'язку з чим, для їх визначення, широко застосовується фотометричний метод. Ферум має можливість утворювати стійкі кольорові комплекси з ортофенантроліном та сульфосаліциловою кислотою. Реакція з фенантроліном заснована на специфічній взаємодії  $\text{Fe}^{2+}$  з ортофенантроліном ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) в слабко кислому середовищі з утворенням комплексу червоного кольору. Метод застосовується для роздільної ідентифікації  $\text{Fe}^{2+}$  і  $\text{Fe}^{3+}$  в ґрунті.

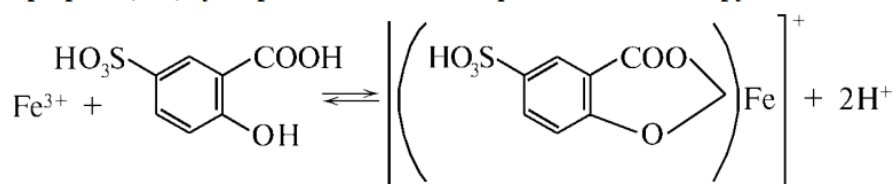


У присутності сильних окисників відбувається окиснення  $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$  до  $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{3+}$ , що має блакитне забарвлення.

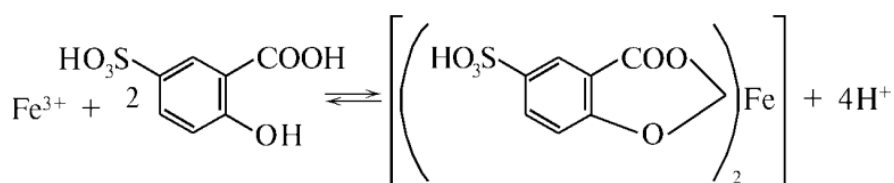
Спектр визначення фенантролінового комплексу  $\text{Fe}(\text{II})$  має максимуми при  $\lambda = 490$  нм ( $\epsilon = 1,06 \cdot 10^6$ ) і  $\lambda = 505$  нм ( $\epsilon = 1,10 \cdot 10^4$ ), що не залежать від рН розчину в інтервалі від 2 до 9. Межа виявлення  $\text{Fe}(\text{II})$  становить 0,13-0,15 мкг/л. Для аналізу  $\text{Fe}(\text{III})$  його попередньо відновлюють до  $\text{Fe}(\text{II})$ , наприклад, гідрохіноном або солями гідроксиламіна.

Реакція з сульфосаліциловою кислотою ( $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_6\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) полягає у взаємодії  $\text{Fe}^{3+}$  у лужному середовищі з утворенням стійкого комплексу жовтого кольору (нестійкі комплекси, що утворюються в кислому середовищі, використовуються тільки при комплексонометричному титруванні).

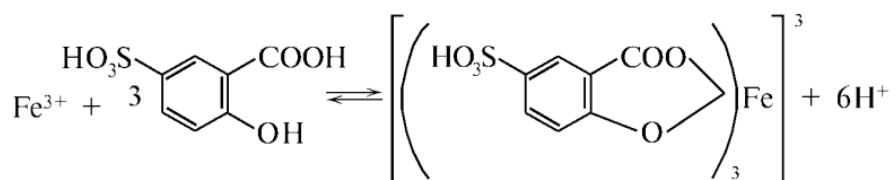
При рН=1,8-2,5 утворюється комплекс фіолетового кольору:



При рН=4-8 утворюється комплекс червоного кольору:



При рН=8-11 утворюється комплекс жовтого кольору:



У *другому питанні* вам необхідно розглянути особливості валового аналізу ґрунтів.

*Валовий склад* (його ще називають елементним) ґрунтів – це вміст у ґрунті кожного з хімічних елементів. Цей загальний вміст хімічних елементів у ґрунті визначають сукупністю аналітичних прийомів і методів аналізу, які називають *валовим аналізом*.

Валовий склад умовно можна поділити на мінеральний і органічний. В основі методів визначення елементного складу неорганічної частини ґрунту часто лежать реакції, які призводять до переведення хімічних елементів з твердої фази в розчинну фазу, тоді як елементний аналіз органічної частини зазвичай заснований на реакціях окиснення органічних сполук з утворенням газоподібних продуктів.

Результати валового аналізу прийнято виражати в масових частках (маса елемента або його оксиду на одиницю маси ґрунту). Однак, дані результати використовують в тому випадку, коли необхідно оцінити частку окремих сполук хімічного елемента від його загального вмісту в ґрунті.

Валовий аналіз ґрунтів являє собою розкладання проб ґрунту і визначення вмісту елементів в продуктах розкладання. *Розкладання ґрунту* для валового аналізу – це певний процес хімічного і термічного впливу, в результаті якого відбувається руйнування вихідних твердофазних сполук і утворення нових, більш простих, які розчиняються в кислому або лужному середовищі.

Вимоги до процесу розкладання ґрунту:

- аналізовану речовину необхідно повністю перевести в розчин;

- необхідно позбавитись елементів, що можуть заважати визначенню речовини;
- реагенти, що додають до ґрунту для його розкладання, мають бути інертними;
- метод розкладання має бути універсальним (для забезпечення визначення максимально можливого числа елементів у продуктах розкладання проби);
- треба мінімізувати матричний ефект, але при цьому концентрація аналітів у розчині не повинна бути нижче чутливості методів вимірювання, які планується використовувати для аналізу.

Способи розкладання ґрунтів: *сплав, спікання, кислотне розкладання.*

*Сплавлення* – метод розкладання, в процесі якого ґрунтова проба взаємодіє при високій температурі з хімічними реагентами, що знаходяться в розплавленому стані.

*Спікання* – це спосіб пробопідготовки, при якому взаємодія твердих реагентів з ґрунтом відбувається при нагрівання (але з урахуванням того, що температура буде менша, ніж температура плавлення реагуючих компонентів суміші). Спікання можна провести в звичайних порцелянових тиглях в муфельній печі.

Після процесів сплавлення/спікання отриману речовину переводять в рідку фазу за допомогою обробки тигля гарячою дистильованою водою та розбавленою соляною або азотною кислотою.

Відмінною особливістю сплаву та спікання, на відміну від кислотного розкладання, є можливість кількісного визначення Силіцію. Однак для цього необхідно провести відділення Силіцію від інших елементів, які присутні в пробі.

*Кислотне розкладання* – метод, під час якого пробу ґрунту обробляють сильними мінеральними кислотами під впливом високих температур (іноді при підвищеному тиску), що приводить до деструкції ґрунтових компонентів.

Кислотне розкладання ґрунтів буває повним (розкладання в присутності HF) і неповним (розкладання без участі HF).

Вибір методів розкладання ґрунту і аналізу отриманих розчинів залежить від мети роботи.

### **Висновки**

Ферум має можливість утворювати стійкі кольорові комплекси з ортофенантроліном та сульфосаліциловою кислотою. Реакція з фенантроліном заснована на специфічній взаємодії  $Fe^{2+}$  з ортофенантроліном ( $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ ) в слабо кислому середовищі з утворенням комплексу червоного кольору.

Реакція з сульфосаліциловою кислотою ( $C_7H_6O_6S \cdot 2H_2O$ ) полягає у взаємодії  $Fe^{3+}$  в лужному середовищі з утворенням стійкого комплексу жовтого кольору.

Загальний вміст хімічних елементів у ґрунті визначають сукупністю аналітичних прийомів і методів аналізу, які називають валовим аналізом. Він

являє собою розкладання проб ґрунту і визначення вмісту елементів в продуктах розкладання. Валовий склад умовно можна поділити на мінеральний і органічний.

### Питання для самоконтролю

1. Напишіть реакцію  $\text{Fe}^{2+}$  з ортофенантроліном ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ).
2. Напишіть реакцію  $\text{Fe}^{3+}$  з сульфосаліціловою кислотою ( $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_6\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) при  $\text{pH}=1,8-2,5$ .
3. Напишіть реакцію  $\text{Fe}^{3+}$  з сульфосаліціловою кислотою ( $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_6\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) при  $\text{pH}=4-8$ .
4. Напишіть реакцію  $\text{Fe}^{3+}$  з сульфосаліціловою кислотою ( $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_6\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) при  $\text{pH}=8-11$ .
5. Що таке валовий склад ґрунтів? Яким чином його можна умовно розділити?
6. Опишіть вимоги до процесу розкладання ґрунту.
7. Які способи розкладання ґрунтів вам відомі?
8. Що вам відомо про сплав ґрунтів?
9. Що вам відомо про спікання ґрунтів?
10. Що вам відомо про кислотне розкладання ґрунтів?

### Тестові завдання

1. При реакції  $\text{Fe}^{2+}$  з фенантроліном утворюється:
  - А) комплекс синього кольору;
  - Б) комплекс червоного кольору;
  - В) комплекс жовтого кольору;
  - Г) осад червоного кольору.
2. При окисненні  $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{2+}$  до  $[\text{Fe}(\text{phen})_3]^{3+}$  утворюється сполука:
  - А) жовтого кольору;
  - Б) червоного кольору;
  - В) блакитного кольору;
  - Г) фіолетового кольору.
3. Спектр визначення фенантролінового комплексу  $\text{Fe}(\text{II})$  має максимуми при:
  - А)  $\lambda = 490 \text{ нм}$  ( $\epsilon = 1,06 \cdot 10^6$ ) і  $\lambda = 505 \text{ нм}$  ( $\epsilon = 1,10 \cdot 10^4$ );
  - Б)  $\lambda = 290 \text{ нм}$  ( $\epsilon = 1,06 \cdot 10^6$ ) і  $\lambda = 605 \text{ нм}$  ( $\epsilon = 1,10 \cdot 10^4$ );
  - В)  $\lambda = 90 \text{ нм}$  ( $\epsilon = 1,06 \cdot 10^6$ ) і  $\lambda = 105 \text{ нм}$  ( $\epsilon = 1,10 \cdot 10^4$ );
  - Г)  $\lambda = 580 \text{ нм}$  ( $\epsilon = 1,06 \cdot 10^6$ ) і  $\lambda = 905 \text{ нм}$  ( $\epsilon = 1,10 \cdot 10^4$ ).
4. При реакції  $\text{Fe}^{3+}$  з сульфосаліціловою кислотою ( $\text{pH}=1,8-2,5$ ) утворюється комплекс:
  - А) блакитного кольору;
  - Б) фіолетового кольору;
  - В) малинового кольору;

Г) жовтого кольору.

5. При реакції  $\text{Fe}^{3+}$  з сульфосаліціловою кислотою (рН=4-8) утворюється комплекс:

- А) блакитного кольору;
- Б) фіолетового кольору;
- В) малинового кольору;
- Г) червоного кольору.

6. При реакції  $\text{Fe}^{3+}$  з сульфосаліціловою кислотою (рН=8-11) утворюється комплекс:

- А) жовтого кольору;
- Б) фіолетового кольору;
- В) малинового кольору;
- Г) червоного кольору.

7. Валовий склад умовно можна поділити на:

- А) термолабільний та термостійкий;
- Б) металічний та неметалічний;
- В) розчинний та нерозчинний;
- Г) мінеральний та органічний.

8. Результати валового аналізу прийнято виражати у:

- А) відсотках;
- Б) міліграмах;
- В) масових частках;
- Г) будь-який з вищеперерахованих варіантів.

9. Способи розкладання ґрунтів:

- А) сплав, спікання, розкладання під дією концентрованих кислот та лугів;
- Б) сплав, спікання, кислотне розкладання;
- В) розкладання під дією концентрованих кислот та лугів;
- Г) розчинення, спікання, кислотне розкладання.

10. Відмінною особливістю сплаву та спікання, на відміну від кислотного розкладання, є можливість кількісного визначення:

- А) Si;
- Б) Mn;
- В) As;
- Г) Co.

**Рекомендована література:** основна [4]; додаткова [9].

## Тема 7. Фізичні методи технічного аналізу

**Мета:** ознайомитись з державним наглядом за стандартами та засобами виміру фізичних величин, розглянути люмінесцентний та рентгеноструктурний методи аналізу.

### План

1. Державний нагляд за стандартами та засобами виміру фізичних величин.
2. Люмінесцентний метод.
3. Рентгеноструктурний метод.

**Основні терміни та поняття:** єдність вимірювань, метрологія, люмінесцентний аналіз, рентгеноструктурний аналіз.

### Методичні рекомендації

У *першому питанні* вам необхідно ознайомитися з державним наглядом за стандартами та засобами виміру фізичних величин.

Наразі розвиток науки і техніки в агропромисловому комплексі неможливий без застосування достовірних вимірів, а забезпечення єдності вимірів – без добре розвиненої метрологічної служби, проведення спеціальних теоретичних досліджень і експериментального обґрунтування.

Єдність вимірювань – стан вимірювань, за якого їх результати виражаються в (узаконених) одиницях вимірювань, а характеристики похибок або невизначеності вимірювань відомі із заданою ймовірністю та не виходять за встановлені границі.

Виникає потреба у визначенні одиниць, які забезпечують єдність вимірів, створенні еталонів і зразкових засобів вимірювань. Все це обумовлює підвищені вимоги до метрології як науки про виміри, методи і засоби забезпечення їх єдності і способи досягнення потрібної точності.

Метрологічне забезпечення – це установлення та застосування метрологічних норм і правил, а також розроблення, виготовлення та застосування технічних засобів, необхідних для досягнення єдності і необхідної точності вимірювань. Метрологічне забезпечення складається із *наукової, законодавчої, нормативної, технічної та організаційної основ*.

*Науковою основою* метрологічного забезпечення є метрологія – наука про вимірювання, яка включає як теоретичні, так і практичні аспекти вимірювань в усіх галузях науки і техніки.

*Законодавчою основою* метрологічного забезпечення є закони України, декрети і постанови Кабінету Міністрів України, які спрямовані на забезпечення єдності вимірювань.

*Нормативною основою* метрологічного забезпечення є державні стандарти та інші документи державної системи забезпечення єдності



вимірювань, відповідні нормативні документи Держспоживстандарту України, методичні вказівки і рекомендації, які регламентують єдину номенклатуру, способи подання та оцінювання метрологічних характеристик, правила стандартизації й атестації засобів вимірювальної техніки, вимоги до проведення державних випробувань, перевірки, ревізії та експертизи засобів вимірювальної техніки.

*Технічною основою* метрологічного забезпечення є:

- система державних еталонів одиниць фізичних величин, яка забезпечує їх відтворення з найвищою точністю;
- система стандартних зразків складу та властивостей речовин і матеріалів, що забезпечує відтворення одиниць фізичних величин, які характеризують склад і властивості речовин і матеріалів;
- система робочих засобів вимірювальної техніки, які використовуються під час розроблення виробництва, випробувань та експлуатації продукції, наукових досліджень та інших видів діяльності.

*Організаційною основою* метрологічного забезпечення є метрологічна служба України, яка складається з державної та відомчих служб.

Основною метою метрологічного забезпечення є поліпшення якості продукції, підвищення ефективності виробництва, використання матеріальних цінностей та енергетичних ресурсів, а також наукових досліджень.

Єдність вимірювань досягається на основі стандартизації:

- одиниць фізичних величин;
- державних еталонів і повірочних схем;
- методів і засобів повірки засобів вимірювань;
- нормування метрологічних характеристик;
- норм точності вимірювань;
- способів вираження і форм представлення результатів вимірювань та показників точності вимірювань;
- методик проведення вимірювань;
- методик оцінки достовірності й форми представлення даних про властивості речовин і матеріалів;
- вимог до зразків складу і властивостей речовин та матеріалів;
- організації і порядку проведення державних випробувань, повірки, метрологічної атестації засобів вимірювань, метрологічної експертизи, нормативно-технічної, проектної, конструкторської і технологічної документації.

Перелік основних нормативних документів, що регламентують забезпечення єдності вимірювань в Україні:

- ДСТУ 3561.0-97 Метрологія. Одиниці фізичних величин. Основні одиниці фізичних величин Міжнародної системи одиниць. Основні положення, назви та позначення;
- ДСТУ 3561.1-97 Метрологія. Одиниці фізичних величин. Похідні одиниці фізичних величин Міжнародної системи одиниць. Основні поняття, назви та позначення;

- ДСТУ 3561.2-97 Метрологія. Одиниці фізичних величин. Фізичні сталі та характеристичні числа;
- ДСТУ 3215-95 Метрологія. Метрологічна атестація засобів вимірювальної техніки. Організація та порядок проведення;
- ДСТУ 3400-2000 Метрологія. Державні випробування засобів вимірювальної техніки. Основні положення, організація, порядок проведення і розгляду результатів;
- ДСТУ 2708-99 Метрологія. Повірка засобів вимірювальної техніки. Організація та порядок проведення;
- ДСТУ 3989-2000 Метрологія. Калібрування засобів вимірювальної техніки. Основні положення, організація, порядок проведення та оформлення результатів.

У *другому питанні* вам необхідно ознайомитися з люмінесцентним аналізом.

*Люмінесценція* – це нетеплове світіння речовини, що відбувається після поглинання ним енергії збудження.

Залежно від способу збудження розрізняють такі види люмінесценції:

- фотолюмінесценція – світіння під впливом хвиль оптичного діапазону;
- електролюмінесценція – світіння під впливом електричного поля;
- тріболюмінесценція – світіння під час розтирання або розколювання деяких кристалів (цукру);
- катодолюмінісценція – світіння під дією швидких електронів;
- радіолюмінесценція – світіння під впливом продуктів радіоактивного розпаду;
- хемілюмінесценція – світіння, яке зумовлене хімічними перетвореннями;
- біолюмінесценція – світіння живих організмів.

Вивчаючи явище фотолюмінесценції для ультрафіолетових променів і близьких до них ділянок спектрів електромагнітних хвиль, Дж. Стокс експериментально встановив, що речовина випускає, як правило, світло з більшою довжиною хвилі, чим світло, яке викликає явище фотолюмінесценції (правило Стоксу).

*Люмінесцентний аналіз* – метод дослідження різних об'єктів, заснований на спостереженні їх люмінесценції. При люмінесцентному аналізі спостерігають або власне свічення досліджуваних об'єктів (наприклад, пари досліджуваного газу), або свічення спец. люмінофорів, якими обробляють досліджуваний об'єкт. Найчастіше збуджують фотолюмінесценцію об'єкту, проте в деяких випадках застосовують для люмінесцентного аналізу катодолюмінісценцію, радіолюмінесценцію і хемілюмінісценцію.

*Кількісний хімічний люмінесцентний аналіз* – визначення концентрації речовини в сумішах за інтенсивністю його спектральних ліній (при малій оптичній товщині і концентраціях, менших  $10^{-4}$ – $10^{-5}$  г/см<sup>3</sup>). Чутливість кількісного люмінесцентного аналізу дуже велика і досягає  $10^{-10}$  г/см<sup>3</sup> при

виявленні ряду органічних речовин. Це дозволяє використовувати люмінесцентний аналіз для контролю чистоти речовини.

*Якісний хімічний люмінесцентний* аналіз дозволяє виявляти і ідентифікувати деякі речовини у сумішах. В цьому випадку за допомогою спектральних приладів вивчають розподіл енергії в спектрі люмінесценції речовин при низьких температурах і у в'язких розчинах (маслах). Деякі не люмінесцуючі речовини виявляють по люмінесценції продуктів їх взаємодії, з речовинами, що спеціально додаються.

Люмінесцентний аналіз знаходить застосування також в криміналістиці (для визначення достовірності документів, виявлення слідів токсичних речовин), реставраційних роботах, дефектоскопії, при визначенні якості деяких продуктів, питної води, зміст шкідливих речовин в повітрі, продуктах харчування і тому подібне.

У *третьому питанні* вам необхідно засвоїти рентгеноструктурний аналіз та його методи.

*Рентгеноструктурний аналіз* – це метод дослідження структури речовини, в основі якого лежить явище дифракції рентгенівського випромінювання на тривимірних кристалічних ґратках.

Для дослідження атомної структури застосовують випромінювання з довжиною хвилі близько 1 Å, тобто, розмірів атомів. Разом із нейтронографією і електроннографією метод належить до дифракційних методів дослідження структури речовини.

За допомогою методу можна досліджувати метали і їх сплави, мінерали, неорганічні і органічні сполуки полімери, аморфні матеріали, рідини і гази, молекули білків, нуклеїнових кислот та інші речовини. Найлегшим і найуспішнішим є застосування методу для встановлення атомної структури кристалічних тіл, які вже мають строгу періодичність будови і фактично є створеними природою дифракційними ґратками для рентгенівських променів. Для решти речовин кристал повинен бути створеним, що є важливою і складною частиною методу рентгеноструктурного аналізу.

*Метод Лауе або метод нерухомого кристала*

Цей метод використовують для визначення орієнтування кристалів, симетрії кристалів, а також виявлення деяких дефектів кристалічної структури.

Під визначенням орієнтування кристала розуміють певне положення його кристаліграфічних площин і напрямків щодо зовнішніх напрямків і площин.

Для отримання рентгенограми від нерухомого монокристалу за методом Лауе використовують камери РКСО (рис. 7.1), можна використовувати камери РКВ і РКОО. Всі ці камери забезпечують необхідні для дифракції умови взаємного розташування джерела рентгенівських променів (рентгенівської трубки), об'єкта досліджень (зразка) і фотоплівки. Основні вузли камер: коліматор, вузол установки зразка-гоніометрична головка, касета з фотоплівкою, механізм переміщення зразка, пристрій для відліку кутів пороту або нахилу зразка.

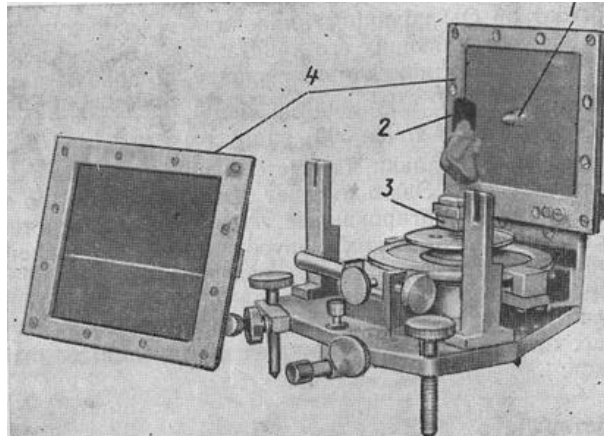


Рис. 7.1. Камера типу РКСО для зйомки рентгенограм за методом Лауе: 1 – діафрагма; 2 – зразок; 3 – гоніометрична головка; 4 – касета з плівкою

Зразок встановлюється на гоніометричній голівці, яка забезпечує центрування зразка щодо осей камери або нахилу зразка щодо початкового положення на необхідний кут.

Метод Лауе застосовується в двох варіантах: пряма зйомка для отримання лауеграм і зворотна – епіграм.

Пряма зйомка застосовується для невеликих або тонких кристалів, коли зразок розташований перед площиною касети. При зворотній зйомці касета розташовується між джерелом рентгенівських променів і зразком (рис. 7.2).

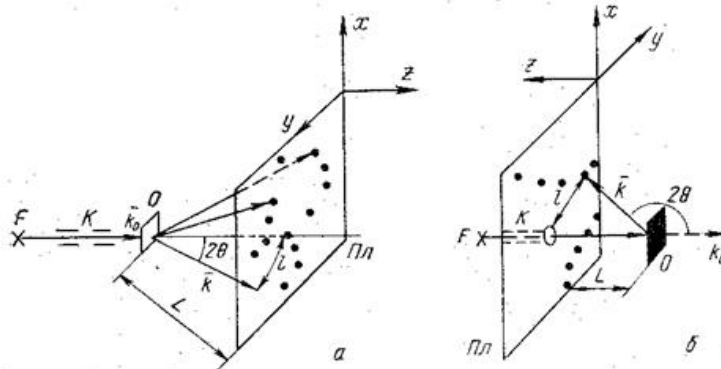


Рис. 7.2 Схема зйомки рентгенограм за методом Лауе: а) – на просвіт (лауеграмма); б) – на відображення (епіграма); F – фокус рентгенівської трубки; K – діафрагми; O – зразок; Пл – плівка

В обох випадках касета з плівкою встановлюється перпендикулярно сформованому коліматором камери з діафрагмами майже паралельному пучку рентгенівських променів діаметром 0,5; 0,7; 1,0 або 1,5 мм.

Розташування плям-слідів дифрагованих променів на плівці відповідає симетрії кристала вздовж напрямку первинного пучка. Очевидно, зйомка декількох рентгенограм дозволяє визначити симетрію кристала. У цьому полягає особливість методу. Однак головне застосування методу в практиці металургійних досліджень – визначення текстури грубозернистих матеріалів

шляхом визначення орієнтування окремих зерен зйомкою епіграм (наприклад, для трансформаторної сталі).

### **Висновки**

*Єдність вимірювань* – стан вимірювань, за якого їх результати виражаються в (узаконених) одиницях вимірювань, а характеристики похибок або невизначеності вимірювань відомі із заданою ймовірністю та не виходять за встановлені границі.

*Люмінесценція* – нетеплове світіння речовини, що відбувається після поглинання ним енергії збудження.

Люмінесцентний аналіз поділяється на якісний і кількісний та відрізняється по своїй техніці виконання і застосуванню.

*Рентгеноструктурний аналіз* – метод дослідження структури речовини, в основі якого лежить явище дифракції рентгенівського випромінювання на тривимірних кристалічних ґратках.

За допомогою методу можна досліджувати метали і їх сплави, мінерали, неорганічні і органічні сполуки полімери, аморфні матеріали, рідини і гази, молекули білків, нуклеїнових кислот та інші речовини. Найлегшим і найуспішнішим є застосовування методу для встановлення атомної структури кристалічних тіл, які вже мають строгу періодичність будови і фактично є створеними природою дифракційними ґратками для рентгенівських променів. Для решти речовин кристал повинен бути створеним, що є важливою і складною частиною методу рентгеноструктурного аналізу.

### **Питання для самоконтролю**

1. Що таке єдність вимірювань?
2. З яких основ складається метрологічне забезпечення?
3. На основі якої стандартизації досягається єдність вимірювань?
4. Які основні нормативні документи, що регламентують забезпечення єдності вимірювань в Україні ви знаєте?
5. Що таке люмінесценція?
6. Які існують види люмінесценції?
7. У чому суть закону Вавілова?
8. Що дозволяє визначити рентгеноструктурний метод аналізу?
9. Що лежить в основі рентгеноструктурного методу аналізу?
10. Яка функція камер у рентгеноструктурному аналізі?

### **Тестові завдання**

1. «Метрологія. Одиниці фізичних величин. Похідні одиниці фізичних величин Міжнародної системи одиниць. Основні поняття, назви та позначення» – це:

- А) ДСТУ 3561.0-97;

- Б) ДСТУ 3561.1-97;
- В) ДСТУ 3400-2000;
- Г) ДСТУ 2708-99.

2. Метрологія – це наука про вимірювання, що розглядає завдання:

А) створення методів і засобів вимірювання, розробки системи засобів, методів і нормативної бази забезпечення єдності вимірювання, методів і засобів досягнення необхідної точності вимірювання;

Б) створення методів і засобів вимірювання;

В) розробки системи засобів, методів і нормативної бази забезпечення єдності вимірювання;

Г) методів і засобів досягнення необхідної точності вимірювання.

3. Міжнародними організаціями в галузі метрології є:

А) Міжнародна організація законодавчої метрології, Міжнародна організація зі стандартизації;

Б) Держспоживстандарт України, Міжнародна електротехнічна комісія;

В) Метрична конвенція та Міжнародна система одиниць (СІ).

Г) всі відповіді вірні.

4. Метрологічні служби в Україні покликані забезпечувати:

А) методологічний розвиток метрології та сертифікації;

Б) метрологічне забезпечення вимірів;

В) розвиток системи СІ;

Г) жодної правильної відповіді.

5. Правильним є запис:

А) ДСТУ ISO 14000;

Б) ДСТУ ISO14001;

В) ДСТУISO14002;

Г) всі відповіді вірні.

6. Люмінесцентний метод аналізу ґрунтується на:

А) поглинанні поліхроматного світла речовиною в розчині;

Б) вимірюванні випромінення, що виникає в результаті виділення енергії збудженими молекулами досліджуваної речовини;

В) поглинанні монохроматичного світла речовиною в розчині;

Г) поглинанні світла речовиною в газоподібному стані.

7. Із перерахованих методів найбільшу чутливість має:

А) люмінесцентний;

Б) фотоколориметричний;

В) нефелометричний;

Г) спектрофотометричний.

8. Закон, що встановлює залежність квантового виходу фотолюмінесценції від довжини хвилі збуджуючого світла – це закон:

А) основний закон світлопоглинання;

Б) Столетова;

В) Ламберта-Бугера-Бера;

Г) Вавілова.

9. Факт явища дифракції рентгенівських променів на кристалах був відкритий:

- А) Лауе;
- Б) Бреггом;
- В) Вавіловим;
- Г) Вульфом.

10. Вкажіть, який тип матеріалів досліджують за методом Лауе:

- А) полікристал;
- Б) монокристал;
- В) аморфні тіла;
- Г) рідини.

**Рекомендована література:** основна [6; 7]; додаткова [1].

## ГЛОСАРІЙ

**Адсорбент** – тверда або рідка речовина, на поверхні частинок якої відбувається адсорбція.

**Беззолні фільтри** – фільтри, що при спалюванні утворюють дуже незначну кількість золи (близько 0,0001 г).

**Гравіметричний аналіз** – це метод кількісного хімічного аналізу, в основі якого лежить точне вимірювання маси речовини, що визначається або її складових частин, які отримано після аналітичної реакції і виділення їх в хімічно чистому стані або у вигляді відповідних сполук.

**Державний нагляд** – це діяльність спеціально уповноважених органів державної виконавчої влади щодо контролю за додержанням суб'єктами підприємницької діяльності стандартів, норм і правил при виробництві та випуску продукції (виконанні робіт, наданні послуг) для забезпечення інтересів суспільства і споживачів, її належної якості, безпечної для життя, здоров'я, майна людей і навколишнього середовища.

**Електронний парамагнітний резонанс (ЕПР)** – фізичне явище, яке полягає у вибіркового поглинанні електромагнітних хвиль парамагнітною речовиною, яку помістили у зовнішнє магнітне поле.

**Засіб вимірювальної техніки** – технічний засіб, який застосовується під час вимірювань і має нормовані метрологічні характеристики.

**ІЧ-спектроскопія** – різновид молекулярної оптичної спектроскопії, оснований на взаємодії речовини з електромагнітним випромінюванням в ІЧ діапазоні: між червоним краєм видимого спектра і початком короткохвильового радіодіапазону.

**Консервування проб** – це комплекс операцій націлених на тривале зберігання проб.

**Магнітне поле** – фізичне поле, яке діє на рухомі електричні заряди і на тіла, що володіють магнітним моментом, незалежно від стану їх руху, складова електромагнітного поля, за допомогою якої здійснюється взаємодія між рухомими електрично зарядженими частинками.

**Маскування** – це гальмування або повне припинення хімічних реакцій заважаючих компонентів, не пов'язане з утворенням нової фази.



**Методика вимірювання** – сукупність генерацій та правил при вимірюванні, виконання яких забезпечує отримання необхідних результатів вимірювань у відповідності з методом.

**Міжнародна система одиниць (СІ)** – система одиниць фізичних величин, сучасний варіант метричної системи. СІ є найбільш широко використовуваною системою одиниць в світі.

**Одиниця вимірювання** – фізична величина певного розміру, прийнята для кількісного відображення однорідних з нею величин.

**Органічні реагенти** – це органічні сполуки різних класів, що застосовуються для кількісного визначення неорганічних і органічних речовин.

**Осаджувана форма** – сполука, у вигляді якої осаджуваний компонент осаджується з розчину.

**Принцип вимірювання** – фізичне явище або сукупність фізичних явищ, які покладені в основу вимірювання певної величини.

**Пробовідбір** – це комплекс операцій, пов'язаних із відбором проби для визначення хімічного складу та засміченості об'єкта.

**Пробопідготовка** – це комплекс раціональних дій над об'єктом аналізу з метою перетворення проби у форму, прийнятну для подальшого аналізу.

**Ренгенофлуоресцентний аналіз** – метод спектрального аналізу спектрів флуоресценції елементів випромінених при адсорбції високоенергетичного випромінювання.

**Спікання** – це взаємодія речовин при підвищених температурах в твердій фазі.

**Стандартизація розчину** – встановлення його точної концентрації з відносною похибкою, що не перевищує  $\pm 0,1$  %.

**Титрант** – це розчин, концентрація якого відома з високою точністю.

**Термічне розкладання** – це розкладання проби при нагріванні, що супроводжується утворенням одного або декількох компонентів газоподібної фази.

**ВИКОРИСТАНА ЛІТЕРАТУРА**

1. Полетаєва Л.М., Сафранов Т.А. Моніторинг навколишнього природного середовища : навчальний посібник. Одеса : ОДЕКУ: Вид-во “Екологія”, 2005. 171 с.
2. Кичкирук О.Ю., Шляніна А.В., Кусяк Н.В. Аналітична хімія : навчальний посібник. Житомир : ЖДУ імені Івана Франка, ПП «Євро-Волинь», 2022. 240 с.
3. Дорожовець М., Мотало В., Стадник Б., Василюк В., Борек Р., Основи метрології та вимірювальної техніки. За ред.. Б. Стадника. Львів: Видавництво Національного університету «Львівська політехніка», 2005. Т. 1. Основи метрології. 532 с.
4. Заграй Я.М. Хімія навколишнього середовища. Київ : КНУБА, 2002. 68 с.

## РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

### Основна:

1. Івашура А. А. Екологія : навч. посібн. Харків : ІНЖЕК, 2014. 208 с.
2. Алемасова А. С., Зайцев В. М., Єнальєва Л. Я., Щепіна Н. Д., Гождзінський С. М. Аналітична хімія : підручник для вищих навчальних закладів. Донецьк : ДонНУ, 2019. 415 с.
3. Зінчук В. К., Левицька Г. Д., Дубенська Л. О. Фізико-хімічні методи аналізу : навчальний посібник. Львів : Видавничий центр ЛНУ імені Івана Франка, 2018. 362 с.

### Додаткова:

1. Про метрологію та метрологічну діяльність : Закон України від 05.06.2014 р. № 1314-VII : станом на 1 січ. 2022 р. URL: <https://zakon.rada.gov.ua/laws/show/1314-18#Text> (дата звернення: 16.05.2023)
2. Циганок Л. П., Бубель Т. О., Вишнікін А. Б., Вашкевич О. Ю. Аналітична хімія. Хімічні методи аналізу : навч. посіб. Дніпропетровськ : ДНУ ім. О.Гончара, 2014. 252 с.
3. Халаф В.А., Зайцев В.М. Пробопідготовка та пробовідбір в хроматографії : Навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. Київ : КНУ імені Тараса Шевченка, 2012. 282 с.
4. Зінчук В. К., Левицька Г. Д. Оптичні методи аналізу. Львів : Видавничий центр Львів. ун-ту ім. І. Франка, 2000. 79 с.
5. Володарський Є. Т., Кухарчук В. В., Поджаренко В. О., Сердюк Г. Б. Метрологічне забезпечення вимірювань і контролю : навч. посіб. Вінниця : ВДТУ, 2001. 219 с.
6. Боженко Л. І., Гутта О. Й. Управління якістю, основи стандартизації та сертифікації продукції : навчальний посібник. Львів : ПТВФ "Афіша", 2001. 176 с.
7. Мураєва О. О. Конспект лекцій з дисципліни «Фізико-хімічні методи аналізу води». Харків : ХНУМГ ім. О. М. Бекетова, 2015. 64 с.
8. Луцевич Д. Д. Аналітична хімія : підручник, 2-е вид., перероб. і доп. Київ : Медицина, 2009. 416 с.
9. Тупис А. М. Спектрофотометрія сполук 1-(5-бензилтіазол-2-іл)-азонафтален-2-олу з іонами перехідних металів та застосування їх в аналізі : дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата хімічних наук. Ужгород : Державний вищий навчальний заклад «Ужгородський національний університет», 2017. 182 с.
10. Гайдукевич О. М., Болотов В. В. та ін. Аналітична хімія. Харків : Основа, Вид-во НФАУ, 2000. 432 с.
11. Алемасова А. С., Зайцев В. М., Єнальєва Л. Я., Щепіна Н. Д., Гождзінський С. М. Аналітична хімія. Донецьк : Ноулідж, 2010. 417 с.
12. Болотов В. В. Аналітична хімія : Якісний та кількісний аналіз. Вінниця : «Нова книга», 2011. 424 с.

13. Радовенчик В.М. Методичні вказівки до виконання практичних робіт та самостійної роботи з курсу “Моніторинг довкілля” для студентів напрямку підготовки (спеціальності) 6.040106 «Екологія, охорона навколишнього середовища та збалансоване природокористування. Київ : КПІ, 2013. 28 с.
14. Іванов В. Г. Екологічна хімія : конспект лекцій. Харків : ХНЕУ, 2013. 108 с.
15. Harvey D. Modern Analytical Chemistry. USA : McGraw-Hill Higher Education, 2000. 543 p.
16. Miguel Valcárcel Cases, Ángela I. López-Lorente, Ma Ángeles López-Jiménez, Foundations of Analytical Chemistry. Cordoba : «Springer», 2017. 486 p.
17. Мінаєва В. О., Нінова Т. С., Шафорост Ю. А. Аналітична хімія. Титриметричний аналіз : навч. посіб. Черкаси : ЧНУ імені Богдана Хмельницького, 2010. 456 с.

Навчально-методичне видання  
(українською мовою)

Луганська Ольга Василівна

## ОСНОВИ ТЕХНІЧНОГО АНАЛІЗУ

Методичні вказівки до самостійної роботи  
для здобувачів ступеня вищої освіти бакалавра спеціальності «Хімія»  
освітньо-професійної програми «Хімія»

Рецензент К.О. Домбровський  
Відповідальний за випуск О.А. Бражко  
Коректор А.Б. Полтавська