

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
Київський національний університет будівництва і архітектури

ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ СИРОВИНИ І МАТЕРІАЛІВ

Методичні вказівки і контрольні завдання
для студентів спеціальності
192 «Будівництво та цивільна інженерія»,
які навчаються за освітньою програмою
«Технологія будівельних конструкцій виробів і матеріалів»
денної і заочної форм навчання

Київ 2023

УДК 541.1

Ф48

Укладачі: В.Ю. Апанасенко, старш. викладач;
О.В. Маценко, канд. техн. наук, доцент;
І.М. Гречанюк, д-р техн. наук, професор;
В.Г. Гречанюк, д-р хім. наук, професор

Рецензент Ю.І. Ковальчук, канд. техн. наук, доцент

Відповідальний за випуск В.Г. Гречанюк, д-р хім. наук, професор

*Затверджено на засіданні кафедри хімії, протокол № 3 від
11 травня 2023 року.*

В авторській редакції.

Фізико-хімічні методи дослідження сировини і матеріалів:
Ф48 методичні вказівки і контрольні завдання / уклад.: В.Ю. Апанасенко
та ін. – Київ: КНУБА, 2023. – 28 с.

Містять основи методики вивчення теоретичного курсу проведення лабораторних робіт, запитання для самостійної підготовки студентів з відповідних розділів аналітичної хімії та фізико-хімічних методів аналізу. Наведено перелік фізико-хімічних методів досліджень, які застосовуються у виробництві будівельних конструкцій, виробів і матеріалів.

Призначено для студентів спеціальності 192 «Будівництво та цивільна інженерія», які навчаються за освітньою програмою «Технологія будівельних конструкцій виробів і матеріалів» денної і заочної форм навчання.

© КНУБА, 2023

ЗАГАЛЬНІ ПОЛОЖЕННЯ

Курс «Фізико-хімічні методи дослідження сировини і матеріалів» – складова частина загальної програми підготовки спеціалістів і магістрів за спеціальністю «Технологія будівельних конструкцій, виробів і матеріалів» в будівництві. Програма розрахована на підготовку спеціалістів високої кваліфікації, здатних вирішувати актуальні завдання сучасності і створювати науково-технічну базу для подальшого розвитку країни.

Метою курсу є оволодіння теоретичними знаннями і практичними навичками кількісного визначення компонентів у сировині і матеріалах, удосконалення аналітичного мислення, вміння обирати фізико-хімічні й аналітичні методи дослідження речовини залежно від її хімічного складу та поставлених завдань. Студенти повинні оволодіти знаннями і вміннями, необхідними для виконання складних експертиз, розрахунків, вибору методів аналізу залежно від якісного і кількісного складу зразків, що аналізують, від об'єкта аналізу тощо.

Завдання курсу – вивчення хімічних і фізико-хімічних методів дослідження будівельних матеріалів (в'язучих, бетонів, кераміки, полімерів, металевих конструкцій), ознайомлення з основами технічного контролю на підприємствах будівельної індустрії.

Оцінка придатності сировини, що надходить на підприємство, ефективності технологічних процесів, якості готової продукції, вивчення властивостей і будови конгломератів і композиційних матеріалів – це далеко не повний перелік сфер дії фізико-хімічних методів. Розширення цих сфер дозволяє застосувати їх у будь-якій автоматизованій системі управління технологічними процесами за одночасно високої швидкості проведення аналізу і точності.

Рекомендований матеріал дає змогу засвоїти теоретичний курс з фізико-хімічних методів аналізу та закріпити ці знання виконанням контрольних робіт і складанням відповідних рівнянь реакцій за окремими завданнями.

Під час лабораторно-екзаменаційної сесії студенти слухають лекції, виконують лабораторні роботи, захищають свої контрольні роботи і здають залік.

1. ЗМІСТ ЛЕКЦІЙНОГО КУРСУ

1.1. Вступ

Експеримент – основний метод емпіричного пізнання. Спостереження, вимірювання і контроль – елементи експериментального вивчення матеріальних об'єктів. Поняття вимірювання, контроль, технічна діагностика. Інформація, її види, техніка і підготовка до розшифрування.

Розвиток сучасних методів дослідження, їх роль у створенні економічних і високоефективних будівельних матеріалів, контролю якості сировини і готової продукції.

Застосування і розвиток інструментальних методів: термографії, мікроскопії, потенціометрії і кондуктометрії, хроматографії, спектральних методів, рентгеноструктурного і електронно-мікроскопічного дослідження.

Роль сучасних методів контролю сировинних матеріалів, технологічних процесів і властивостей готової продукції у підвищенні якості, зниженні браку і стабілізації властивостей будівельних матеріалів і конструкцій.

Експрес-методи контролю як головний фактор реалізації автоматизованих систем управління технологічними процесами (АСУТП) і управління технологією за допомогою мікропроцесорів на підприємствах будівельної індустрії.

Етапи підготовки і проведення вимірювального експерименту під час дослідження і контролю будівельних матеріалів і виробів: формулювання завдань вимірювання, аналіз вхідної інформації, визначення вимог до результатів експерименту, вибір методики вимірювання, складу апаратури і засобів вимірювання, виконання вимірювань, вибір методів і алгоритмів обробки результатів вимірювань, аналіз похибок результатів вимірювань.

1.2. Методи дослідження складу і властивостей будівельних матеріалів

Фізико-хімічні методи аналізу будівельних матеріалів дають можливість більш поглиблено вивчити їх склад, структуру і властивості. Отримана інформація про будівельні матеріали дозволяє не лише розробляти сучасні технології їх виробництва, але й вивчати експлуатаційну надійність вже існуючих будівель. Нижче наведено загальні і фізико-хімічних методи дослідженні сировини і матеріалів.

Загальні поняття і методи дослідження

Будівельний матеріал як композиційна система. Поняття про якісний склад матеріалів. Особливості якісного визначення неорганічних і органічних складових. Аналіз мінеральної сировини. Вимоги стандартів до хімічного і мінералогічного складу клінкеру. Аналіз основних і додаткових компонентів.

Поняття про кількість речовини. Методи кількісного визначення: гравіметричний, об'ємний, фізичний і фізико-хімічний. Похибки в кількісних визначеннях. Абсолютна і від'ємна похибки.

Сутність об'ємних визначень. Робота з розчинами і водними витяжками. Методи кислотно-основного і комплексометричного титрування, їх застосування для дослідження складу мінеральних сировинних матеріалів, в'язучих речовин, природних і штучних конгломератів.

Фізико-хімічні методи дослідження

Особливості і переваги фізико-хімічних методів дослідження. Чутливість і вибірковість, швидкість і точність визначень. Сфери застосування. Дослідження індивідуальних речовин і сумішей, неорганічних і органічних компонентів композиційних будівельних матеріалів.

Електрохімічні методи. Потенціометрія. Теоретичні основи потенціометричного дослідження. Електрохімічний потенціал. Нормальні і реальні потенціали. Рівняння Нернста. Вимірювання потенціалу. Система електродів: індикаторні електроди і електроди порівнювання, скляний і хлорсрібний електроди.

Пряма потенціометрія і потенціометричне титрування. Іонометрія і рН-метрія, їх роль в оцінці властивостей і складу матеріалу, що досліджується. Криві потенціометричного титрування. Способи знаходження кінцевої точки титрування: графічні і розрахункові. Застосування потенціометричного титрування для дослідження сировинних матеріалів, визначення неорганічних і органічних домішок в бетонах, аналіз полімерних матеріалів (визначення кислотних чисел).

Апаратура і техніка виконання аналізу. Обладнання і прилади. Принципова схема і типи потенціометрів.

Кондуктометрія. Теоретичні основи вимірювання електропровідності для кількісного визначення хімічного складу. Криві

кондуктометричного титрування. Типи установок для нього. Використання кондуктометрії у дослідженні будівельних матеріалів.

Емісійний спектральний аналіз. Основи якісного і кількісного емісійного спектрального аналізу. Походження атомно-емісійних спектрів. Чутливість і точність методу. Залежність інтенсивності спектральних ліній елемента від його концентрації у пробі. Застосування спектральних методів для визначення якісного і кількісного складу мінеральних в'язучих речовин.

Фотометричні методи спектрального аналізу. Фотометрія полум'я і застосування в дослідженні будівельних матеріалів для визначення лужних і лужноземельних металів.

Абсорбційний аналіз. Спектрофотометрія. Теоретичні основи методу. Походження спектрів поглинання світлових променів і їх застосування в абсорбційній спектроскопії. Оптична густина розчину. Поглинання в ультрафіолетовій, видимій та інфрачервоній сферах електромагнітного спектра. Основні закономірності переходів, коливальних і орбітальних рухів у молекулах органічних сполук. Характерні частоти. Використання методів ІК і УФ-спектроскопії для ідентифікації органічних сполук, дослідження процесів тужавіння полімерних в'язучих у композиційних матеріалах, кількісного визначення мономерів і полімерів.

Метод фотоелектроколометрії, його використання в дослідженні силікатних систем, визначенні іонів феруму (корозія металеві арматури).

Хроматографічні методи. Теоретичні основи хроматографії. Адсорбційна, розподільча, іонообмінна хроматографія. Особливості газової, газорідної хроматографії, застосування цих методів в аналізі газових сумішей, визначення органічних добавок до бетонів, аналізі мономерів і дослідженні полімерних матеріалів.

Апаратура і техніка виконання аналізу. Сорбенти, носії і розчини, що застосовуються в хроматографії. Будова хроматографа. Основні типи детекторів. Аналіз хроматограм.

Іонний обмін. Основи методу. Поняття про іоніти. Катіоніти і аніоніти. Значення іонного обміну й іонообмінного аналізу як експрес-методу в дослідженні гіпсових в'язучих, визначенні ступеня сульфатної корозії бетону, пом'якшенні води.

Мікроколориметричний метод. Мікроколориметрія – високоточний метод дослідження внутрішньої енергії і стабільності структури

будівельних матеріалів. Фізико-хімічні основи методу. Апаратура для вимірювань. Особливості використання.

Термоаналітичні методи. Застосування термографії. Будова і принцип дії дериватографа. Диференціальний термічний аналіз. Вимірювання і аналіз теплових ефектів під час фізичних переходів і втрати маси у процесі нагрівання мінеральних речовин і полімерів. Екзо- і ендотермічні ефекти. Аналіз і розрахунки дериватограм. Визначення термостабільності полімерних матеріалів.

Електронна і растрова мікроскопія. Роздільна здатність електронної мікроскопії. Теоретичні основи електронної мікроскопії і конструкції приладів. Відбір проб, метод-реплік, підготовка поверхні і порошоків.

Сучасні комплексні растрові мікроскопи. Реєстрація зображення і блискавична зміна збільшення під час збереження настройки на задану точку.

Електронна мікроскопія – важливий інструмент для розшифрування фазового складу і описання мікроструктури всіх видів будівельних матеріалів.

Метод рентгеноструктурного аналізу. Застосування методу для вивчення мінералогічного складу в'язучих речовин і продуктів твердіння, якісного і кількісного складу матеріалів, фазових переходів, дослідження полімерних перетворень і процесів розпаду.

Методи визначення відносних молекулярних мас і полідисперсності високомолекулярних сполук. Поняття про відносну молекулярну масу і полідисперсність високомолекулярних сполук. Методи визначення відносних молекулярних мас: осмометричний, ебуліоскопічний, кріоскопічний, віскозіметричний. Визначення кінцевих груп. Методи виявлення полідисперсності: дрібне осадження, світлорозсіювання, дифузія та ін. Залежність фізичних і хімічних властивостей полімерів від відносної молекулярної маси і полідисперсності.

1.3. Сучасні методи контролю технологічних процесів і якості готових будівельних матеріалів і виробів

Неперервний контроль технологічних процесів – визначальний фактор отримання будівельних матеріалів заданої якості.

Вибірковий і масовий контроль якості будівельних матеріалів і виробів на підприємствах будівельної індустрії.

Класифікація методів випробування і контролю будівельних матеріалів: звукові й ультразвукові, механічні, радіаційні, електромагнітні. Люмінесцентна дефектоскопія.

Звукові й ультразвукові методи. Класифікація методів: резонансні, ультразвукові, імпульсні, поверхневої хвилі, акустичної емісії. Теоретичні основи методів і їх принципова відмінність. Апаратура для проведення вимірювань: датчики, генератори, підсилювачі, перетворювачі, самописи і лічильні пристрої.

Раціональні сфери використання звукових і ультразвукових методів на підприємствах будіндустрії. Установки для масового контролю якості збірного і монолітного залізобетону. Стаціонарні ультразвукові установки для управління технологічними процесами.

Механічні дії на виробі. Теоретичні основи використання приладів механічної дії та їх практичні властивості. Визначення поверхневої твердості матеріалів методами пружного відскоку, визначення відбитку, випробування матеріалів на відрив. Прискорений контроль якості бетонних і залізобетонних виробів за допомогою приладів механічної дії.

Радіаційна дефектоскопія будівельних матеріалів і виробів.

Різновидності радіаційних неруйнуючих методів контролю: рентгенівські, радіометричні і джерела гальмівного випромінювання. Принципи вимірювань. Можливості і апаратне оформлення методів. Раціональні сфери використання і безпека застосування. Масовий контроль густини виробів і розташування арматури в конструкціях.

Електролітичні методи. Класифікація методів: методи поглинання електромагнітних хвиль і електромагнітної індукції. Теоретичні основи методів. Можливості методів і апаратури для випробувань. Використання методів для визначення правильності армування, розподілу напруг в арматурі і контролю товщини захисного шару бетону.

Люмінесцентна дефектоскопія. Принципи використання методу. Люмінесціювальні рідини. Апаратура для опромінення і відліку інформації. Сфери використання методу.

Комплексні методи контролю. Застосування комплексних методів контролю якості і виявлення структурної неоднорідності будівельних матеріалів і виробів. Поєднання методів інтроскопії з механічними методами контролю. Стаціонарна комплексна лінія контролю технологічних процесів і якості продукції, пересувні лабораторії для випробувань залізобетонних виробів і конструкцій.

2. МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ВИВЧЕННЯ КУРСУ

2.1. Загальні положення

Починаючи вивчення курсу, необхідно чітко уявити його мету та завдання, методи і прийоми аналітичної хімії стосовно способів отримання і дослідження різних видів будівельних матеріалів, створення нових видів в'язучих систем, а також виробництва бетонних і залізобетонних виробів, матеріалів і конструкцій.

Особливу увагу слід приділити вивченню розвитку сучасних методів дослідження і їх ролі у створенні будівельних матеріалів, контролю якості сировини і готової продукції.

Запитання для самоперевірки:

1. Що таке експеримент?
2. Застосування і розвиток інструментальних методів.
3. Роль сучасних методів контролю для підвищення якості, зменшення браку і стабілізації властивостей будівельних виробів.
4. Експрес-методи контролю – головний фактор реалізації АСУТП.
5. Етапи підготовки і проведення вимірювального експерименту.

2.2. Основні методи дослідження, які використовуються для вивчення складу і властивостей будівельних матеріалів

Загальні методи

Необхідно коротко ознайомитися з загальними теоретичними уявленнями про будівельний матеріал як композиційну систему і з особливостями якісного визначення його складу.

Під час вивчення матеріалу з якісного аналізу потрібно звернути увагу на теоретичні розділи, що стосуються питань хімічної рівноваги, оборотних і необоротних реакцій, електронної дисоціації, сильних і слабких електролітів, електролітичної дисоціації, гідролізу солей, окисно-відновних реакцій.

Під час вивчення питань практичного характеру, рекомендується розглянути методи і приклади якісного аналізу, специфічні якісні реакції, і класифікацію катіонів і аніонів, дію групових реактивів, основні прийоми розділення іонів та їх груп.

Також необхідно вивчити основні методи якісного визначення: гравіметричний, об'ємний, фізичний і фізико-хімічний, їх переваги і недоліки, сфери раціонального застосування.

У процесі ознайомлення з гравіметричним (ваговим) методом аналізу потрібно чітко засвоїти, що таке осаджена і вагова форми, навести приклади. Звернути увагу на методи об'ємного аналізу, особливо на метод нейтралізації, комплексометрії, окиснення-відновлення, а також на правила підбору необхідного індикатора.

Завдання об'ємного аналізу – вивчити кількість речовини шляхом точного вимірювання об'ємів розчинів реагуючих речовин на основі закону еквівалентів. Концентрація другої речовини, що вступає в реакцію, має бути заздалегідь відома.

На конкретних прикладах об'ємно-аналітичного визначення необхідно засвоїти розрахунки концентрації робочих і досліджуваних розчинів, розглянути можливість застосування методів кількісного аналізу для дослідження складу мінеральних в'язучих та інших різних композиційних будівельних матеріалів.

Зпитання для самоперевірки:

1. Особливості якісного визначення неорганічних і органічних складових.
2. Методи кількісного визначення.
3. Методи кислотно-основного і комплексометричного титрування.
4. Основні операції вагового аналізу.
5. Сутність об'ємних визначень.
6. Що таке точка еквівалентності титрування і як вона фіксується?

Фізико-хімічні методи

Особливу увагу необхідно звернути на те, що класичні методи аналізу (ваговий і об'ємний) засновані на вимірюванні простих властивостей речовин (наприклад, маси і об'єму). Фізико-хімічні методи аналізу і дослідження засновані на вивченні складніших властивостей речовин, таких як світлопоглинання, електропровідність, адсорбція і т. д. Необхідно чітко засвоїти, що фізичні і фізико-хімічні методи дослідження мають суттєві переваги порівняно з класичними методами, основними з яких є: чутливість і вибірковість, точність і швидкість, об'єктивність і універсальність, можливість автоматизувати аналіз і технологічний процес.

Фізико-хімічні методи широко застосовують для аналізу і дослідження будівельних матеріалів. Необхідно навести конкретні приклади.

Запитання для самоперевірки:

1. Основні види класичних методів аналізу.
2. Класифікація фізико-хімічних методів аналізу.
3. Основні переваги фізико-хімічних методів дослідження порівняно з класичними.
4. Порівняйте чутливість, вибірковість, точність, об'єктивність і експресність різних видів фізико-хімічних методів аналізу.
5. Наведіть конкретні приклади застосування фізико-хімічних методів аналізу для дослідження будівельних матеріалів.

Електрохімічні методи. Потенціометрія

З курсу неорганічної хімії необхідно повторити, що таке гальванічний елемент, електродний потенціал, від яких факторів залежить його значення, нормальний водневий потенціал і його значення. Зрозуміти, що таке електрод порівнювання та індикаторні електроди, пряма потенціометрія і потенціометричне титрування, криві потенціометричного титрування. За підручниками і методичним посібником з лабораторних робіт ознайомитись з апаратурою, що застосовується під час потенціометричних досліджень. Зрозуміти переваги потенціометрії, сфери її застосування, використання у процесі аналізу і досліджень будівельних матеріалів.

Запитання для самоперевірки:

1. Принцип роботи гальванічного елемента.
2. Способи визначення електродного потенціалу.
3. Класифікація електродів. Що таке електроди порівнювання?
4. Що таке індикаторні електроди?
5. Способи визначення еквівалентної точки під час потенціометричного титрування.
6. Сутність потенціометричного методу визначення рН природних і стічних вод.
7. Принципова схема для потенціометричного титрування.
8. Рівняння Нернста. Які величини входять до нього?

9. Які вимоги ставлять до реакцій, що використовуються в потенціометричному титруванні?

10. Наведіть вид кривих потенціометричного титрування.

11. Наведіть принципову електричну схему установки потенціометричного титрування.

Кондуктометрія

З курсу загальної фізики необхідно згадати теоретичні основи кондуктометрії, такі поняття як електропровідність розчину, питома і еквівалентна електропровідності. Вияснити сутність використання характеристики електропровідності для кількісного визначення хімічного складу розчину, що використовується. Розібрати принцип роботи установок для кондуктометричного титрування, вивчити приклади використання кондуктометрії для дослідження будівельних матеріалів.

Запитання для самоперевірки:

1. Що таке електропровідність? В яких одиницях вона вимірюється?
2. Що таке питома (ζ) і еквівалентна (λ) електропровідність? Зв'язок між ними.
3. Від чого залежить величина еквівалентної електропровідності?
4. Що таке рухомість іонів? Сформулюйте закон Кольрауша?
5. Принцип побудови кривих кондуктометричного титрування.
6. Типи установок для кондуктометричного титрування.
7. Використання кондуктометрії в промисловості будівельних матеріалів.

Емісійний спектральний аналіз

З курсу загальної фізики необхідно згадати основні положення теорії утворення атомно-емісійних спектрів. Вивчивши основні поняття і методи збудження речовин з метою одержання спектрів, слід чітко уявити, на якому явищі засновані якісний і кількісний емісійні спектральні аналізи. Необхідно звернути увагу на те, що в полум'ї газової горілки збуджуються не всі атоми й іони хімічних елементів, а тільки лужні і лужноземельні.

Засвоївши теоретичні основи методу і його основні переваги, вивчити принципову схему полум'яно-фотометричної установки. Розглянути можливості застосування спектральних методів для визначення якісного і кількісного хімічного складу мінеральних в'язучих речовин, використання

фотометрії полум'я для аналізу ступеня зв'язування луку в складі шлаколуужних в'язучих.

Зпитання для самоперевірки:

1. Що таке спектр? Які бувають спектри?
2. Що таке збуджені і не збуджені атоми і молекули? Якими методами можна здійснити збудження?
3. На якому явищі засновано якісний емісійний спектральний аналіз?
4. Зв'язок теорії спектрів з квантовою теорією будови атома.
5. Наведіть коротку схему будови фотометра полум'я типу ФПЛ.
6. В яких одиницях виражають довжини хвиль спектральних ліній?
7. Що таке енергія іонізації, потенціал іонізації атома?
8. Які фізико-хімічні процеси проходять в речовинах, що аналізуються, в полум'ї газової горілки?
9. Переваги полум'яно-фотометричного методу визначення концентрації лужних металів.

Адсорбційний аналіз. Спектрофотометрія

Необхідно вивчити теорію виникнення спектрів поглинання і закони поглинання світлових променів, ознайомитись з принципом їх застосування в адсорбційній спектроскопії. Звернути увагу на основні закономірності електронних переходів коливань і обертових рухів у молекулах неорганічних і органічних речовин.

Розглянути можливості застосування ІК і УФ спектроскопії для аналізу фазового складу продуктів гідратації мінеральних в'язучих речовин.

Ознайомитися з теоретичними основами фотоелектроколориметричного методу, заснованого на переводі компонента (Fe, Cr, Mn), що визначається, в забарвлений стан за допомогою хімічних реакцій з подальшим розрахунком кількості цього компонента вимірюванням світлопоглинання розчину. Інтенсивність світлопоглинання вимірюється різними способами, внаслідок чого розрізняють кілька методів: колориметричний, фотометричний, фотоелектроколориметричний і спектрофотометричний.

Вивчити принципи роботи оптичної схеми ФЭК-56, КФК-02 або інших приладів.

Ознайомитися з можливостями використання фотоелектроколориметричного методу для визначення швидкості корозії сталевих конструкцій та арматури і прикладами визначення кількісного вмісту хрому і марганцю в легованих сталях.

Запитання для самоперевірки:

1. Що таке спектри поглинання?
2. Закони поглинання світлових променів.
3. Охарактеризуйте основні закономірності електронних переходів у молекулах неорганічних речовин.
4. Наведіть приклади використання ІК спектроскопії в технології в'язучих речовин.
5. Приклади використання УФ-спектроскопії для аналізу полімерних будівельних матеріалів.
6. Які закони лежать в основі фотоелектроколориметричного методу?
7. За допомогою яких хімічних реакцій можна «забарвлювати» розчини?
8. Методи фотометричного аналізу.
9. Механізм виникнення спектрів поглинання.
10. Що таке оптична густина?
11. Що таке молярний коефіцієнт поглинання? Від яких факторів він залежить?
12. Виведіть рівняння Бугера-Ламберта-Бера.
13. Охарактеризуйте оптичну схему приладів ФЭК-56 та КФК-2.
14. Наведіть основні принципи побудови калібрувального графіка.
15. Застосування фотоелектроколориметричного методу.
16. Які принципи (фізичні і хімічні) викликають невиконання законів поглинання випромінювання?
17. Як оцінюється чутливість фотометричних реакцій? Шляхи підвищення чутливості.
18. Як усунути вплив сторонніх компонентів на величину поглинання випромінювання об'єктом випромінювання?
19. Які способи монохроматизації випромінювання використовуються в різних приладах?
20. Чим відрізняються спектрофотометри від фотоелектроколориметрів?

Хроматографічні методи

Необхідно засвоїти, що у процесі аналізу чи розділення сумішей, що досліджуються, органічних чи неорганічних речовин у хроматографії, як правило, беруть участь дві фази: тверда і рідка, тверда і газоподібна, рідка і газоподібна. При цьому одна фаза обов'язково рухається відносно іншої і між ними безперервно відбуваються різні фізичні і хімічні процеси, які обумовлені різницею у властивостях окремих компонентів.

Залежно від природи процесів, що протікають на межі розділу фаз, розрізняють різні види хроматографії. Наприклад, якщо на межі розділу фаз (тверде тіло - газ) проходять процеси адсорбції, хроматографія називається *адсорбційною*; якщо на межі розділу фаз протікають процеси розподілення речовин, наприклад, йоду між часом і водним розчином, така хроматографія називається *розподільчою* і т. д.

За характером рухомої фази, що використовується, розрізняють рідинну і газову хроматографії, остання з яких поділяється на газоадсорбційну хроматографію (ГАХ) і газорідинну розподільчу хроматографію (ГРХ). Для проведення аналізу методом ГАХ і ГРХ сконструйовано спеціальні прилади - хроматографи, принципову схему яких необхідно засвоїти і навести в зошиті.

З курсу неорганічної хімії треба повторити: що таке адсорбція і її види, розподілення речовини між двома рідинами, що не змішуються, іонно-обмінна адсорбція, умови утворення осадів, що таке катіоніти та аніоніти.

На останок потрібно розглянути застосування хроматографії в будівництві.

Запитання для самоперевірки:

1. Яке явище називається адсорбцією? Сорбцією? Види адсорбції, сорбції.
2. Що таке катіоніти й аніоніти? Наведіть приклади.
3. Від яких факторів залежить розподілення речовини між двома фазами?
4. Умови утворення осадів.
5. Дайте визначення фази. Наведіть приклади.
6. Теоретичні основи хроматографії.
7. Сутність методів хроматографії.
8. Класифікація методів хроматографії:
 - а) за агрегатним станом;

- б) за механізмом розділення;
- в) за формою проведення процесу.
- 9. Переваги і недоліки методу хроматографії.
- 10. Коротка характеристика інших методів хроматографії: іонообмінного, осадкового і розподільчого.
- 11. Що таке хроматографічна колонка? Вимоги до наповнювача колонки.
- 12. Визначення складу суміші газів методом газової хроматографії. Кількісний аналіз газової суміші.
- 13. Застосування іонообмінної хроматографії в якісному і кількісному аналізах.
- 14. Ким і коли була запропонована хроматографія?
- 15. Основні положення ГАХ.
- 16. Принципова схема будови газового хроматографа.
- 17. Методика приготування хроматографічних колонок.
- 18. Переваги і використання хроматографії в будівництві для розділення і аналізу речовин і їх сумішей.
- 19. Методика розшифрування хроматограм.
- 20. Апаратура і техніка виконання хроматографічного аналізу і розділення речовин.

Мікроколориметричний метод

Мікроколориметричний аналіз – це аналіз теплових ефектів фізико-хімічних процесів чи теплоємності різних матеріалів.

До процесів, що вивчаються за допомогою цього аналізу, відносяться фазові переходи, перерозподіл дефектів у кристалах, сорбція, розчинення і гідратація мінеральних в'язучих речовин.

Під час вивчення цієї теми необхідно ознайомитися з принципом роботи різних видів колориметрів (диференціального, скануючого, квазіізотермічного і льодового колориметра Бунзена) і раціональним застосуванням колориметричного методу в промисловості будівельних матеріалів (для реєстрації термокінетичної кривої з початкового моменту гідратації в'язучого, теплових ефектів, розтягнутих в часі).

Запитання для самоперевірки:

- 1. Принцип роботи колориметра.
- 2. Основні види апаратури для мікроколориметричного аналізу.

3. Раціональні сфери застосування мікроколориметрії у виробництві будівельних матеріалів.

Термоаналітичні методи

Термографія заснована на вивченні теплових ефектів, що протікають у процесі нагрівання чи охолодження речовин або їх сумішей.

Такими тепловими ефектами, що фіксуються в термографії, можуть бути, наприклад, тепловий ефект перетворень, термічні процеси, пов'язані з втратою води, вуглекислого газу, утворення нових речовин, розкладання вихідних речовин тощо. В термографії застосовують метод побудови кривих нагрівання чи охолодження об'єкта, що досліджується («залежність температура $t^{\circ}\text{C}$ - час τ »), які називаються ще *термограмами*.

Зверніть особливу увагу на звичайні і диференціально-термічні термопари, звичайні і диференціально-термічні термограми.

Необхідно повторити, що таке теплові ефекти, їх класифікацію, термодинамічні функції (внутрішня енергія і ентальпія).

У термографії речовини поділяють на термоактивні і термоінертні. У зошитах наведіть принципову схему термографічної установки і поясніть всі елементи схеми. Термографічний метод аналізу і дослідження широко застосовуються в різних галузях науки і техніки, наприклад, у мінералогії, геохімії, промисловості будівельних матеріалів для встановлення мінералогічного складу мінеральних в'язучих. Залежність теплового ефекту від кількості компонента, що прореагував, використовують у термографічних аналізаторах.

За допомогою калібрувальних графіків за зміною температури розраховують концентрацію речовини, що аналізується.

Запитання для самоперевірки:

1. Що таке тепловий ефект? Які бувають теплові ефекти?
2. Що таке термопара? Диференціально-термічна термопара.
3. Що виражають криві охолодження чи нагрівання?
4. Наведіть теоретичні основи термографії.
5. Які речовини називаються термоінертними і термоактивними?

Наведіть приклади.

6. Охарактеризуйте принципову схему диференціально-термічної установки.

Електронна і растрова мікроскопія

Електрографічний аналіз заснований на використанні дифракції рухомих електронів, що мають хвильові властивості. Потік електронів відрізняється від рентгенівських променів меншою довжиною хвилі (приблизно в 20 - 30 разів) і меншою довжиною пробігу, оскільки електрони дуже взаємодіють з речовиною і швидко поглинаються в кристалах. За допомогою електронографії можна вирішувати ті ж завдання, що і рентгенографічним методом. У результаті малої глибини проникнення електронів у речовину, електронографію застосовують для вивчення структурного аналізу дуже тонких плівок і порошків, поверхневих шарів масивних зразків.

Зпитання для самоперевірки:

1. Принцип роботи електронного мікроскопа.
2. Принцип роботи растрового мікроскопа.
3. Види електронних мікроскопів.
4. Оптична схема електронного мікроскопа.
5. Що лежить в основі електронографічного аналізу?
6. Які властивості має пучок електронів?
7. У чому відмінність пучка електронів від рентгенівського випромінювання?
8. Які завдання можна вирішувати за допомогою електронографічного аналізу?

Метод рентгеноструктурного аналізу

Під час рентгеноструктурного аналізу використовують рентгенівське випромінювання. Це поперечні електромагнітні коливання з довжиною хвилі $10^{-2} - 10^2 \text{ \AA}$, які отримують у рентгенівських трубках внаслідок зіткнення прискорених електронів з металевим індикатором. Це випромінювання, залежно від довжини хвилі, розділяють на жорстке ($\lambda \leq 1 \text{ \AA}$) і м'яке ($\lambda > 1 \div 5 \text{ \AA}$); залежно від спектрального складу - на неперервне, що не залежить від природи речовини антикатада, і характеристичне (лінійне), що визначається тільки природою речовини антикатада; на поліхроматичне, що складається з хвиль різної довжини, і монохроматичне з певною довжиною хвилі. Під час монохроматичного випромінювання застосовують лінії K_{α} -серії, що виникають під час переходу електронів в атомах з Z_i -електронного рівня на K-рівень.

Сутність рентгенівських методів аналізу заснована на тому, що довжина хвилі рентгенівського випромінювання λ співрозмірна з відстанями між впорядковано розміщеними атомами, іонами в ґратці кристалів, і полягає у вивченні дифракційної картини, що при цьому утворюється.

В основі рентгеноструктурного аналізу лежить рівняння Вульфа-Брегга, що пов'язує кут φ падіння чи відбивання на атомну площину рентгенівського променя з його довжиною хвилі λ і міжплощинною відстанню: $n\lambda = 2d \cdot \sin \varphi$, де n - ціле число хвиль (1, 2, 3 і т.д.), яке називається *порядком спектра*. Відбитий пучок рентгенівських променів, який можна зареєструвати, виникає тільки у випадку виконання вказаного рівняння.

За допомогою рентгенографічного аналізу досліджують якісний і кількісний, мінералогічний і фазовий склад матеріалів, тонку структуру кристалічних речовин, форму, розмір і тип комірки, симетрію кристалів, тип твердих розчинів і т.д.

Для проведення рентгенографічного аналізу сконструйовано спеціальні прилади, котрі складаються з двох основних частин - пристрій для регенерації рентгенівських променів, що відбилися від досліджуваного зразка.

Рентгенографічні методи аналізу широко використовують для вивчення структури, складу і властивостей різних матеріалів, у тому числі будівельних, особливо мінералогічного складу в'язучих речовин.

Запитання для самоперевірки:

1. Що таке рентгенівське випромінювання?
2. Чим відрізняються рентгенівські промені від звичайних видимих променів?
3. Класифікація рентгенівського випромінювання.
4. Сутність рентгенівських методів аналізу.
5. Яке рівняння лежить в основі рентгенографічного методу аналізу?
6. Які завдання можна вирішувати за допомогою рентгенографічного аналізу?
7. Охарактеризуйте установки для рентгенографічного аналізу.

Методи визначення відносних молекулярних мас і полідисперсності високомолекулярних сполук

Під час вивчення цієї теми необхідно ознайомитися з поняттям відносної молекулярної маси і полідисперсності високомолекулярних сполук та встановити залежність фізичних і хімічних властивостей полімерів від названих факторів.

Відносну молекулярну масу визначають кріоскопічним, віскозиметричним і ебуліоскопічним методами, а ступінь полідисперсності оцінюється методами дробного осадження, світлорозсіювання і дифузії.

Запитання для самоперевірки:

1. Дайте визначення відносної молекулярної маси високомолекулярних сполук.

2. Назвіть методи визначення відносних молекулярних мас.

3. Охарактеризуйте спосіб визначення кінцевих груп.

4. Назвіть основні методи вивчення полідисперсності і дайте їх коротку характеристику.

5. Охарактеризуйте залежність фізичних і хімічних властивостей полімерів від відносної молекулярної маси і полідисперсності.

2.3. Основні методи контролю технологічних процесів

Неперервний контроль технологічних процесів – визначальний фактор отримання будівельних матеріалів заданої якості. Він здійснюється з залученням люмінесцентної дефектоскопії, звукових і ультразвукових, механічних, радіаційних та електромагнітних методів випробовування.

Для успішного засвоєння матеріалу прикладного характеру необхідно звернути увагу на можливість використання імпульсних ультразвукових методів для контролю процесів твердіння бетону, визначення дефектів у бетоні і зварних швах, якості швів під час замонолічування, глибини тріщин, товщини захисного шару бетону, а також на застосуванні акустичної дефектоскопії у процесі дослідження визначення пластичної деформації і ступеня руйнування будівельних матеріалів. Використання радіоактивної дефектоскопії доцільне для визначення густини будівельних матеріалів (адсорбційний метод), контролю ступеня щільності (λ -дефектоскопія), контролю вологості матеріалів (джерело швидких нейтронів), визначення вологості жорсткої бетонної суміші за допомогою нейтронного вимірника і фіксації дефектів у бетоні (γ -графічний метод).

Також необхідно вивчити такі питання: визначення за допомогою радіометричного методу швидкості корозії бетонів внутрішніх поверхонь залізобетонних трубопроводів під час перекачування по ньому абразивних матеріалів, контроль γ -графічним методом розташування арматури і визначення величини захисного шару бетону; контроль якості зварювання і фотографічним методом; визначення напруг і захисного шару арматури за допомогою магнітної дефектоскопії (ІЗС-1); використання приладу Бермана для визначення місця розташування арматури, її діаметра і товщини захисного шару; визначення вологості матеріалів електричними методами.

Запитання для самоперевірки:

1. Дати класифікацію неруйнуючих методів контролю будівельних матеріалів.
2. Імпульсні ультразвукові методи і раціональні сфери їх використання в промисловості будівельних матеріалів.
3. Теоретичні основи методу акустичної дефектоскопії.
4. Визначення густини матеріалів за допомогою радіоактивної дефектоскопії.
5. Контроль вологості матеріалів за допомогою нейтронного вимірювача.
6. Вивчення корозії бетону радіометричними методами.
7. Оптимальні сфери використання γ -графічного методу.
8. Визначення напруг і захисного шару арматури за допомогою магнітної дефектоскопії.
9. Електричні методи і раціональні сфери їх використання в промисловості будівельних матеріалів.

3. КОНТРОЛЬНА РОБОТА

Контрольна робота містить п'ять завдань з різних розділів курсу, які виконують після вивчення курсу, самостійної роботи над підручниками і опрацювання відповідей на запитання для самоперевірки.

Викладач кафедри видає кожному студентові варіант контрольної роботи, яку необхідно виконати в окремому зошиті, рисунки і схеми виконати акуратно, користуючись лінійками і циркулями, навести в тому ж зошиті.

Запитання до контрольної роботи

1. Теоретичні основи потенціометричного методу аналізу. Класифікація потенціометричних визначень.
2. Електроди порівняння та індикаторні електроди, їх властивості. Індикаторні електроди, що застосовуються в різних типах хімічних реакцій: нейтралізації, окиснення-відновлення, осадження, комплексоутворення.
3. Пряма потенціометрія і потенціометричне титрування. Наведіть приклади.
4. Криві потенціометричного титрування. Способи знаходження еквівалентної точки у процесі потенціометричного титрування.
5. Сутність потенціометричного методу. Визначення рН розчину природних вод, його переваги порівняно з іншими методами.
6. Апаратура і техніка виконання потенціометричного аналізу.
7. Обладнання і прилади, що застосовуються в потенціометрії, рН-метр, його будова.
8. Застосування потенціометрії в аналізі будівельних матеріалів. Наведіть приклади.
9. Спосіб визначення електродного потенціалу. Дайте характеристику «твердого водневого електрода».
10. Як класифікуються електроди? Що таке електроди порівнювання?
11. Схема каломельного електрода. Охарактеризуйте його принцип роботи.
12. Принцип роботи гальванічного елемента. Які процеси відбуваються на аноді і катоді?
13. Рівняння Нернста для будь-яких електродів. Сутність величин, що входять до рівняння.
14. Спосіб визначення стандартного електродного потенціалу. Наведіть схему установки і принцип її роботи.
15. Поняття про рН середовища. Потенціометричне титрування.
16. Які існують вимоги до реакцій, які застосовуються в потенціометричному титруванні?
17. Який вид мають криві потенціометричного титрування?
18. Методи вимірювання ЕРС електродної пари. Компенсаційний метод.
19. Вимірювання ЕРС електродної пари некомпенсаційним методом.
20. Теоретичні основи якісного і кількісного спектрального аналізу.
21. Походження атомно-емісійних спектрів. Види спектрів.

22. Чутливість і точність спектрального аналізу.
23. Фотоелектричні методи спектрального аналізу. Фотометрія полум'я.
24. Охарактеризуйте принципову схему будови фотометра полум'я.
25. Застосування фотометрії полум'я в аналізі будівельних матеріалів для визначення лужних і лужноземельних елементів.
26. Методика полум'яно-фотометричних визначень.
27. Теоретичні основи фотоелектроколориметричних визначень.
28. Походження спектрів поглинання, закони поглинання.
29. Основні вузли спектральних приладів. Джерела збудження.
30. На чому засновано якісний спектральний аналіз. Які прилади застосовуються для проведення якісного електронного аналізу?
31. Від яких факторів залежить інтенсивність спектральних ліній?
32. Що таке відносна інтенсивність спектральної лінії? Як вона залежить від умов збудження?
33. Дати загальну характеристику фотоелектричних методів емісійного спектрального аналізу. Навести принципову схему відповідної установки.
34. Яка природа виникнення атомних емісійних спектрів? Чому атомні спектри мають лінійний характер?
35. Дати загальну характеристику методу фотометрії полум'я. Які основні прийоми роботи використовуються в методі фотометрії полум'я? Які переваги і недоліки має цей спосіб?
36. Оптичні схеми спектральних приладів стилоскопа і електрографа. Основні принципи побудови калібрувального графіка фотометрії полум'я.
37. Закон Бугера – Ламберта – Бера. Формулювання, виведення математичного рівняння.
38. Поглинання світла розчинами. Молярний коефіцієнт світлопоглинання.
39. Охарактеризуйте оптичну схему двопроменевого фотоелектроколориметра ФЭК-56.
40. Охарактеризуйте оптичну схему однопроменевого фотоелектроколориметра КФО-1.
41. Методика фотоелектроколориметричних визначень.
42. Апаратура і техніка виконання фотоелектроколориметричних визначень.
43. Переваги фотоколориметричного методу. Сфери застосування.

44. Застосування фотоелектроколориметрії в аналізі мінеральних сировинних і полімерних матеріалів.
45. Викладіть основні принципи побудови калібрувального графіка в фотометрії полум'я і фотоелектроколориметрії.
46. Загальна характеристика методу абсорбційної спектроскопії.
47. Практичне застосування фотометричного і спектрофотометричного методів аналізу.
48. Основні прийоми фотометричних вимірювань.
49. Охарактеризувати умови обмеження закону Бугера – Ламберта – Бера.
50. Виведення математичного рівняння Бугера – Ламберта – Бера. Молярний коефіцієнт світлопоглинання.
51. Основні типи фотоелектричних колориметрів.
52. Охарактеризувати принцип дії однопроменевого фотоелектроколориметрів. Схема установки.
53. Охарактеризувати принцип дії двопробевого фотоелектроколориметра. Схема установки.
54. Спектрофотометри. Сфери застосування. Особливості будови.
55. Джерела світла у фотоелектроколориметрії. Фотоелементи в спектрофотометрах, їх характеристики.
56. Теоретичні основи хроматографії.
57. Класифікація методів хроматографії.
58. Охарактеризуйте іонообмінну і осадкову хроматографії.
59. Викладіть особливості газової і газорідної хроматографії.
60. Охарактеризуйте принципову схему будови і дії газового хроматографа.
61. Методика підготовки хроматографічних колонок.
62. Іонообмінні сорбенти мінерального походження.
63. Іонообмінні сорбенти органічного походження.
64. Молекулярно-адсорбційна хроматографія
65. Охарактеризуйте осадкову хроматографію.
66. Охарактеризуйте розподільчу хроматографію.
67. Методика розшифрування хроматограм.
68. Апаратура і техніка виконання хроматографічного методу аналізу і розділення суміші речовин.

69. Переваги і застосування хроматографічних методів в аналізі газових сумішей, визначенні органічних добавок до бетонів, аналізі полімерних матеріалів.

70. Сорбенти, носії, розчини, що застосовуються в хроматографії.

71. Катіоніти й аніоніти в іонообмінній хроматографії.

72. Значення іонообмінного аналізу як експрес-методу в аналізі будівельних матеріалів.

73. Теоретичні основи термографії.

74. Охарактеризуйте принципову схему диференціально-термічної установки.

75. Диференціально-термічний аналіз і його застосування.

76. Які речовини називаються термоактивними, термоінертними? Наведіть приклади.

77. Які істотні відмінності диференціальної термопари порівняно зі звичайною?

78. Апаратура і методика виконання диференціального термічного аналізу і дослідження.

79. Зміна і аналіз теплових ефектів під час фазових переходів і втрати маси у процесі нагрівання мінеральних в'язучих і полімерів.

80. Визначення термостабільності будівельних і полімерних матеріалів.

81. Методи отримання рентгенівського випромінювання.

82. Класифікація рентгенівського випромінювання.

83. Сутність рентгенівських методів аналізу.

84. Яке рівняння лежить в основі рентгенографічного методу аналізу?

85. Які задачі можна вирішувати за допомогою рентгенографічного аналізу?

86. Теоретичні основи електроннографічного аналізу.

87. Застосування рентгеноструктурного аналізу для вивчення мінералогічного складу в'язучих речовин і продуктів твердіння цементу.

88. Застосування електронно-графічного методу аналізу для дослідження мінеральних в'язучих і бетонів.

89. Контроль процесів твердіння бетонної суміші за допомогою імпульсних ультразвукових методів.

90. Дослідження класичної деформації цементного каменю методом акустичної дефектоскопії.

91. Використання радіоактивної дефектоскопії для визначення густини будівельних матеріалів.
92. Контроль вологості матеріалів за допомогою джерела швидких нейтронів.
93. Застосування γ -графічного методу для дослідження в структурі штучного каменю.
94. Використання магнітної дефектоскопії для визначення напружень і захисного шару арматури.
95. Визначення вологості матеріалів електричним методом.
96. Дослідження виробів з різнорідних матеріалів за допомогою нейтронної дефектоскопії.
97. Визначення ступеня згущення бетонної суміші за допомогою γ -дефектоскопії.
98. Контроль якості зчеплення арматури з бетоном за допомогою резонансного методу.
99. Визначення глибини тріщин у залізобетонних виробках за допомогою ультразвукового методу.
100. Визначення товщини бетону, пошкодженого морозом, ударним методом.
101. Визначення розмірів дефектів у зварних швах за допомогою призматичних щупів.
102. Вивчення деформативних характеристик ультразвуковим методом.
103. Контроль розташування арматури методом γ -графії.
104. Вимірювання глибини тріщин у конструкціях магнітними методами.
105. Визначення мікротріщин у бетоні люмінесцентними методами.
106. Визначення тріщин у керамічних матеріалах за допомогою люмінесцентної дефектоскопії.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Іващенко О.Д. Хімія і методи дослідження сировини та матеріалів: навч. посіб. для студентів нехімічних спеціальностей ВНЗ / О.Д. Іващенко, Ю.Б. Нікозяць, В.І. Дмитренко та ін. – Київ: Знання, 2011. – 606 с.

2. Гузій А.В. Хімія і методи дослідження сировини і матеріалів: навч. посіб. / А.В. Гузій, Я.П. Скоробогатий, Н.О. Петровська. – Київ: Новий світ-2000, 2020. – 432 с.

3. Красовський О.М. Хімія і методи дослідження сировини та матеріалів: навч. посібник / О.М. Красовський, В.Ю. Буряк, В.М. Челябієва, П.В. Федоренко. – Чернігів: ЧДТУ, 2003. – 184 с.

4. Дворкін Л.Й. Фізико-хімічні і фізичні методи досліджень будівельних матеріалів: навч. посібник / Л.Й. Дворкін, І.Г. Скрипник. – Рівне: НУВГП, 2006. – 220 с.

5. Костржицький А.І. Фізична та колоїдна хімія: навч. посібник / А.І. Костржицький, О.Ю. Калінков, В.М. Тіщенко, О.М. Берегова. – Київ: Центр учбової літератури, 2008. – 496 с.

6. Скоробогатий Я.П. Хімія і методи дослідження сировини і матеріалів. Фізична і колоїдна хімія та фізико-хімічні методи дослідження: навч. посібник / Я.П. Скоробогатий, В.Ф. Федорко. – Львів: Компакт-ЛВ, 2005. – 245 с.

Навчально-методичне видання

ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ СИРОВИНИ І МАТЕРІАЛІВ

Методичні вказівки і контрольні завдання
для студентів спеціальності
192 «Будівництво та цивільна інженерія»,
які навчаються за освітньою програмою
«Технологія будівельних конструкцій виробів і матеріалів»
денної і заочної форм навчання

Укладачі: **АПАНАСЕНКО** Валерій Юхимович,
МАЦЕНКО Олександра В'ячеславівна,
ГРЕЧАНЮК Ігор Миколайович,
ГРЕЧАНЮК Віра Григорівна

Випусковий редактор *В.С. Сасько*
Комп'ютерне верстання *Д.М. Ніколаєвич*

Підписано до друку 02.10.2023. Формат 60x84_{1/16}
Ум. друк. арк. 1,63. Обл.-вид. арк. 1,75.
Електронний документ. Вид. № 69/III-23

Видавець і виготовлювач:
Київський національний університет будівництва і архітектури
Повітрофлотський проспект, 31, Київ, Україна, 03037

Свідоцтво про внесення до Державного реєстру суб'єктів
видавничої справи ДК № 808 від 13.02.2002 р.