

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
ИРКУТСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНИЧЕ-
СКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
Филиал ФГБОУ ВО ИРНИТУ в г. Усолье-Сибирском

УТВЕРЖДАЮ:
Заместитель директора по учебной работе

 О.В. Черепанова
« 20 » 10 2022 г.

**МДК.02.01 Основы качественного и количественного анализа природ-
ных и промышленных материалов**

Методические указания по выполнению лабораторных работ

Специальность	18.02.12 Технология аналитического контроля хи- мических соединений
Квалификация	Техник
Форма обучения	Очная
Год набора	2021

2022 г.

Методические указания по МДК.02.01 Основы качественного и количественного анализа природных и промышленных материалов в соответствии с рабочей программой.

Составитель:

Немыкина Ольга Владимировна, преподаватель

Методические указания рассмотрены и рекомендованы к утверждению на заседании цикловой комиссии химических технологий и автоматизации производства

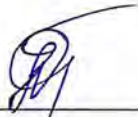
Протокол № 2 от «19» 10 2022 г.

Председатель ЦК  Ю.А. Зыкова

Согласовано:

Заведующий практиками

«20» 10 2022 г.



Ю.С. Тимошенко

Введение

Методические указания составлены в соответствии с Федеральным государственным образовательным стандартом среднего профессионального образования по специальности 18.02.12 Технология аналитического контроля химических соединений.

Общей целью методических указаний является освоение знаний и овладение умениями и навыками по дисциплине.

Требования к знаниям, умениям, общим и профессиональным компетенциям:

Перечень общих компетенций

<i>Код</i>	<i>Общие компетенции</i>
Код	Наименование компетенций
ОК 01	Выбирать способы решения задач профессиональной деятельности применительно к различным контекстам
ОК 02	Использовать современные средства поиска, анализа и интерпретации информации и информационные технологии для выполнения задач профессиональной деятельности;
ОК 03	Планировать и реализовывать собственное профессиональное и личностное развитие, предпринимательскую деятельность в профессиональной сфере, использовать знания по финансовой грамотности в различных жизненных ситуациях
ОК 04	Эффективно взаимодействовать и работать в коллективе и команде;
ОК 05	Осуществлять устную и письменную коммуникацию на государственном языке Российской Федерации с учетом особенностей социального и культурного контекста;
ОК 06	Проявлять гражданско-патриотическую позицию, демонстрировать осознанное поведение на основе традиционных общечеловеческих ценностей, в том числе с учетом гармонизации межнациональных и межрелигиозных отношений, применять стандарты антикоррупционного поведения;
ОК 07	Содействовать сохранению окружающей среды, ресурсосбережению, применять знания об изменении климата, принципы бережливого производства, эффективно действовать в чрезвычайных ситуациях;
ОК 09	Пользоваться профессиональной документацией на государственном и иностранном языках.

Перечень профессиональных компетенций

<i>Код</i>	<i>Профессиональные компетенции</i>
<i>ПК 2.1</i>	Обслуживать и эксплуатировать лабораторное оборудование, испытательное оборудование и средства измерения химико-аналитических лабораторий.
<i>ПК 2.2</i>	Проводить качественный и количественный анализ неорганических и органических веществ химическими и физико-химическими методами
<i>ПК 2.3</i>	Проводить метрологическую обработку результатов анализов

В результате освоения профессионального модуля обучающийся должен:

Иметь практический опыт	ПО 1 эксплуатации лабораторного и испытательного оборудования, основных средств измерений химико-аналитических лабораторий; ПО 2 проведении качественного и количественного анализа неорганических и органических веществ химическими и физико-химическими методами; ПО 3 метрологической обработке результатов анализа; ПО 4 готовить реагенты и материалы, необходимые для про-
---------------------------------------	---

	ведения анализа; ПО 5 проводить обработку результатов анализа в т.ч. с использованием аппаратно-программных комплексов.
Уметь	У1 - осуществлять подготовительные работы для проведения химического и физико-химического анализа; У2 - подготавливать пробы для выполнения аналитического контроля; У3 - осуществлять химический анализ природных и промышленных материалов химическими методами; У4 - проводить аналитический контроль при работах по подготовке и аттестации стандартных образцов состава промышленных и природных материалов; У5 - проводить сравнительный анализ качества продукции в соответствии со стандартными образцами состава; У6 - проводить экспериментальные работы по аттестации методик с использованием стандартных образцов; У7 - проводить статистическую обработку результатов и оценку основных метрологических характеристик; У8 - находить причину несоответствия анализируемого объекта требованиям нормативных документов; У9 - проводить внутри лабораторный контроль; У10 - использовать автоматизированную аппаратуру для контроля производственных процессов; У11 - применять специальное программное обеспечение; У12 - безопасно работать с химическими веществами, средствами измерений и испытательным оборудованием; У13 - эксплуатировать лабораторное оборудование в соответствии с заводскими инструкциями; У14 - осуществлять отбор проб с использованием специального оборудования; У15 - проводить калибровку лабораторного оборудования; У16 - выполнять отбор и подготовку проб природных и промышленных объектов; У17 - проводить сравнительный анализ качества продукции в соответствии со стандартными образцами состава; У18 - осуществлять идентификацию синтезированных веществ; У19 - использовать информационные технологии при решении производственно-ситуационных задач; У20 - осуществлять аналитический контроль окружающей среды; У21 - работать с нормативной документацией, представлять результаты анализа, обрабатывать результаты анализа с использованием информационных технологий; У22 - оформлять документацию в соответствии с требованиями отраслевых и/или международных стандартов; У23 - проводить статистическую оценку получаемых результатов и оценку основных метрологических характеристик;

	У24 - оценивать метрологические характеристики метода анализа; У 25 - находить причину несоответствия анализируемого объекта ГОСТам; У 26 - выполнять химический эксперимент с соблюдением правил безопасной работы; У27 - работать с нормативными документами на лабораторное оборудование; У28 - осуществлять химический анализ природных и промышленных материалов физико-химическими методами.
Знать	31 - классификацию химических методов анализа; 32 - классификацию методов спектрального анализа; 33 - теоретические основы и классификацию электрохимических методов анализа; 34 - теоретические основы хроматографических методов анализа; 35 - методы анализа воды, требования к воде; 36 - методы анализа неорганических продуктов; 37 - показатели качества методик количественного химического анализа; 38 - методики проведения химических и физико-химических анализов на сходимость результатов внутреннего и внешнего контроля; 39 - метрологические основы в аналитической химии; 310 - математическую обработку аналитических данных; 311- правила эксплуатации посуды, средств измерений, испытательного оборудования, используемых для выполнения анализа; 312 - правила обработки результатов, оформления документации в соответствии с требованиями отраслевых, государственных, международных стандартов в том числе с использованием информационных технологий; 313 - правила безопасности при работе в химической лаборатории, обеспечение безопасных условий труда в сфере профессиональной деятельности; 3 14 - теоретические основы пробоотбора и пробоподготовки; 3 15 - методы анализа металлов и сплавов; 3 16 - методы анализа почв; 3 17 - методы анализа нефтепродуктов; 3 18 - основные метрологические характеристики метода анализа; 3 19 - правила представления результата анализа; 3 20 - виды погрешностей; 3 21 - методы статистической обработки данных 3 22 - виды лабораторного оборудования, испытательного оборудования и средства измерения химико-аналитических лабораторий; 323 - правил отбора проб с использованием специального оборудования; 324 - правила эксплуатации и калибровки лабораторного

	оборудования, испытательного оборудования и средства измерения химико-аналитических лабораторий 325 - классификацию физико-химических методов анализа; 326 - методы анализа газовых смесей; 327 - виды топлива; 328 - методы анализа органических продуктов.
--	---

Общее количество часов на выполнение лабораторных работ – 114.

Информационное обеспечение:

Перечень основной и дополнительной литературы, электронных ресурсов

Основная литература

1. Александрова Э. А. Аналитическая химия : в 2 кн. Кн. 1. Химические методы анализа : учебник и практикум для СПО / Э. А. Александрова, Н. Г. Гайдукова. – 3-е изд., испр. и доп. – Москва : Юрайт, 2021. – 533 с. URL: <https://urait.ru/viewer/analiticheskaya-himiya-v-2-knigah-kniga-1-himicheskie-metody-analiza-469490#page/1>
2. Александрова Э. А. Аналитическая химия : в 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа : учебник и практикум для СПО / Э. А. Александрова, Н. Г. Гайдукова. – 3-е изд., испр. и доп. – Москва : Юрайт, 2021. – 344 с. URL: <https://urait.ru/viewer/analiticheskaya-himiya-v-2-knigah-kniga-2-fiziko-himicheskie-metody-analiza-469489#page/2>
3. Борисов А. Н. Аналитическая химия. Расчеты в количественном анализе : учебник и практикум для среднего профессионального образования / А. Н. Борисов, И. Ю. Тихомирова. – 3-е изд., испр. и доп. – Москва : Юрайт, 2021. – 146 с. URL: <https://urait.ru/viewer/analiticheskaya-himiya-raschety-v-kolichestvennom-analize-471137#page/1>
4. Жебентяев А. И. Аналитическая химия. Химические методы анализа : учебное пособие / А.И. Жебентяев [и др.]. – 2-е изд. – Минск : Новое знание ; Москва : Инфра-М, 2020. – 542 с. URL: <https://znanium.com/read?id=357751>

Дополнительная литература:

5. Валова (Копылова) В. Д. Физико-химические методы анализа : практикум / В. Д. Валова (Копылова), Л. Т. Абесадзе. – 2-е изд., стер. – Москва : Дашков и К°, 2020. – 220 с. URL: <https://znanium.com/read?id=358363>
6. Суделовская А. В. Основы аналитической химии : учебное пособие для практических занятий студентов факультета СПО / А. В. Суделовская. – Брянск : Брянский государственный аграрный университет, 2019. – 126 с. URL: <https://profspo.ru/webreader/web/viewer.php?publicationId=books/107911>
7. Химия, физика и механика материалов : научный журнал. – Воронеж Воронежский государственный технический университет URL: <https://profspo.ru/magazines/62604>

Электронные ресурсы:

Российские ресурсы:

1. Электронная библиотека ИРНИТУ: <http://elib.istu.edu/>
2. Электронно-библиотечная система «Лань»: <http://e.lanbook.com/>
3. ЭБС Юрайт: <https://urait.ru/>

4. Научные электронные журналы на платформе eLIBRARY.RU: <http://elibrary.ru/>
5. ЭБС PROОбразование: www.profspo.ru/
6. ЭБС Znanium.com: <http://znanium.com/>
7. ЭБС «Академия»: <http://www.academia-moscow.ru/>

Зарубежные электронные научные журналы и базы данных

База данных Springer Nature Experiments (панель Springer Protocols): <https://experiments.springernature.com/>

Доступ из внутренней сети вуза

Wiley Online Library: <http://onlinelibrary.wiley.com/>

Доступ из внутренней сети вуза

Общие критерии оценивания

Лабораторные работы студентов оцениваются по пятибальной шкале:

«отлично» – правильно оформленный отчет в соответствии с Приложением А;

«хорошо» – имеются несущественные недочеты при оформлении отчета;

«удовлетворительно» – имеются значительные недочеты при оформлении отчета;

«неудовлетворительно» – неправильно оформленный отчет

В табл. 1 представлен перечень лабораторных работ

Таблица 1

Перечень лабораторных работ				
№ лаб. работы	Тема	Номер и название работы	Коды требований к результатам освоения дисциплины	Количество часов
5 семестр				
1	Тема 1.1. Методы отбора проб	Лабораторная работа № 1 «Отбор проб водопроводной воды»	ОК 01-07, 09 ПК 2.1-2.3	4
2		Лабораторная работа № 2 «Отбор проб осадков»		4
3	Тема 1.2. Пробоподготовка	Лабораторная работа № 3 «Озоление проб пищевых продуктов»		6
4		Лабораторная работа № 4 «Определение жесткости воды титриметрическим методом»		6
5		Лабораторная работа № 5 «Определение щелочности воды титриметрическим методом»		6
6		Лабораторная работа № 6 «Определения содержания иона металла в воде титриметрическим мето-		6

		дом»		
Итого 5 семестр			32 ч.	
6 семестр				
7	Тема 2.2. Анализ воды	Лабораторная работа № 7 «Определение содержания различных форм углекислоты»	ОК 01-07, 09 ПК 2.1-2.3	4
8		Лабораторная работа № 8 «Определение качества воды»		4
9		Лабораторная работа № 9 «Определение перманганатной окисляемости воды»		6
10		Лабораторная работа № 10 «Фотометрический метод определения содержания иона хрома в растворе»		6
11	Тема 2.3 Анализ твердого топлива	Лабораторная работа № 11 «Определение основных показателей твердого топлива»		4
Итого 6 семестр			24 ч.	
7 семестр				
12	Тема 2.5 Анализ нефтепродуктов	Лабораторная работа № 12 «Анализ нефтепродуктов»	ОК 01-07, 09 ПК 2.1-2.3	4
13	Тема 2.6. Анализ продуктов органического синтеза	Лабораторная работа № 13 «Анализ органических реактивов»		4
14		Лабораторная работа № 14 «Определение йодного числа в испытуемом образце титриметрическим методом»		4

15		Лабораторная работа № 15 «Определение сахарозы рефрактометрическим методом в пищевых концентратах (кисель)»		4
Итого 7 семестр				16 ч.
8 семестр				
16	Тема 2.7 Анализ неорганических продуктов	Лабораторная работа № 16 «Определение нитратов в продуктах переработки плодов и овощей ионометрическим методом»	ОК 01-07, 09 ПК 2.1-2.3	6
17		Лабораторная работа № 17 «Анализ лекарственных препаратов рефрактометрическим методом»		6
18		Лабораторная работа № 18 «Анализ неорганических реактивов»		6
19		Лабораторная работа № 19 «Анализ продуктов рефрактометрическими методами»		6
20		Лабораторная работа № 20 «Анализ пищевых продуктов фотометрическими методами»		6
21		Лабораторная работа № 21 «Анализ пищевых продуктов потенциометрическими методами»		6
22	Тема 2.8. Анализ металлов и сплавов	Лабораторная работа № 22 «Фотометрический метод определения некоторых металлов»		6
Итого 8 семестр				42 ч.
ВСЕГО				114 ч.

Лабораторная работа № 1

Отбор проб водопроводной воды

Тема 1.1. Методы отбора проб

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучить методику отбора проб.

Реактивы: водопроводная вода

Оборудование: лабораторная посуда

Задание: провести отбор проб водопроводной воды для различных видов анализа.

Ответить на контрольные вопросы.

Методика проведения работы:

Правила отбора в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 "Вода. Общие требования к отбору проб", ГОСТ Р 53415-2009 (ИСО 19458:2006) "Вода. Отбор проб для микробиологического анализа", МР 0100/13609-07-34 "Отбор и подготовка проб воды для определения радиологических показателей питьевой воды".

1. Общие требования к отбору проб

При отборе проб воды в одной и той же точке для различных целей первыми отбирают пробы для микробиологического анализа.

При отборе проб из крана (скважины) время слива воды перед отбором проб зависит от цели отбора проб. Если целью отбора проб является оценка качества потребляемой воды, то пробы следует отбирать без предварительного слива воды. Для оценки качества воды в водопункте (скважине, колодце) для установления условий равновесия перед отбором проб достаточно 5 мин слива воды.

Система подачи воды из скважин и колодцев, в которых стационарно установлен насос, должна иметь металлический кран или выходное отверстие. Открытую емкость для отбора проб помещают под кран в струю воды и заполняют ее (тоненькой струйкой по стенке емкости). Во время наполнения емкости не допускается менять напор воды (закрывая или открывая кран).

Отбор проб из скважин и колодцев в точке потребления, не имеющих стационарно установленного насоса, проводят с использованием ведра, бидона или ковши и т.п., которые заполняют водой, после чего воду переливают в емкости для отбора проб.

Отбор проб воды из родников проводят на выходе из каптажного сооружения или, если такового нет, - в месте выхода головки родника ("грифона") на поверхность земли.

Для транспортирования предпочтительно охладить пробы до температуры 2-5 °С (например, используя аккумуляторы холода). При транспортировании емкости должны быть защищены от загрязнения, повреждения и самопроизвольного открытия пробок.

Анализ проб воды должен быть начат в тот же рабочий день, в который осуществлен отбор проб. Время хранения проб воды от отбора до начала их анализа включает продолжительность транспортирования, регистрации и подготовки проб к анализу. Максимальный срок хранения проб 6 ч. Увеличение этого срока может уменьшить достоверность результатов.

2. Отбор проб воды, предназначенной для микробиологического анализа, проводят продезинфицированными [например, обработкой этиловым спиртом 70% или дезинфицирующими салфетками для индивидуального пользования] непосредственно перед отбором руками или в стерильных перчатках в стерильную емкость (объемом 0,5 л, которую необходимо заранее получить в лаборатории).

Непосредственно перед отбором пробы кран стерилизуют предпочтительно фламбированием (обработка крана горящим тампоном, смоченным 96%-ным этиловым спиртом). Качество фламбирования определяют появлением шипящего звука при контакте с водой после открытия крана. (Поверхностного обжигания крана зажигалкой с целью его дезинфекции недостаточно). Только в том случае, если стерилизация пламенем не представляется возможной, горло крана дезинфицируют погружением на 2-3 мин в стакан с этиловым спиртом 70%. После стерилизации кран открывают для обеспечения минимального потока воды, необходимого для смывания дезинфектанта, которым был обработан кран, после чего проводят отбор проб воды.

При отборе проб должны быть обеспечены асептические условия и защита проб от пыли и попадания брызг.

Стерильную емкость для отбора проб открывают непосредственно перед отбором пробы, удаляя пробку вместе со стерильным колпачком. Пробка и края емкости не должны касаться посторонних поверхностей. **Не допускается** ополаскивать стерильные емкости для отбора проб!

После наполнения емкость немедленно закрывают стерильной пробкой, обеспечивающей герметичность и не намокающей при транспортировании, и стерильным колпачком. При заполнении емкости должно оставаться пространство между пробкой и поверхностью налитой воды, чтобы пробка не смачивалась при транспортировании и для обеспечения перемешивания пробы перед анализом.

3. При отборе пробы воды, предназначенной для химического анализа, 2 емкости объемом 1,5 л (или 1 емкость объемом 5 л) из полимерного материала, предназначенного для контакта с пищевыми продуктами, не менее трех раз ополаскивают водой, подлежащей анализу, и заполняют ею емкости до верха.

4. При отборе пробы воды, предназначенной для определения радиологических показателей, в т.ч. удельной активности радона (^{222}Rn), емкость объемом 1,5 л из полимерного материала, предназначенного для контакта с пищевыми продуктами, предварительно ополаскивают не менее трех раз водой, подлежащей анализу. После наполнения емкости водой до верха, необходимо сдвинуть её так, чтобы вода оказалась у самого края горлышка, а затем закрутить крышку. Пробу транспортируют в перевернутом вниз крышкой виде. Максимальный срок хранения пробы не более 48 ч.

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,
краткое описание лабораторной установки,
протокол измерений и обработку результатов,
анализ полученных результатов,
выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1-4].

Лабораторная работа № 2

Отбор проб осадков

Тема 1.1. Методы отбора проб

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: ознакомиться с методикой проведения снегомерных наблюдений в целях мониторинга снежного покрова

Реактивы:

Оборудование:

Задание:

ознакомиться с инструкцией по проведению лабораторной работы;

2) провести гидрохимическое опробование снежного покрова;

3) составить отчет по проделанной лабораторной работе;

4) сделать вывод на основании результатов эксперимента.

Методика проведения работы:

Перед началом работы устанавливаются фоновые содержания загрязнителей. Затем в зонах возможного выпадения газопылевых выбросов проводится опробование снежного покрова.

Выбор площадей опробования определяется путем анализа факторов контроля загрязнения, а именно: 1) расположения промышленных предприятий – наиболее мощных загрязнителей атмосферного воздуха – по карте природно-техногенных систем; 2) розы ветров зимнего периода; 3) возможной дальности переноса аэрозольных выбросов.

Отбор проб снега должен проводиться на радиальных профилях, заложенных от техногенного объекта. Причем профиль, ориентированный по преобладающему направлению ветра, должен быть длиной от 10 до 30 км, а три других (через 90°) – длиной до 10 км. Реальная дальность распространения выбросов составляет 12–15 км.

Отбор проб проводится в конце зимнего сезона перед началом снеготаяния с целью учета загрязнения за максимальный отрезок времени. Пробы отбираются вручную лопатой из шурфа на всю мощность снежного покрова в полиэтиленовые мешки; вес пробы – 5 кг. При отборе проб фиксируется время (в сутках), прошедшее со дня установления устойчивого снежного покрова до момента отбора, и тщательно замеряется площадь шурфа.

Обработка проб включает в себя: – оттаивание при комнатной температуре отобранного снега с получением 3 литров воды; – фильтрацию снеговой воды сразу же после оттаивания через беззольный фильтр; – определение весового и процентного содержания нерастворимого осадка; сокращенный химический анализ снеговой воды.

Химический анализ фильтрата проводится в целях определения растворенных соединений тяжелых металлов. Он включает в себя определение pH раствора и проведение качественного анализа на хлор-ион и сульфат-ион, являющихся основными составляющими химических соединений тяжелых металлов.

Определение pH раствора.

В мерные стаканчики набрать по 100 мл полученного фильтрата, предназначенного для анализа. Подготовить прибор pH-150 к работе. С помощью буферного раствора проверить правильность показаний прибора. После проверки прибора сполоснуть электроды в дистиллированной воде и протереть их фильтровальной бумагой. Опустить электроды в исследуемый раствор и через 5 минут снять с прибора данные. Прodelать такие же действия с другими исследуемыми растворами, не забывая промывать электроды.

Определение хлор-иона.

Определение хлор-иона в фильтрате проводится argentометрическим методом, который основан на титровании Cl-иона в нейтральной или слабощелочной среде раствором азотнокислого серебра в присутствии хромата калия. Первая капля избыточного нитрата серебра образует осадок хромата серебра, окрашивающего раствор в бурый цвет.

В колбу пипеткой налить 100 (50) мл фильтрата, добавить 0,5 мл (9 капель) 10%-го раствора K_2CrO_4 и все это при постоянном помешивании титровать 0,1 н раствором $AgNO_3$ до появления не исчезающей бурой окраски. Оттитрованную жидкость слить в специальный стакан. Результаты анализа выражаются в ионной, ион-эквивалентной и процентной форме. Непосредственно по результатам титрования можно рассчитать ионную и ион-эквивалентную форму:

$$Cl^- = V_1 \cdot N \cdot 35,5 \cdot 1000 / V, \text{ мг/л}$$

$$Cl^- = V_1 \cdot N \cdot 1000 / V, \text{ мг/экв}$$

где V_1 – объем раствора $AgNO_3$, израсходованного на титрование, мл; N – нормальность раствора $AgNO_3$; V – объем исследуемой воды, мл; 35,5 – эквивалентный вес Cl^- , равный атомному весу, деленному на валентность.

Определение сульфат-иона.

Определение сульфат-иона в фильтрате проводится турбидиметрическим методом Бутырина, который основан на измерении интенсивности помутнения жидкости от выделившегося в виде взвеси осадка BaSO₄.

Определение производят в мутномерной пробирке. Последняя представляет собой пробирку, градуированную по высоте от 30 до 100 мм. При внутреннем диаметре ее около 11,3 мм высоте 100 мм соответствует объем примерно 10 мл. На дно пробирки наносится черной несмываемой краской крест и 4 точки. На пробирку надевается резиновое кольцо, которое закрепляется на отметке 80 мм с таким расчетом, чтобы при помещении пробирки в гнездо полевого мутномера дно ее находилось в 2 см от матового экрана. При высоком содержании сульфат-иона в исследуемой воде последнюю необходимо разбавить дистиллированной водой. О величине разбавления можно примерно судить по общей жесткости воды (табл. 2.1).

Таблица 2.1

Разбавление воды в мутномерной пробирке в зависимости от общей жесткости					
Величина общей жесткости, мг/экв	До 2,5	2,5 - 5	5 - 10	10 - 15	15 - 20
Разбавление	-	в 2 раза	в 4 раза	в 6 раз	в 10 раз

Исследуемая вода в мутномерной пробирке разбавляется в зависимости от величины общей жесткости так, чтобы высота столба жидкости составляла 100 мл. Добавляется 10 капель BaCl₂. Содержимое взбалтывается шариком мешалкой до образования мути (взвесь осадка BaSO₄). Пробирка ставится в гнездо мутномера и оставляется в покое на 10 минут. После этого жидкость в пробирке снова взбалтывается шариком-мешалкой.

Затем рассматривается сверху изображение креста и 4 точек на дне пробирки. Если помутнения не произошло и крест виден отчетливо, записывается: «SO₄²⁻ не обнаружен». Если крест виден слабо, определение ведут при помощи светофильтров аналогично определению pH. При невидимом кресте жидкость отбирается пипеткой до отчетливой видимости креста и 4 точек. Затем отобранная пипеткой жидкость добавляется обратно в пробирку до заметного помутнения. Как только появится помутнение, измеряется высота слоя жидкости и по табл. 2 находится содержание сульфат-иона (табл. 2.2 Определение содержания сульфат-ионов). Полученный результат умножается на число разбавлений.

Указания по обработке результатов

По полученным данным рассчитывается удельная масса пыли в снеговой пробе по формуле

$$P_0 = \frac{P \cdot S}{t} \cdot 10^{-3}$$

где P_п – пылевая нагрузка, мг/(м² · сут.) или кг/(км² · сут.); P₀ – вес пыли в пробе, мг или кг; S – площадь шурфа, м²; t – время от образования устойчивого снегового покрова до момента проботбора, сутки.

Полученные результаты занести в табл. 2.3.

Таблица 2.3

Результаты исследований				
дата	Место отбора проб	Число проб, n	t, сутки	P _п , мг/(м ² ·сут.)

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,
краткое описание лабораторной установки,
протокол измерений и обработку результатов,
анализ полученных результатов,
выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1,2].

Лабораторная работа № 3**Озоление проб пищевых продуктов****Тема 1.2. Пробоподготовка**

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы: Научиться определять массовую долю золы в пищевых продуктах.

Реактивы:

90%-ный раствор этанола,
0,1 н раствор соляной кислоты,
0,1 и 2 н раствор гидроксида натрия,
1%-ный спиртовой раствор фенолфталеина,
индикаторная смесь мурексида,
0,1 н раствор трилона Б;

Оборудование:

мерные цилиндры,
тигли для прокаливания,
пипетки,
бюретки,
эксикатор с осушителем,
часовые стекла,
конические колбы для титрования;
муфельная печь,
сушильный шкаф,
аналитические весы,
электроплитка.

Задание: Определить массовую долю золы в пищевых продуктах.

Методика проведения работы:

Зольность – нормируемый показатель для многих продуктов, который представляет собой количественное выражение содержания минеральных веществ, образующихся при сжигании продукта до золы и измеряется в процентах.

В заранее прокаленный при температуре 500 °С и охлажденный тигель взвесить на аналитических весах 5–25 г анализируемого продукта. Жидкие продукты предварительно упаривают на водяной бане до сухого остатка, а затем высушивают в сушильном шкафу (100–120 °С) и осторожно обугливают на электрической плитке.

Обугленный продукт прокалить в муфельной печи при температуре 450 °С, не допуская воспламенения и разбрызгивания продукта. После прокаливания тигель охладить в эксикаторе над осушителем и взвесить на аналитических весах. Озоление продолжать до получения постоянной массы золы. Процесс озоления можно ускорить, добавив к охлажденному зольному остатку 1–2 мл 90% этилового спирта.

Полученный сухой остаток дополнительно прокалить в муфельной печи до полного озоления пробы, постепенно повышая нагрев до 450–500 °С. Массовую долю золы (C_z , %) в исследуемом материале рассчитать по формуле:

$$C_z = 100 \times (m_1 - m_2) / m_0,$$

где m_1 – масса тигля с исследуемым продуктом, г;

m_2 – масса тигля с золой, г;

m_0 – масса тигля, г;

100 – коэффициент пересчета в проценты.

Щелочность определяется как количество миллилитров 0,1 н раствора соляной кислоты, пошедшей на взаимодействие с соединениями золы 100 г пробы

Для определения щелочности непосредственно в тигель к золе добавить 25 мл 0,1 н раствора соляной кислоты для нейтрализации золы. Тигель покрыть часовым стеклом и прокипятить на плитке в течение 1 минуты. Полученный раствор количественно перенести в колбу для титрования и трижды ополоснуть тигель дистиллированной водой (порции воды по 20 мл).

Остаток непрореагировавшей соляной кислоты оттитровать 0,1 н раствором гидроксида натрия в присутствии фенолфталеина (в качестве индикатора) до перехода окраски раствора в розовый цвет. Щелочность золы ($X_{щ}$, %), рассчитать по формуле:

$$C_{щ} = 100 \times (V_1 - V_2) / m,$$

где V_1 – объем 0,1 н раствора соляной кислоты, взятой на анализ, мл;

V_2 – объем 0,1 н раствора гидроксида натрия, пошедшего на титрование, мл;

m – масса исследуемого материала, г;

100 – коэффициент пересчета в проценты.

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,

краткое описание лабораторной установки,

протокол измерений и обработку результатов,

анализ полученных результатов,

выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1,4].

Лабораторная работа № 4

Определение жесткости воды титриметрическим методом

Тема 1.2. Пробоподготовка

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы: овладение методом количественного анализа питьевой воды по показателям временной жесткости.

Реактивы:

0,1N раствор HCl,

индикатор метиловый оранжевый,

карбонат натрия Na_2CO_3

Оборудование:

цилиндр мерный емкостью 100 мл,

колбы конические плоскодонные емкостью 50 мл,

бюретка стеклянная мерная с краном 25 мл,

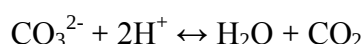
воронка стеклянная фильтровальная

Задание: Определить временную жесткость воды методом титрования.

Методика проведения работы.

Опыт 1. Установление точной концентрации раствора соляной кислоты

Концентрацию раствора соляной кислоты устанавливают, титруя его раствором карбоната натрия с точно известной концентрацией.



1.1 Приготовление стандартного раствора карбоната натрия

Вычислить массу Na_2CO_3 , необходимую для приготовления 100 мл раствора с концентрацией $C_n = 0,1$ моль/л.

$$M(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 106 \text{ г/моль}, m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 10,6 \text{ г}$$

Приготовление раствора

Взвешенную на аналитических весах (с точностью $\pm 0,0002$ г) навеску Na_2CO_3 перенести в мерную колбу объемом 100 мл. Растворить вещество в небольшом объеме дистиллированной воды и затем довести объем раствора водой до метки.

Колбу плотно закрыть пробкой и раствор тщательно перемешать.

Вычислить концентрацию приготовленного раствора.

1.2. Установление точной концентрации раствора соляной кислоты

В коническую колбу перенести пипеткой 20 мл раствора карбоната натрия, прибавить 1-2 капли метилоранжа.

Подготовить бюретку с раствором соляной кислоты. Титровать приготовленный раствор карбоната натрия раствором соляной кислоты до перехода окраски индикатора из желтой в оранжево-розовую. Титрование повторить 2-3 раза. Полученные данные записать в табл. 4.1.

Перед каждым титрованием заполнять бюретку раствором до нулевого деления шкалы.

Таблица 4.1

Результаты титрования (опыт 1)

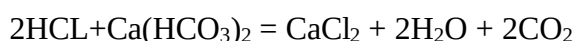
№	V (Na_2CO_3), мл	V (HCl), мл	V (HCl) _{средн.} , мл
1	20		
2			
3			

Вычислить концентрацию соляной кислоты:

$$C_n(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) = C_n(\text{Na}_2\text{CO}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{CO}_3)$$

Опыт 2. Определение карбонатной (временной) жесткости (Жк) исследуемой воды

Способ основан на реакции между соляной кислотой и гидрокарбонатами:



При титровании кислотой, добавленной в воду, индикатор метилоранж изменяет свою окраску, когда в растворе появляется небольшой избыток кислоты.

Отмерьте с помощью мерного цилиндра 100 мл воды и перенесите в коническую колбу для титрования, прибавьте по 1-2 капли метилоранжа.

Для удобства определения точки эквивалентности, в другой колбе приготовить раствор «свидетеля» - к 100 мл дистиллированной воды прибавить по 1-2 капли метилоранжа и соляной кислоты.

В первую колбу приливают из бюретки по каплям 0,1н раствор соляной кислоты до тех пор, пока от одной капли кислоты окраска из желтой перейдет в оранжево – розовую (цвет сравнивают с окраской «свидетеля»). Титрование повторяют 2-3 раза. Для расчетов принимают средний результат. Результаты заносят в *табл. 4.2*.

Таблица 4.2

Результаты титрования (опыт 2)

№	V (H ₂ O), мл	V (HCl), мл	V (HCl) _{средн.} , мл
1	100		
2			
3			

Расчет временной жесткости воды проводят по формуле:

$$Жк = V_k * C_k * 1000 / V_B$$

где Жк - временная жесткость воды, ммоль/л экв Ca²⁺ и Mg²⁺.

V_к - объем раствора кислоты, израсходованного на титрование,

C_к – молярная концентрация эквивалента кислоты,

V_В - объем воды, мл.

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,

краткое описание лабораторной установки,

протокол измерений и обработку результатов,

анализ полученных результатов,

выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1,2,3].

Лабораторная работа № 5

Определение щелочности воды титриметрическим методом

Тема 1.2. Пробоподготовка

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы: овладение методом количественного анализа питьевой воды по показателям щелочности.

Реактивы:

кислота соляная,

стандарт-титр для приготовления раствора с концентрацией 0,1 г-экв./дм³,
метиловый оранжевый,
фенолфталеин

Оборудование:

Колбы мерные 2-1000-2

Колбы Кн-250

Цилиндры мерные вместимостью 100 см³

Воронка коническая стеклянная п

Бюретка 1-2-25-0,1

Задание: Определить щелочность воды методом титрования.

Методика проведения работы:

Перед проведением анализа необходимо приготовить раствор соляной кислоты.

Для приготовления раствора соляной кислоты необходимо количественно перенести содержимое ампулы в мерную колбу, растворить примерно в 800-900 мл дистиллированной воды, хорошо перемешать и довести объем раствора до метки дистиллированной водой.

Поправочный коэффициент для растворов, приготовленных из стандарт-титров равен 1.

Проведение анализа.

1. В чистую коническую колбу Кн 2-250 мерным цилиндром отмеряют 100 см³ анализируемой воды и прибавляют индикатор фенолфталеин.

Если проба имеет розовую окраску, ее титруют стандартным раствором соляной кислоты до обесцвечивания раствора. Результат титрования заносят в журнал. После чего к пробе прибавляют 3-4 капли раствора индикатора метилового оранжевого. Проба окрасится в желтый цвет.

Если после прибавления к пробе фенолфталеина окрашивание не проявляется, к пробе следует сразу прибавить 3-4 капли раствора индикатора метилового оранжевого. Проба окрасится в желтый цвет.

2. Окрашенную в желтый цвет пробу титруют стандартным раствором соляной кислоты до перехода окраски в апельсиновую.

3. Величина щелочности определяется по формулам:

$$\text{Щфф}=(a \cdot C \cdot 1000)/V, \quad (1)$$

где $\text{Щ}_{\text{фф}}$ - щелочность пробы по фенолфталеину, мг-экв./дм³;
 $a_{\text{фф}}$ - расход кислоты на титрование с индикатором фенолфталеином, см³
 C - концентрация применяемого для титрования раствора соляной кислоты, г-экв./дм³ ($C=0,1$ или $0,01$);
 V - объем взятой на титрование пробы, см³.

$$\text{Щ}_{\text{мо}}=(a \cdot C \cdot 1000)/V, \quad (2)$$

где $\text{Щ}_{\text{мо}}$ - щелочность пробы по метиловому оранжевому (общая щелочность), мг-экв./дм³; $a_{\text{мо}}$ - расход кислоты на титрование с индикатором метиловым оранжевым, см³;
 C - концентрация применяемого для титрования раствора соляной кислоты, г-экв./дм³ ($C=0,1$ или $0,01$); V - объем взятой на титрование пробы, см³.

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,

краткое описание лабораторной установки,

протокол измерений и обработку результатов,
анализ полученных результатов,
выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1-4].

Лабораторная работа № 6

Определения содержания иона металла в воде титриметрическим методом

Тема 1.2. Пробоподготовка

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы: Определить содержание магния и кальция при их совместном присутствии.

Реактивы:

рабочий раствор трилона Б (0,05н);
стандартный раствор сульфата магния (0,05н);
аммиачный буферный раствор, pH 9,5-10;
раствор натрия гидроксида, 1н;
индикаторы: эриохром черный, мурексид;
вода дистиллированная.

Оборудование:

бюретка емкостью 25 мл (1 шт.);
пипетка емкостью 10 мл (2 шт.), 50 мл (1 шт.);
цилиндр мерный емкостью 10 мл;
колба коническая емкостью 250 мл (3 шт.).

Задание:

Определить содержание магния и кальция при их совместном присутствии.

Методика проведения работы:

Стандартизация раствора трилона Б (Определение поправочного коэффициента)

Раствор трилона Б стандартизируют по стандартному раствору сульфата магния.

Бюретку заполняют раствором трилона Б. В колбу для титрования отбирают 10 мл стандартного раствора $MgSO_4$, прибавляют 5 мл аммиачного буферного раствора (pH – 9,5-10), 50 мл дистиллированной воды, 1 мл индикатора эриохром черный и титруют до перехода окраски индикатора из вишнево – красной в синюю. Титруют до получения сходных результатов, берут среднее значение и рассчитывают нормальность раствора трилона Б и поправочный коэффициент:

$$C_{n(Tr.B \text{ практ.})} \cdot V_{(Tr.B)} = C_{n(MgSO_4)} \cdot V_{(MgSO_4)}$$

$$C_{n(Tr.B, \text{ практ.})} = C_{n(MgSO_4)} \cdot V_{(MgSO_4)} / V_{(Tr.B)}$$

$$K = C_{n \text{ практ.}} / C_{n \text{ теор.}} = T_{\text{практик.}} / T_{\text{теор.}}$$

где $C_{n(Tr.B)}$ – концентрация стандартного раствора трилона Б, моль/л;

$V_{(Tr.B)}$ – объем стандартного раствора трилона Б, мл;

$C_{n(MgSO_4)}$ – концентрация стандартного раствора $MgSO_4$, моль/л;

$V_{(\text{MgSO}_4)}$ – объем стандартного раствора MgSO_4 , мл;
 K – поправочный коэффициент к раствору трилона Б.

Определение совместного присутствия ионов кальция и магния

Содержание кальция и магния при совместном присутствии можно определить с помощью титрования трилоном Б с разными индикаторами. Содержание кальция в пробе определяют при помощи индикатора мурексид. Суммарное количество двух ионов определяют при помощи индикатора эриохром черный.

1. Определение содержания кальция

В колбу для титрования отбирают 50 мл грунтовой воды, добавляют 10 мл 1н раствора гидроксида натрия, 1 шпатель порошка мурексида до розовой окраски и медленно, по каплям, хорошо перемешивая, титруют стандартным раствором трилона Б до перехода розовой окраски в фиолетовую. Титруют до получения сходимых результатов. Массу кальция рассчитывают по формуле:

$$m(\text{Ca}) = K \cdot T_{\text{тр.Б/Са}} \cdot V_{1 \text{ тр.Б}},$$

где $T_{\text{тр.Б/Са}} = 0,002004$ г/мл – титр трилона Б по кальцию;
 $V_{1 \text{ тр.Б}}$ – объем трилона Б, пошедшего на титрование, мл.

2. Определение совместного присутствия кальция и магния

В колбу для титрования отбирают 50 мл грунтовой воды, прибавляют 6 мл аммиачного буферного раствора (рН – 9,5-10), 1 мл раствора индикатора эриохром черный и титруют раствором трилона Б до перехода вишнево-красной окраски раствора в синюю. Титрование проводят до получения сходимых результатов (V_2). Полученные результаты используются далее для расчета содержания магния.

Массу магния в пробе рассчитывают по разнице объемов, полученных при титровании с эриохромом черным и мурексидом по формуле:

$$m(\text{Mg}) = K \cdot T_{\text{тр. Б / Mg}} \cdot (V_2 - V_1)_{\text{тр. Б}},$$

где $T_{\text{тр. Б / Mg}} = 0,001215$ г/мл – титр трилона Б по магнию;
 V_1 - объем трилона Б, пошедший на титрование с мурексидом, мл.
 V_2 – объем трилона Б, пошедший на титрование с эриохромом черным, мл

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,
краткое описание лабораторной установки,
протокол измерений и обработку результатов,
анализ полученных результатов,
выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1,2].

Лабораторная работа № 7

Определение содержания различных форм углекислоты

Тема 2.2. Анализ воды

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучение методик определения различных форм углекислоты.

Реактивы:

0,02 н раствор NaOH;

0,1 % спиртовой раствор фенолфталеина.

0,1 н раствор HCl;

0,02 % раствор метилоранжа;

Оборудование:

коническая колба,

установка для титрования,

Задание: определить содержание свободной, карбонатной и гидрокарбонатной углекислоты.

Методика проведения работы:

1 Определение содержания свободной углекислоты

В коническую колбу отмеряют 100 мл исследуемой воды, добавляют 2 – 3 капли фенолфталеина и титруют пробу 0,02 н раствором NaOH до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 3 мин.

Определение повторить 3 раза и взять среднее значение.

Содержание свободной углекислоты ведут по формуле:

$$C_{CO_2} = \frac{V_1 \cdot N \cdot \mathcal{E}_{CO_2} \cdot 1000}{V_{H_2O}},$$

где C_{CO_2} – содержание свободной углекислоты, мг/л;

V_1 – количество раствора NaOH, пошедшее на титрование пробы, мл;

N – нормальность раствора NaOH, мг-экв/л;

$\mathcal{E}$ – эквивалент CO_2 , равный 44;

V_{H_2O} – количество пробы воды, взятое для определения, мл.

2 Определение содержания карбонатной и гидрокарбонатной углекислоты

Определение основано на изменении содержания различных форм углекислоты в зависимости от величины pH. Для титрования используют соляную кислоту и индикаторы – фенолфталеин и метилоранж.

Обычная питьевая вода не содержит карбонатов. На это указывает отсутствие розовой окраски от прибавления к пробе воды фенолфталеина. В этом случае записывают, что карбонат ионы отсутствуют.

В коническую колбу отмеряют 100 мл исследуемой воды, добавляют 2 – 3 капли щелочной воды и 2 – 3 капли фенолфталеина. Если проба приняла розовый цвет, то её титруют 0,1 н раствором HCl до исчезновения розовой окраски. Количество соляной кислоты в данном случае соответствует содержанию карбонатов.

К оттитрованной пробе прибавляют 2 – 3 капли метилоранжа и титруют пробу до перехода желтой окраски в оранжевую.

Количество соляной кислоты в этом случае соответствует количеству гидрокарбонатов. Содержание карбонатов определяют по формуле:

$$C_{CO_3^{2-}} = \frac{2 \cdot V_1 \cdot N \cdot \mathcal{E}_{CO_3^{2-}} \cdot 1000}{V_{H_2O}},$$

где $C_{CO_3^{2-}}$ – содержание карбонатов в анализируемой воде, мг/л;

V_1 – количество 0,1н раствора HCl, прошедшее на титрование пробы воды в присутствии фенолфталеина, мл;

N – нормальность раствора HCl, мг-экв/л;

$\mathcal{E}_{CO_3^{2-}}$ – эквивалент CO_3^{2-} , равный 30;

V_{H_2O} – количество воды, взятое для определения, мл.

Содержание гидрокарбонатов определяют по формуле:

$$C_{HCO_3^-} = \frac{2 \cdot (V_2 - V_1) \cdot N \cdot \mathcal{E}_{HCO_3^-} \cdot 1000}{V_{H_2O}},$$

где V_2 – количество 0,1н HCl, пошедшее на титрование воды в присутствии метилоранжа;

$\mathcal{E}_{HCO_3^-}$ – эквивалент HCO_3^- , равный 61,018;

N – нормальность раствора HCl, мг-экв/л;

V_{H_2O} – количество воды, взятое для определения, мл.

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,

краткое описание лабораторной установки,

протокол измерений и обработку результатов,

анализ полученных результатов,

выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1,2].

Лабораторная работа № 8

Определение качества воды

Тема 2.2. Анализ воды

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: изучение методик определения физических показателей качества воды (температура, цветность, запах, вкус, плотность).

Реактивы:

Оборудование:

термометр,

Задание:

Методика проведения работы:

Точность анализа воды во многом зависит от правильного отбора пробы. Так как многие физические и химические показатели воды изменяются во времени, то для отдельных определений в официальных изданиях указан предельный срок хранения пробы. Отбирают пробы в склянки с резиновыми или притертыми пробками, которые предварительно ополаскивают исследуемой водой. Помещая на хранение, пробу консервируют хлороформом (2 мл на 1 л воды). Перед анализом, в случае необходимости, проводят пред-

варительную подготовку пробы: удаляют взвешенные вещества (фильтрованием, центрифугированием, отстаиванием), упаривают в фарфоровых чашках.

Оценивания качество воды, в первую очередь учитывают такие важные физические показатели, как температура, цветность, запах, вкус, прозрачность, мутность.

1.1. Определение температуры воды

В водопроводных и насосных установках температуру определяют, погружая термометр в струю стекающей воды. Отсчет производят, не вынимая термометр из воды. При отдельных определениях термометр помещают на 3 – 5 мин. в большой сосуд с водой. Оптимальные температурные пределы для питьевой воды 7 – 12⁰С.

1.2. Определение цветности воды

Цветность вод обусловлена наличием большого количества взвешенных частиц, ее определяют после отстаивания, фильтрования или центрифугирования. Оценивают цветность в градусах дихромат – кобальтовой шкалы.

Качественную оценку цветности производят, сравнивая ее с дистиллированной водой. Для этого в специальные пробирки из бесцветного стекла наливают отдельно исследуемую воду и дистиллированную. На фоне белого листа бумаги при дневном освещении воду рассматривают сверху и сбоку. На основании этого оценивают цветность, т.е. указывают наблюдаемый цвет (слабо-белый, бурый и т.п.). При отсутствии окраски вода считается бесцветной. Количественно цветность определяют по дихромат – кобальтовой шкале.

Мутную воду предварительно отфильтровывают. Для определения применяют бесцветные цилиндры диаметром 30 мм и высотой 350 мм.

1.3. Определение запаха воды

Запах сточной воды определяют качественно при открывании пробы. Вначале дают качественную характеристику запаха по соответствующим признакам (болотный, землистый, гнилостный, рыбный, ароматический и т.п.). Интенсивность оценивают по пятибалльной шкале (табл. 1) при температуре 20⁰С и 60⁰С.

В колбу с притертой пробкой налить исследуемую воду (2/3 объема) и сильно встряхнуть в закрытом состоянии. Затем открыть и сразу же отметить характер и интенсивность запаха.

Таблица 8.1

Характер запахов и вкусов по степени их интенсивности

Запах (вкус)	Интенсивность	Оценка в баллах
Отсутствует	Не ощущается	0
Очень слабый	Обнаруживается только опытным исследователем	1
Слабый	Обнаруживается потребителем в том случае, если обратить его внимание	2
Заметный	Легко обнаруживается потребителем	3
Отчетливый	Вода непригодна для питья	4
Очень сильный	Вода непригодна для питья	5

1.4. Определение вкуса воды

Различный вкус воды может быть обусловлен присутствием химических соединений (хлористого натрия, солей железа, марганца, магния и др.), а также продуктами жиз-

недеятельности водных организмов. Согласно СанПиН 2.1.4.1074-01 различают четыре вида вкуса: горький, сладкий, кислый, соленый. Остальные вкусовые ощущения характеризуются как привкусы. Количественно интенсивность вкуса определяют по той же шкале, что и запах (табл. 8.1).

Воду, безопасную в санитарном отношении, исследуют в сыром виде, в других случаях – после кипячения и последующего охлаждения до 18 – 20⁰С. Нельзя пробовать загрязненную воду. Для определения характера и интенсивности вкуса 10 – 15 см³ исследуемой воды набирают в рот и держат 10 – 15 сек, не проглатывая. Интенсивность вкуса питьевой воды, согласно СанПиН 2.1.4.1074-01, не должна превышать 2 баллов (табл. 8.1).

1.5. Определение плотности воды

Плотность чистой воды зависит от температуры. При 15⁰С она равна 0,99913 г/см³, при 20⁰С – 0,99823 г/см³. Плотность сточных вод зависит и от растворенных соединений. Обычно плотность воды близка к единице.

Плотность воды с точностью до третьего десятичного знака можно определить ареометром. Исследуемую воду налить в цилиндр на 100 мл. Осторожно опустить в нее ареометр. Уровень воды должен оказываться в пределах шкалы ареометра. Если шкала ареометра будет выше или ниже уровня воды, то следует заменить ареометр. Показание шкалы ареометра на уровне поверхности воды соответствует ее плотности при данной температуре.

1.6. Определение мутности воды

Мутность воды обусловлена присутствием в природной воде нерастворенных и коллоидных веществ неорганического и органического происхождения. Мутность воды характеризуется терминами: прозрачная, слабая муть, мутная и т.д.

Определить мутность воды можно весовым методом, визуальным, мутномером, фотоэлектронным тиндалеметром и фотоэлектрическим колориметром.

1.6.1 Гравиметрический метод

500 – 1000 мл мутной воды профильтровать через плотный фильтр (диаметром 9 – 11 см), предварительно высушенный при 105⁰С в течение 1,5 – 2 часов и взвешенный в закрытом бюксе на аналитических весах. После фильтрования фильтр с осадком перенести в тот же бюкс, высушить при 105 – 110⁰С 1,5 – 2 часа, охладить в эксикаторе и взвесить на аналитических весах в закрытом бюксе. Содержание взвешенных веществ в исследуемой воде рассчитать по формуле:

$$Q = \frac{(q_1 - q_2) \cdot 1000}{V}, \text{ мг/л,}$$

Q – содержание взвешенных веществ в воде, мг/л,

q₁ – масса бюкса с просушенным фильтром после фильтрования воды, г,

q₂ – масса бюкса с просушенным фильтром до фильтрования, г,

V – объем профильтрованной воды, мл.

1.6.2 Визуальный метод

Прозрачность воды зависит от её мутности. Мерой прозрачности служит высота водяного столба, сквозь который ещё можно прочесть шрифт определенного типа.

Результаты указывают в сантиметрах. Определяют высоту водяного столба, сквозь который типографический шрифт становится плохо различим.

Цилиндр, под дно которого подложен хорошо освещенный шрифт, наполняют перемешанной пробой воды до такой высоты, чтобы буквы, рассматриваемые сверху, стали плохо различимы. Пробу просматривают при рассеянном дневном освещении. Определение повторяют несколько раз. Записывают высоту водяного столба в сантиметрах и вычисляют среднее значение. Согласно СанПиН 2.1.4.1074-01 прозрачность питьевой воды должна быть не менее 30 см.

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,
краткое описание лабораторной установки,
протокол измерений и обработку результатов,
анализ полученных результатов,
выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1,2,3].

Лабораторная работа № 9

Определение перманганатной окисляемости воды

Тема 2.2. Анализ воды

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы: изучить методики определения перманганатной окисляемости воды.

Реактивы:

0,01н раствор KMnO_4 ;

0,01н раствор $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$;

4н раствор H_2SO_4 .

Оборудование:

конические колбы на 250 мл

установка для титрования

Задание: определить перманганатную окисляемость воды методом Кубеля.

Методика проведения работы:

Наличие в воде органических веществ и легко окисляющихся неорганических соединений (Fe^{2+} , сульфитов, нитритов, H_2S и др.) характеризует окисляемость воды. Окисляемость – один из показателей степени загрязнения воды органическими примесями.

Окисляемость органических веществ, растворенных в воде, характеризуется количеством кислорода, расходуемого на их окисление в определенных условиях.

Окисляемость воды выражают числом миллиграммов кислорода, израсходованных на окисление органических веществ, содержащихся в 1 л воды. В качестве окислителей органических веществ, при определении окисляемости воды, обычно применяют перманганат калия (перманганатная окисляемость), дихромат (или иодид) калия (дихроматная (или иодатная) окисляемость или химическое потребление кислорода – ХПК). Во избежание ошибки, предварительно в исследуемой воде определяют неорганические восстановители.

В настоящей работе рассматривается методика определения перманганатной окисляемости воды. Если концентрация хлоридов в исследуемой воде не превышает 100 мг/л, то органические вещества окисляют перманганатом калия в кислой среде (метод Кубеля).

При более высоком содержании хлоридов используется реакция окисления перманганатом калия в щелочной среде (метод Шульца).

Органические вещества, содержащиеся в исследуемой воде, при кипячении в присутствии серной кислоты окисляются перманганатом калия. К пробе воды прибавляют заведомо избыточное количество раствора KMnO_4 определенной концентрации. В этих условиях окисляются не все органические вещества, поэтому окисляемость характеризует содержание только легкоокисляющихся примесей. Для получения более точных результатов используется обратное титрование: к прокипяченной пробе прибавляют избыток щавелевой кислоты, при этом часть ее окисляется оставшимся перманганатом калия, а остальное количество $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ оттитровывают перманганатом калия.

Предварительная обработка посуды перед анализом. Во избежание ошибки, связанной со случайным загрязнением колбы примесями, способными к окислению, перед определением окисляемости в колбу наливают 100 – 150 мл концентрированного раствора перманганата калия, подкисленного серной кислотой, и кипятят 3 – 5 мин. Затем выливают смесь, и образовавшийся на стенках колбы осадок растворяют в небольшом количестве концентрированной соляной кислоты. Колбы ополаскивают дистиллированной водой и вновь в нее наливают окислительную смесь. Кипячение повторяют 2 – 3 раза, после чего ополаскивают колбу дистиллированной водой.

Метод Кубеля

В предварительно подготовленную коническую колбу на 250 мл отмерить 100 мл исследуемой воды, прилить 5 мл 4н раствора кислоты и прилить из бюретки точно 10 мл 0,01 раствора KMnO_4 . Колбу закрыть воронкой, смесь кипятить 10 мин. (считая с момента кипения). Затем снять с огня.

К горячей жидкости прилить с помощью мерного цилиндра 10 мл 0,01н раствора щавелевой кислоты. Перемешать до обесцвечивания. Горячий обесцвеченный раствор титровать 0,01н раствором KMnO_4 до появления слабозеленоватого окрашивания, не исчезающего 2 - 3 минуты. Рассчитать перманганатную окисляемость по формуле:

$$x = \frac{[(V_{\text{KMnO}_4} + V'_{\text{KMnO}_4}) \cdot N_{\text{KMnO}_4} - V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot N_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}] \cdot \mathcal{E} \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}},$$

где x – окисляемость воды, мг O_2 /л;

V_{KMnO_4} – объем раствора KMnO_4 , прилитого к пробе воды до кипячения, мл;

V'_{KMnO_4} – объем раствора KMnO_4 , пошедший на титрование избытка щавелевой кислоты, мл;

N_{KMnO_4} – нормальность раствора KMnO_4 , мг-экв/л;

$V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}$ – объем 0,01н раствора щавелевой кислоты для связывания избытка KMnO_4 , мл;

$N_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}$ – нормальность раствора щавелевой кислоты, мг-экв/л;

$\mathcal{E}$ – эквивалент кислорода, (8);

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ – объем пробы исследуемой воды, мл.

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,

краткое описание лабораторной установки,

протокол измерений и обработку результатов,

анализ полученных результатов,

выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1,2].

Лабораторная работа № 10

Фотометрический метод определения содержания иона хрома (VI) в растворе

Тема 2.2. Анализ воды

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы: ознакомиться с фотометрическим методом определения хрома в растворе.

Реактивы:

Вода дистиллированная или вода для лабораторного анализа

Кислота серная

Кислота азотная

Натрия гидроксид

1,5-дифенилкарбазид

Кислота ортофосфорная

Аммоний надсерноокислый

Серебро азотнокислое

Спирт этиловый

Ацетон

Оборудование:

Весы лабораторные

Пипетки градуированные

Колбы мерные

Цилиндры мерные

Государственный стандартный образец состава раствора ионов хрома (VI)

Устройство для фильтрации

Холодильник бытовой

Электроплитка бытовая

Колбы конические

Воронки лабораторные

Стаканы термостойкие

Полиэтиленовые емкости для хранения проб

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента»

Бумага индикаторная универсальная

Задание: определить содержание иона хрома (VI) в растворе методом фотометрии.

Методика проведения работы:

Метод определения хрома (VI) основан на измерении светопоглощения в диапазоне длин волн от 540 до 550 нм окрашенного (красно-фиолетового) комплексного соединения, образующегося в результате реакции 1,5-дифенилкарбазида с бихромат-ионами пробы анализируемой воды в кислой среде и определении хрома (VI) по значению оптической плотности раствора.

Подготовка к проведению измерений

Приготовление раствора серной кислоты объемной доли 50 %

Раствор готовят смешиванием равных объемов концентрированной серной кислоты и дистиллированной воды.

Примечание - Во избежание сильного разогревания и разбрызгивания раствора серную кислоту осторожно приливают к воде небольшими порциями при перемешивании. Емкость, в которой проводят разбавление, рекомендуется поместить в емкость со льдом. Категорически запрещается добавлять воду к серной кислоте.

Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм³

В стакан из термостойкого стекла вносят 300-400 см³ дистиллированной воды, осторожно приливают 27,5 см³ концентрированной серной кислоты, охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

Примечание - Во избежание сильного разогревания и разбрызгивания раствора серную кислоту осторожно приливают к воде небольшими порциями при перемешивании. Емкость, в которой проводят разбавление, рекомендуется поместить в баню со льдом. Категорически запрещается добавлять воду к серной кислоте.

Приготовление раствора гидроксида натрия молярной концентрации 1 моль/дм³

В стакан из термостойкого стекла вносят 200-300 см³ дистиллированной воды, добавляют при перемешивании 20 г гидроокиси натрия (далее - гидроксид натрия), охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

Приготовление раствора надсернокислового аммония массовой доли 25 %

25 г надсернокислового аммония растворяют в 75 см³ дистиллированной воды.

Приготовление раствора 1,5-дифенилкарбазида массовой концентрации 5 г/дм³

0,25 г 1,5-дифенилкарбазида растворяют в небольшом количестве этилового спирта или ацетона, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят до метки этиловым спиртом (ацетоном).

Примечание - Признаком непригодности раствора является появление окрашивания.

Приготовление раствора азотнокислого серебра массовой концентрации 4 г/дм³

В мерную колбу вместимостью 200 см³ вносят 0,8 г азотнокислого серебра и доводят до метки дистиллированной водой.

Приготовление раствора хрома (VI) массовой концентрации 100 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 5 см³ государственного стандартного образца (далее - ГСО) состава водного раствора хрома (VI) массовой концентрации 1 мг/см³, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Приготовление раствора хрома (VI) массовой концентрации 5 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 5 см³ раствора хрома (VI) массовой концентрации 100 мг/дм³ (см. 4.4.8), доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор готовят в день применения.

Приготовление градуировочных растворов для определения хрома (VI)

В восемь мерных колб вместимостью 100 см³ вносят 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ раствора хрома (VI) массовой концентрации 5 мг/дм³, в одну колбу раствор хрома (VI) не вносят, и доводят каждую колбу дистиллированной водой до 50-80 см³. Затем в каждую колбу добавляют 1 см³ раствора серной кислоты (см. 4.4.2), 0,3 см³ концентрированной ортофосфорной кислоты, 2 см³ раствора 1,5-дифенилкарбазида массовой концентрации 5 г/дм³ (см. 4.4.6), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация хрома (VI) в полученных градуировочных растворах составляет 0,0; 0,025; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 и 0,50 мг/дм³.

Раствор, не содержащий хрома, является холостой пробой для градуировки.

Подготовка прибора к измерениям

Подготовку прибора к измерениям проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

Подготовка холостой пробы для определения хрома

Холостую пробу для определения хрома готовят отдельно для определения хрома (VI) и общего хрома, используя те же реактивы и в тех же количествах, как при отборе и подготовке пробы анализируемой воды, но заменяя пробу анализируемой воды на дистиллированную воду.

Подготовка пробы анализируемой воды

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят аликвоту пробы анализируемой воды и при необходимости добавляют раствор серной кислоты или гидроксида натрия до достижения значения pH 4 (контроль по универсальной индикаторной бумаге). Затем в колбу вносят 1 см³ раствора серной кислоты, 0,3 см³ ортофосфорной кислоты, 2 см³ раствора 1,5-дифенилкарбазида массовой концентрации 5 г/дм³, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Порядок проведения измерений

Анализируют не менее двух аликвот пробы анализируемой воды ($V_{пр}$, см³)/

Выдерживают подготовленные для измерений пробы анализируемой воды, холостую пробу для определения хрома в течение 15 мин после их подготовки, после чего не менее двух раз измеряют значения оптической плотности пробы анализируемой воды A_b и холостой пробы для определения хрома A_0 в диапазоне длин волн от 540 до 550 нм (540 нм - при использовании спектрофотометра) в кюветах с толщиной поглощающего слоя от 25 до 40 мм, используя в качестве раствора сравнения дистиллированную воду.

Обработка результатов измерений

Значение оптической плотности для хрома (VI) рассчитывают по формуле:

$$A_x = A_s - A_b,$$

где A_s - среднеарифметическое значение из измеренных значений оптической плотности пробы анализируемой воды;

A_b - среднеарифметическое значение из измеренных значений оптической плотности холстой пробы для определения хрома.

Массовую концентрацию хрома (VI) C_{xp} , мг/дм³, в аликвоте пробы анализируемой воды определяют по соответствующей градуировочной характеристике, используя значение A_x , рассчитывают по формуле

$$C_{xp} = \frac{A_x}{b},$$

где b - угловой коэффициент (наклон) градуировочной характеристики, рассчитанный по формуле (1), дм³/мг.

Массовую концентрацию хрома (VI) в пробе анализируемой воды X , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C_{xp} V_{м.к} f}{V_{пр}},$$

где C_{xp} - массовая концентрация хрома (VI) (хрома общего), определенная по 4.6.3, мг/дм³;

$V_{м.к}$ - вместимость мерной колбы, использованной для подготовки пробы анализируемой воды (как правило, 100 см³), см³;

$V_{пр}$ - объем аликвоты пробы анализируемой воды (исходной или разбавленной), см³;

f - коэффициент разбавления пробы анализируемой воды, при этом если пробу не разбавляли, то f принимают равным 1, если разбавляли, то f рассчитывают по формуле

$$f = \frac{V_k}{V_a},$$

где V_k - вместимость мерной колбы, использованной при разбавлении пробы анализируемой воды, см³;

V_a - объем аликвоты пробы анализируемой воды, взятый для разбавления, см³.

За результат измерений массовой концентрации хрома (VI) принимают среднеарифметическое значение $\bar{X}$, мг/дм³, результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 при выполнении условия

$$|X_1 - X_2| \leq r,$$

где r - значение предела повторяемости (см. таблицу 1), мг/дм³.

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,
краткое описание лабораторной установки,
протокол измерений и обработку результатов,
анализ полученных результатов,
выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1-4].

Лабораторная работа № 11**Определение основных показателей твердого топлива****Тема 2.3 Анализ твердого топлива**

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: Ознакомление со стандартными методами определения влаги, золы и летучих веществ в топливе.

Реактивы:

твердое топливо

Оборудование:

аналитические весы

бюксы

эксикатор

муфельная печь

Задание: Определить основные показатели твердого топлива.

Методика проведения работы:***Влажность угля***

Количество влаги в угле колеблется в очень широких пределах и в бурых углях достигает около 30-40 %. Наличие влаги снижает содержание полезных веществ топлива и его теплотворную способность, увеличивает непроизводительные расходы при транспортировке, затрудняет обогащение угля, а также значительно изменяет скорость коксования и, следовательно, производительность коксовых печей.

Влажность топлива может быть определена прямым и косвенным путём. При определении влажности прямым весовым методом навеску топлива высушивают в токе инертного газа (обычно азота) при 105–110 °С, а выделяющиеся пары воды поглощают хлорнокислым магнием и серной кислотой. При этом газ пропускают через два сосуда (трубки) с поглотителем: основной, в котором поглощается основная часть влаги, и контрольный, в котором улавливаются остатки (следы) влаги. По увеличению массы поглотителя рассчитывают содержание влаги в топливе по формуле

$$W_p = (G_1 + G_2 / G) \cdot 100,$$

где G_1 – привес основной трубки с хлорнокислым магнием, г; G_2 – привес контрольной трубки с хлорнокислым магнием, г; G – навеска топлива, г.

Прямое объемное определение содержания влаги осуществляется нагреванием навески угля с толуолом, отгонкой паров воды, выделившихся из угля вместе с толуолом, и замером объема сконденсировавшейся воды. Эти методы дают достаточно точные результаты, но относительно сложны. Для определения влажности бурых и каменных углей,

антрацитов, горючих сланцев применяют косвенный метод. Сущность его заключается в высушивании топлива при 105- 110 °С до постоянной массы в сушильном шкафу. Потеря в массе принимается при этом за содержание влаги в топливе.

Для определения влажности в предварительно взвешенный бюкс высотой 25-30 и диаметром 35-40 мм отвешивают на аналитических весах 1 – 2 грамма исследуемого топлива (с точностью до 0,001 г), размеры частиц которого не должны превышать 0,21 мм (аналитическая проба). Высота слоя топлива в бюксе не должна превышать 5 мм. Навеску разравнивают легким встряхиванием и, высушивают в предварительно нагретом сушильном шкафу при 105- 110 °С. При этом, крышка бюкса должна быть полуоткрыта. Продолжительность сушки для бурых углей 90 мин, антрацитов - 120 мин, для остальных видов топлива - 50-60 мин. По истечении указанного срока бюкс с навеской топлива вынимают из шкафа, плотно закрывают крышкой, охлаждают вначале на воздухе (2-3 мин), а затем в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

Контрольное просушивание производят в течение 30 мин при 105- 110 °С. Если потеря в массе окажется более 0,01 г, контрольное просушивание повторяют, пока убыль не окажется меньше 0,01 г или пока не начнется увеличение массы в результате окисления угля. При увеличении массы для расчета принимают предпоследний вес. Процентное содержание влаги в исследуемом топливе рассчитывают по формуле

$$W_a = (G_1 / G) * 100\%,$$

где G_1 – убыль в массе топлива после высушивания, г; G – навеска топлива, г.

Допускаемое расхождение между двумя параллельными определениями не более 0,3 %. Вычисление результатов анализа ведут с точностью до 0,01 %.

Зольность твердого топлива

Минеральные примеси, образующие золу, являются еще более вредным балластом в составе топлива, чем влага. Кроме непроизводительных затрат при транспортировке, перегрузке и т. п., повышенная зольность углей сильно затрудняет их использование как энергетического топлива и как химического сырья. Минеральные примеси при сжигании топлива изменяют свой первоначальный состав и свойства. Сжигание углей с высоким содержанием золы связано с частыми чистками топок. При применении многозольного кокса в доменном процессе возрастает не только расход самого кокса, но и флюсов, идущих на ошлакование золы, что значительно снижает производительность доменных печей. Формы и источники золы в твердых горючих ископаемых весьма разнообразны. Зола, источником которой является само материнское вещество растений, из которых образовался уголь (так называемая конституционная зола, химически связанная с углем), и зола, источником которой служат пыль, песок и глина, занесенные в уголь ветрами и водой в процессе углеобразования (так называемая наносная зола), образуют золу, известную под названием "внутренняя зола" (точнее внутренняя зольная часть)

Зола, входящая в уголь в виде прослоек и включений различных пород, и зола, попавшая в уголь в процессе его добычи, при разработке угольного пласта, называется "внешней золой". Стандартный метод определения золы в твердом топливе заключается в озолении навески анализируемого топлива и последующем прокаливании зольного остатка до постоянной массы при (800 ± 25) °С для антрацита, бурых и каменных углей и при (850 ± 25) °С для сланцев. Применение более высокой температуры при анализе сланцев объясняется содержанием в минеральной части их значительного количества карбонатов, полное разложение которых требует более высокой температуры.

В предварительно взвешенный на аналитических весах фарфоровый тигель или прямоугольную лодочку берут навеску топлива $(1 \pm 0,1)$ г и помещают ее в нагретую до 250-300 °С муфельную печь, (можно и в холодную), температуру которой затем в течение 1-1,5 ч поднимают до (800 ± 25) °С. Образовавшийся зольный остаток прокалывают при

этой температуре в течение 1-2 ч, после чего тигель или лодочку вынимают из муфеля и охлаждают вначале на воздухе в течение 5 мин. а затем в эксикаторе до комнатной температуры, Охлажденный тигель или лодочку взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0002 г.

Для получения более надежных результатов зольные остатки прокаливают (по 30 мин) до тех пор, пока разность в массе между двумя последовательными взвешиваниями не будет менее 0,001 г. Если масса возросла, то используют для расчета предыдущее значение. Зольность топлива вычисляют по формуле

$$A_a = (G_1 / G) * 100,$$

где G_1 – масса зольного остатка, г; G – навеска топлива, г.

Пересчет зольности на абсолютно сухое топливо A_s , A_p , в процентах производят по формулам:

$$A_s = A_a * (100/100 - W_a),$$

$$A_p = A_a * (100 - W_p / 100 - W_a),$$

где W_a – содержание влаги в испытуемой аналитической пробе, %; W_p – содержание влаги в рабочем топливе, %.

Допустимые расхождения между результатами двух параллельных определений: 0,2 % для топлива, зольность которого меньше 12 %; 0,3 % для топлива, имеющего зольность от 12 % до 25 %; 0,5 % для топлива, зольность которого выше 25 %.

Летучие вещества и методика определения их выхода

Летучими веществами называют парообразные и газообразные продукты, образующиеся при нагревании топлива без доступа воздуха. Выход летучих в значительной степени зависит от условий, при которых производят определение. Большое значение имеют температура, скорость нагревания, размер кусков топлива, конструктивное оформление процесса термического разложения исследуемого топлива и т.п. Поэтому выход летучих должен определяться в строго ограниченных условиях. Выход летучих для различных видов топлива колеблется в широких пределах (от 6 % до 50 % и даже выше).

Сущность метода определения выхода летучих веществ в углях и отходах их обогащения заключается в нагревании навески топлива в фарфоровом тигле при $(850 \pm 25)^\circ\text{C}$ в течение 7 мин с последующим установлением потери в массе. Навеску угля в 1 г с известной влажностью (W_a) отвешивают с точностью до $\pm 0,01$ г в фарфоровом тигле высотой 40 и диаметром 30 мм. Тигель должен быть предварительно прокален и взвешен.

Тигель с навеской помещают в электрическую печь таким образом, чтобы его дно стояло от пода печи на 10-20 мм. Для этого используют жароупорную подставку, в простейшем случае изготовленную из фарфоровой трубки, или свешивают тигель на кольцо из огнеупорной проволоки, прикрепленной к крышке муфельной печи.

Печь предварительно разогревают до $(850 \pm 25)^\circ\text{C}$. Колебание температуры печи в течение последних 4 мин нагревания не должно превышать $\pm 25^\circ\text{C}$.

Перед помещением в печь тигель закрывают крышкой, которая не препятствует выходу летучих из тигля, так как лежит на нем свободно. Выход летучих продуктов из печи обеспечивается отверстием или выемкой в крышке. Для измерения температуры пользуются термопарой, горячий конец которой должен отстоять от пода печи на 10-20 мм.

После нагревания в течение 7 мин тигель, закрытый крышкой, вынимают из печи и охлаждают вначале в течение не более 5 мин на воздухе, а затем в эксикаторе до комнатной температуры. Охлажденный тигель с содержащимся в нем твердым остатком взвешивают. Выход летучих веществ в пробе топлива вычисляют по формуле

$$V_a = (G_{1100} / G) - W_a ,$$

где G – навеска топлива, г; G₁ – убыль в массе топлива после нагревания, г; W_a – содержание влаги в испытуемой пробе, %.

Выход летучих веществ на условную горючую массу топлива определяется по формуле

$$V = V_a - (100 / 100 - W_a - A_a),$$

где A_a – зольность испытуемой пробы, %.

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,
краткое описание лабораторной установки,
протокол измерений и обработку результатов,
анализ полученных результатов,
выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1-4].

Лабораторная работа № 12

Анализ нефтепродуктов

Определение плотности нефтепродуктов пикнометрическим методом

Тема 2.5 Анализ нефтепродуктов

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: Определение плотности нефти или нефтепродукта пикнометрическим способом.

Реактивы:

Хромовая смесь
Вода дистиллированная
Этиловый спирт

Оборудование:

Пикнометр
Термостат
Пипетка
Бумага фильтровальная

Задание: Сопоставить полученные данные с ГОСТ, сделать вывод.

Методика проведения работы:

Стандартной температурой, при которой определяется плотность нефти и нефтепродукта, является 20°C. Для определения плотности применяют стеклянные пикнометры с меткой и капиллярной трубкой различной емкости. Каждый конкретный пикнометр характеризуется «водным числом», т.е. массой воды в объеме данного пикнометра при 20°C.

Перед определением водного числа пикнометр промывают последовательно хромовой смесью, дистиллированной водой, этиловым спиртом и сушат.

Чистый и сухой пикнометр взвешивают с точностью до 0,0002 г.

С помощью пипетки наполняют пикнометр дистиллированной водой (пикнометры с меткой – выше метки, а капиллярные – доверху). Затем пикнометр с водой термостатируют при 20°C в течение 30 мин.

Когда уровень воды в шейке пикнометра перестанет изменяться, отбирают избыток воды пипеткой или фильтровальной бумагой, вытирают шейку пикнометра внутри и закрывают пробкой.

Уровень воды в пикнометре устанавливают по верхнему краю мениска. В капиллярных пикнометрах избыток воды из капилляра отбирают фильтровальной бумагой. Пикнометр с установленным уровнем воды при 20°C тщательно вытирают снаружи и взвешивают с точностью до 0,0002 г. Водное число пикнометра вычисляют по формуле:

$$m = m_2 - m_1 ,$$

где m_2 , m_1 - масса пикнометра соответственно с водой и пустого, г.

Плотность нефти (нефтепродукта) с вязкостью при 50 °C не более 75 мм²/с определяют следующим образом. Сухой и чистый пикнометр наполняют с помощью пипетки анализируемой нефтью (нефтепродуктом) при 18-20 °C (пикнометр с меткой – немного выше метки, а капиллярный – доверху), стараясь не замазать стенки пикнометра. Затем пикнометр с нефтью (нефтепродуктом) закрывают пробкой и термостатируют при 20 °C до тех пор, пока уровень нефти (нефтепродукта) не перестанет изменяться. Избыток нефти (нефтепродукта) отбирают пипеткой или фильтровальной бумагой. Уровень нефти (нефтепродукта) в пикнометре устанавливают по верхнему краю мениска. Пикнометр с установленным уровнем вынимают из термостата, тщательно вытирают и взвешивают с точностью до 0,0002 г. Видимую плотность ρ' анализируемой нефти (нефтепродукта) вычисляют по формуле:

$$\rho' = (m_3 - m_1) / m ,$$

где m_3 – масса пикнометра с нефтью (нефтепродуктом), г; m_1 - масса пустого пикнометра, г; m – водное число пикнометра, г. «Видимую» плотность пересчитывают в плотность 20 °C по формуле:

$$\rho_{20} = (0,99823 - 0,0012) \rho' + 0,012 = 0,99703 \rho' + 0,0012$$

Приведённые по этой формуле поправки к «видимой» плотности приведены в таблице. Для получения плотности 20 °C анализируемой нефти (нефтепродукта) поправку вычитают из значения «видимой» плотности.

Расхождения между параллельными определениями плотности не должно превышать 0,0004.

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,

краткое описание лабораторной установки,

протокол измерений и обработку результатов,

анализ полученных результатов,

выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1,2].

Лабораторная работа № 13

Анализ органических реактивов

Тема 2.6. Анализ продуктов органического синтеза

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы: определить качественный состав органического вещества.

Реактивы:

неизвестное органическое вещество;

оксид меди (II);

безводный сульфат меди (II);

известковая (или баритовая) вода;

металлический натрий;

10%-ный раствор нитрата свинца;

2 н раствор гидроксида натрия;

0,5 н раствор нитропрусида натрия ($\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$);

сульфат железа (II);

1%-ный раствор хлорида (или сульфата) железа (III);

концентрированная азотная кислота;

0,2 н

раствор нитрата серебра; хлор

Оборудование:

часовое стекло,

пробирки,

пробиркодержатель,

газоотводная трубка с пробкой,

кусочек ваты, спиртовка,

стеклянная лопатка,

скальпель,

фильтровальная бумага,

стеклянная воронка,

фарфоровая ступка,

пестик,

медная проволока.

Задание: определить качественный состав органического вещества.

Методика проведения работы:

Опыт 1. Определение углерода и водорода

Получите у лаборанта вещество для анализа, запишите в рабочий журнал номер образца.

Около 100 мг (две стеклянные лопатки) испытуемого твердого или 10–12 капель жидкого вещества хорошо перемешивают с 200 мг (четыре стеклянные лопатки) порошка оксида меди (II) на часовом стекле и помещают в сухую пробирку.

Помещают в пробирку вату) и насыпают на нее немного безводного сульфата меди. Закрывают пробирку пробкой с газоотводной трубкой.

Проверяют прибор на герметичность.

Пробирку закрепляют в пробиркодержателе в горизонтальном положении, а конец газоотводной трубки вводят до дна в другую пробирку, содержащую 2–3 мл (высота 2–3 см) известковой (или баритовой) воды.

Смесь нагревают сначала осторожно, затем сильнее в течение 3–5 минут. После завершения опыта сначала вынимают конец газоотводной трубки из пробирки и прекращают нагревание.

Опыт 2. Определение азота, серы и галогенов

Опыт проводят в вытяжном шкафу! Несколько кристаллов или капель исследуемого вещества помещают в сухую пробирку, держа ее наклонно, почти горизонтально, и кладут на середину пробирки кусочек очищенного от корки и высушенного фильтровальной бумагой металлического натрия величиной с четверть горошины.

Держа пробирку в пробиркодержателе, сначала нагревают натрий до его расплавления, затем поворачивают пробирку вертикально, чтобы капля горячего натрия скатилась на вещество (Осторожно, вспышка!). После чего нагревают смесь до красного каления. Конец горячей пробирки резко опускают в фарфоровую ступку с 3 мл дистиллированной воды, так чтобы она растрескалась и разбилась и ее содержимое перешло в воду (*Осторожно, может быть вспышка или легкий взрыв от не до конца прореагировавшего металлического натрия, поэтому эту операцию следует проводить в вытяжном шкафу с опущенной створкой или же работать в защитных очках или маске!*).

Черные кусочки плава хорошо измельчают пестиком, переливают содержимое ступки в пробирку, нагревают до кипения, отфильтровывают щелочную жидкость от кусочков угля и стекла через маленький складчатый фильтр. Фильтрат делят на три части для дальнейшего определения серы, азота и галогенов. Жидкость при этом должна быть бесцветной, желтая или коричневая ее окраска указывает на неполноту разрушения исходного вещества. В этом случае опыт надо повторять с новой порцией вещества.

Пробы на серу

а) К 1 мл раствора нитрата свинца приливают раствор гидроксида натрия по каплям до растворения первоначально образующегося гидроксида свинца и затем добавляют несколько капель из первой части фильтрата (щелочной жидкости, полученной в первом опыте). Появление темно-коричневой окраски или образование черного осадка, ускоряющееся при нагревании, указывает на то, что исследуемое вещество содержало серу.

б) Для подтверждения вывода, сделанного после первой части опыта, проводят реакцию с нитропруссидом натрия. Для этого к 1 мл фильтрата добавляют 1–2 капли раствора нитропрусида натрия. При наличии иона S^{2-} смесь сразу или постепенно приобретает ярко-фиолетовую окраску.

Проба на азот

Ко второй части фильтрата добавляют маленький кристаллик сульфата железа (II), кипятят смесь в течение 1–2 мин. Вносят каплю раствора $FeCl_3$, охлаждают, дают постоять 3–5 минут и подкисляют разбавленной соляной кислотой (5–6 капель). Образование синего осадка “берлинской лазури” указывает, что исходное вещество содержит азот. Если азота мало, то раствор после подкисления окрашивается в зеленый цвет, а синий осадок выделяется лишь спустя некоторое время.

Проба на галогены

Третью часть фильтрата подкисляют концентрированной азотной кислотой. В случае наличия серы или азота этот кислый раствор кипятят в течение нескольких минут в вытяжном шкафу для окисления и удаления сероводорода и синильной кислоты, которые мешают последующей реакции. Остывший раствор делят на две части. К одной части добавляют несколько капель раствора нитрата серебра. Образование тяжелого хлопьевидного осадка указывает на присутствие галогена. Хлорид серебра – белый (затем темнеющий на свету), бромид – желтоватый, а иодид – желтый осадок. Для уточнения, присутствуют ли ионы брома или йода, к оставшейся части кислого раствора добавляют 1 мл хлороформа (или бензола) и затем при встряхивании 2–3 капли раствора перманганата калия. Когда смесь отстоится, отмечают окраску органического слоя. Фиолетовая окраска указывает на присутствие йода, оранжевая или желтая – брома. Однако избыток перманганата калия может обусловить фиолетовую окраску водного слоя, что не следует принимать за положительную реакцию на присутствие йода.

По окончании работы сделайте вывод. В выводе укажите, в чем заключается принцип проведения качественного анализа органических соединений. На основании каких проб вы делаете вывод о элементном составе выданного вещества?

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,

краткое описание лабораторной установки,

протокол измерений и обработку результатов,

анализ полученных результатов,

выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1-4].

Лабораторная работа № 14

Определение йодного числа в испытуемом образце титриметрическим методом

Тема 2.6. Анализ продуктов органического синтеза

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы:

Реактивы:

Оборудование:

Задание:

Методика проведения работы:

Рекомендуемыми ГОСТ Р ИСО 3961–2010 «Жиры и масла животные и растительные. Определение йодного числа» являются следующие методы определения йодного числа: Гюбля (с хлорйодом), Кауфмана (с $\text{NaBr} \times \text{Br}_2$), Гануса (с бромйодом).

Методы Гюбеля и Гануса дают одинаковые и близкие к теоретическим результаты. Названные методы рекомендуются для исследовательских целей, идентификации жиров и контроля производства. Метод Гануса неприемлем для анализа жиров с сопряженными кратными связями. Результаты определения йодных чисел по методу Кауфмана обычно на 1–3% выше, чем по методу Гюбля.

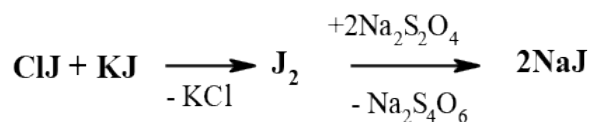
Метод Гюбля основан на присоединении по кратным связям хлористого йода (раствор Гюбля), который образуется при взаимодействии сулемы с йодом в спиртовых растворах:



Хлористый йод практически полностью насыщает кратные связи жирнокислотных радикалов в жирах:



Избыток непрореагировавшего хлористого йода оттитровывают тиосульфатом натрия. Предварительно в реакционную среду необходимо внести йодид калия и воду для выделения эквивалентного количества йода из хлористого йода по следующей реакции:



Ход анализа. В предварительно высушенную колбу для титрования вместимостью 500 мл с пришлифованной пробкой внести пробу анализируемого жира в зависимости от величины йодного числа. Пробу жира растворить в 15 мл хлороформа и добавить 25 мл (пипеткой) раствора Гюбля. Закрыть колбу пробкой, смоченной в растворе йодида калия, и оставить при температуре около 20 оС в темном месте на 18–24 часа. Время настаивания анализируемого раствора и величину навески анализируемого жира выбрать в зависимости от предполагаемой величины йодного числа (табл. 14.1).

Таблица 14.1

Рекомендуемая масса пробы и время настаивания
в зависимости от величины йодного числа

Значение йодного числа, г I ₂ /100 г	Масса пробы, г	Время настаивания, ч
от 5 до 20 включительно	1,0	6
свыше 20 до 50 включительно	0,6	8
свыше 50 до 100 включительно	0,3	12
свыше 100 до 150 включительно	0,2	18
свыше 150 до 200 включительно	0,15	24
свыше 200	0,10	24

По истечении вышеуказанного времени до титрования в колбу для анализа внести 20 мл 10%-го раствора йодида калия и 100 мл дистиллированной воды, смесь перемешать. Избыток выделившегося йода оттитровать 0,1 н раствором тиосульфата натрия до появления желто-соломенной окраски. В конце добавить несколько капель 1%-го раствора крахмала и продолжить титрование до перехода цвета анализируемого раствора из фиолетового в бесцветный.

Контрольный опыт проделать с тем же количеством реагентов в аналогичных условиях, но без добавления жира: 15 мл хлороформа, 25 мл раствора Гюбля. Колбу закрыть пробкой, смоченной в растворе йодида калия, и оставить в темном месте на 18–24 часа. Перед титрованием в колбу для анализа внести 20 мл 10%-го раствора йодида калия и 100 мл дистиллированной воды и оттитровать.

Йодное число (ЙЧ, г I₂/100 г или %) вычислить по формуле:

$$\text{ЙЧ} = \frac{(\text{VK} - \text{VO}) \cdot 0,01269}{m} \cdot 100$$

где VK – количество 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование контрольного образца, мл;

VO – количество 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование опытного образца, мл;

0, 01269 – титр 0,1 н раствора тиосульфата натрия, мг/мл;

m – масса исследуемого жира, г;

100 – коэффициент пересчета на 100 г анализируемого жира.

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,

краткое описание лабораторной установки,

протокол измерений и обработку результатов,
анализ полученных результатов,
выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1,2,4].

Лабораторная работа № 15

Определение сахарозы рефрактометрическим методом в пищевых концентратах (кисель)

Тема 2.6. Анализ продуктов органического синтеза

Количество часов на выполнение: 4 часа.

Цель работы:

Реактивы:

Оборудование:

Задание:

Методика проведения работы:

Рефрактометрический метод определения содержания сахара основан на установленной зависимости между концентрацией и показателем преломления водных растворов сахарозы. Чем выше концентрация раствора, тем больше показатель преломления. Сущность рефрактометрического метода определения содержания сахара в пищевых концентратах заключается в том, что определяют показатель преломления испытуемых водных растворов, при этом отмечают температуру на призмах рефрактометра и, используя показатель преломления дистиллированной воды при температуре опыта, рассчитывают содержание сахара в процентах по установленной формуле.

Для определения содержания сахара в пищевых концентратах используют водные растворы, полученные после настаивания исследуемого вещества с дистиллированной водой в течение времени, установленного для каждого вида продукта или группы продуктов. При исследовании продуктов, содержащих молоко, применяют осадители белков (растворы уксусной кислоты и хлористого кальция).

Из средней пробы (предварительно измельченной) отвешивают 10-25 г исследуемого вещества с точностью до 0,01 г. Навеску переносят в мерную колбу емкостью 100 мл и добавляют дистиллированной воды до 3/4 объема колбы; содержимое колбы перемешивают и выдерживают 20 мин при частом взбалтывании. После этого в колбу доливают дистиллированной воды до метки, перемешивают содержимое и фильтруют в сухую колбу. Затем наносят оплавленной палочкой на призму рефрактометра 2-3 капли фильтрата и определяют показатель преломления, отмечая температуру на призмах рефрактометра.

Содержание сахара в процентах (x) рассчитывают по формуле:

$$x = (n_1 - n) 10\,000 \cdot K,$$

где n_1 - показатель преломления испытуемого раствора; n - показатель преломления дистиллированной воды при температуре определения; K - коэффициент пересчета показателя преломления на процентное содержание сахара в исследуемом продукте.

Значение коэффициента K устанавливают экспериментально для группы однородных продуктов следующим образом. Определяют содержание сахара в исследуемом про-

дукте арбитражным методом и параллельно устанавливают показатель преломления водных растворов, полученных при рефрактометрическом методе определения.

Коэффициент К рассчитывают по формуле:

$$K = \frac{G}{(n_1 - n) 10\,000},$$

где n_1 - показатель преломления испытуемого раствора; n - показатель преломления дистиллированной воды при температуре опыта; G - количество сахара в процентах, определенное арбитражным методом.

Показатель преломления дистиллированной воды при различной температуре приведен в табл. 2.

Таблица 2			
Температура, °С	Показатель преломления	Температура, °С	Показатель преломления
15	1,3335	23	1,3327
16	1,3334	24	1,3326
17	1,3333	25	1,3325
18	1,3332	26	1,3324
19	1,3331	27	1,3323
20	1,3330	28	1,3322
21	1,3329	29	1,3321
22	1,3328	30	1,3320

Значения коэффициента К для продуктов разных видов (табл. 3) действительны для навесок, указанных в таблице, при следующих условиях проведения анализа: объем колбы - 100 мл, продолжительность настаивания - 20 мин.

Таблица 3

Продукт	Навеска, г	Осадитель	Величина коэффициента К
Кисели, приготовленные на экстрактах			
всех, кроме яблочного	25	Нет	0,2515
на яблочном экстракте	25	»	0,2550
Муссы, приготовленные на экстрактах			
всех, кроме яблочного	25	»	0,2558
на яблочном экстракте	25	»	0,2570
Желе на различных экстрактах	25	»	0,2649
Крем заварной	20	5 мл 4%-ного CaCl ₂	0,2813
Кексы			
«Московский»	20	Нет	0,1790
«Столичный»	20	»	0,1700
«Домашний»	20	»	0,2457
«Весенний»	20	»	0,2073
Печенье «Листики»	20	»	0,2413
Молочная смесь В	10	0,5 мл 85%-ной уксусной кислоты	0,3478
Молочная смесь Б	10	То же	0,3684
Смесь пряностей			
№ 1 с мускатным орехом	20	Нет	0,2955
№ 1 с кардамоном	20	»	0,2885
№ 2	20	»	0,2910
№ 3	20	»	0,2736
№ 4 с мускатным орехом	20	»	0,2806
№ 4 с кардамоном	20	»	0,2760
№ 5	20	»	0,2880
№ 6	20	»	0,2861

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,
краткое описание лабораторной установки,
протокол измерений и обработку результатов,
анализ полученных результатов,
выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1].

Лабораторная работа № 16

**Определение нитратов в продуктах переработки плодов и овощей
ионометрическим методом**

Тема 2.7 Анализ неорганических продуктов

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы: Определить содержание нитрат-ионов в свежавыжатых и пакетированных соках

Реактивы:

Квасцы алюмокалиевые
Калий азотнокислый
Калий хлористый
Вода для лабораторного анализа
Государственные (межгосударственные) стандартные образцы состава водных растворов нитрат-ионов

Оборудование:

Весы лабораторные
Иономер
Ионоселективный электрод
Электрод сравнения
Гомогенизатор (измельчитель) лабораторный
Магнитная мешалка
Сушильный шкаф
Салфетки из нетканого материала
Салфетки из нетканого материала
Цилиндры мерные
Колбы мерные с пробкой
Воронки лабораторные
Стаканы химические

Задание: Определить содержание нитрат-ионов в свежавыжатых и пакетированных соках

Методика проведения работы:

Метод основан на извлечении нитратов из пробы экстрагирующим раствором алюмокалиевых квасцов, с последующим измерением концентрации нитрат-ионов в полученном растворе с помощью ионоселективного электрода. Неизвестную концентрацию нитратов в пробе рассчитывают путем экстраполяции градуировочной кривой к потенциалу исходного образца методом двойных добавок с градуировкой (или методом Грана).

Отбор проб продуктов переработки фруктов и овощей, соковой продукции производится по [ГОСТ 26313](#) и по нормативным документам государств, принявших стандарт.

В случае, если определение не может быть проведено сразу после отбора проб, их хранят в холодильнике при температуре $(4 \pm 2)^\circ\text{C}$ не более суток.

В настоящее время известно большое число методов количественного определения нитратов и нитритов. Все методы можно классифицировать следующим образом. Гравиметрические методы основаны на взвешивании осаждённых веществ, полученных в ходе определённых реакций. Титриметрические методы основаны на реакциях, протекающих строго стехиометрически и до конца. Фотометрические методы, основанные на измерении поглощения света, то есть оптической плотности, при определённых длинах волн. Электрохимические методы: полярография, кондуктометрия, кулонометрия, хронопотенциометрия и потенциометрия. Спектральные методы, основанные на изучении спектров взаимодействия атомов или молекул с излучением. Газометрические методы, основанные на переводе химически связанного азота соединений в газообразные формы.

Ионометрический метод является наиболее простым и экспрессным. Он позволяет определить различные физико-химические величины и проводить количественный анализ путем измерения электродвижущей силы элемента. Этот метод основан на применении нитрат-селективного электрода, позволяющего быстро и точно проводить анализы вытяжек из свежего и сухого растительного материала.

Этот метод анализа является чувствительным до 5×10^{-5} моль/л нитрат - ионов, экспрессным, простым в аппаратном оформлении, хорошо воспроизводимым.

Метод хорош не только благодаря высокой точности, но и универсальности применения, в том числе и для растительной продукции, имеющей ярко окрашенный сок, мешающий распознаванию нитратов колориметрическими методами.

Сущность метода состоит в извлечении нитратов из анализируемого материала раствором алюмокалиевых квасцов с последующим измерением их концентрации в полученной вытяжке с помощью ионоселективного электрода. Для ускорения анализа вместо вытяжки может быть использован сок анализируемой продукции, разбавленный раствором алюмокалиевых квасцов.

Нижний предел обнаружения нитратов - 6 мг/л анализируемого раствора.

Нитрат-селективный электрод относится к ионоселективным электродам с жидкой мембраной, обладающей свойствами полупроницаемости и повышенной избирательности по отношению к определенному типу ионов. Это свойство позволяет определять активность анализируемого иона по результатам одного измерения, т. е. прямым потенциометрическим методом.

1. Приготовление растворов сравнения для калибровки датчика

калибровочные растворы нитрата калия следующих концентраций:

1 М, 0,1 М, 0,01 М, 0,001М, 0,0001М, 0,00001М

2. Приготовление экстрагирующий раствор (Квасцы алюмокалиевые— 1 % экстрагирующий раствор.

II. Калибровка датчика

III. Подготовка проб и проведение анализа

Анализируемые образцы овощей измельчают на терке до размера частиц не более 1 см. Для растениеводческой продукции, кроме зеленых культур, с целью ускорения и снижения трудоемкости анализа возможно использование для анализа сока. К 10 г полученного сока приливают 50 мл 1%-го раствора алюмокалиевых квасцов и перемешивают в течение 5 минут. В полученном растворе измеряют концентрацию нитрат-ионов (моль/л). Затем рассчитывают содержание нитрат-ионов в анализируемых образцах в мг/кг.

Для исследования образцов соков для детского питания

30, 0 мл сока помещали в стакан, опускали в нее нитрат – селективный и хлорсеребряный электрод, устанавливали на дисплее датчика нитрат-ионов единицу измерения (моль/л) и проводили прямое измерение содержания нитрат – ионов.

Обработка результатов анализа нитратов

Содержание нитрат-ионов в (моль/л) в анализируемых образцах пересчитывали в мг/кг

1. Концентрацию нитрат-ионов вычисляют в граммах по формуле

2. Полученные значения пересчитывают в мг/кг

Например:

$C(\text{NO}_3^-) = 0,0046 \text{ моль/л}$

62 - молярная масса иона нитрата, г;

H — (объем) пробы, взятой для анализа, 10 мл;

V - объем экстрагирующего раствора, 50 мл

При разбавлении вытяжки результат анализа увеличивают во столько раз, во сколько раз была разбавлена вытяжка (в 6 раз).

Количество вещества нитрат-ионов, содержащихся в 60 мл пробы (10 мл сока)

$n(\text{NO}_3^-) = 0,0046 \text{ моль} \cdot 60 \text{ мл} : 1000 \text{ мл} = 0,276 \cdot 10^{-3} \text{ моль}$

Масса нитрат-ионов, содержащихся в 60 мл пробы (10 мл сока)

$m(\text{NO}_3^-) = 0,276 \cdot 10^{-3} \text{ моль} \cdot 62 \text{ г/моль} = 17,11 \cdot 10^{-3} \text{ г} = 17,11 \text{ мг}$

Масса нитрат-ионов, содержащихся в 1 кг сока

$m(\text{NO}_3^-) = 17,11 \text{ мг} \cdot 100 = 1711 \text{ мг}$

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,

краткое описание лабораторной установки,
протокол измерений и обработку результатов,
анализ полученных результатов,
выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1-4].

Лабораторная работа № 17

Анализ лекарственных препаратов рефрактометрическим методом

Тема 2.7 Анализ неорганических продуктов

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы: Определить концентрацию лекарственных препаратов методом рефрактометрии.

Реактивы:

хлорид натрия, х.ч., ГОСТ 4233-77;
вода дистиллированная;

Оборудование:

рефрактометр ИРФ 254 2М;
весы аналитические;
термометр, 0-50; 0-100.
мерные колбы, емкостью 25 см³ – 5 шт;
бюксы;
воронки;
пипетка;
палочки стеклянные, 1 шт;
стаканы химические, емкостью 50 см³.

Задание:

Методика проведения работы:

Сущность метода

Рефрактометрия (от лат. refractus — преломленный) — метод анализа, основанный на измерении показателя преломления. Преломление — изменение прямолинейного распространения света при переходе из одной среды в другую из-за разной скорости распространения в них света

Согласно закону преломления света, отношение синусов углов падения (α) и преломления (β) — величина постоянная, называемая показателем преломления (n) и равен отношению скоростей распространения света в этих средах:

$$n = \sin \alpha / \sin \beta = v_1 / v_2$$

Величина показателя преломления зависит от природы вещества, длины волны света, температуры, при которой проводится измерение и концентрации вещества в растворе. Измерение показателя преломления проводится при длине волны света 589,3 нм (линия D спектра натрия). Обязательным условием определения показателя преломления является соблюдение температурного режима. Обычно определение выполняется при 20±0,30С. При повышении температуры величина показателя преломления уменьшается, при понижении - увеличивается. Поправку рассчитывают по следующей формуле:

$$n_t = n_{20} + (20-t) \cdot 0,0002$$

Показатель преломления, измеренный при 20⁰ С и длине волны света 589,3 нм, обозначается индексом n_{20} .

Рефрактометрия в фармацевтическом анализе широко используется для идентификации лекарственных препаратов, которые по своей природе являются жидкостями, и для количественного определения веществ в растворе, особенно в практике внутриаптечного контроля.

Примечание. При концентрации вещества менее 3 - 4% не рекомендуется использовать метод рефрактометрии.

Проведение определения

Содержание хлорида натрия в растворе рефрактометрическим методом определяют по градуировочному графику, построенному по растворам с известной концентрацией.

Для построения градуировочного графика приготовить растворы хлорида натрия с концентрацией 3,0; 6,0; 9,0 и 12,0 % в мерных колбах емкостью 25 см³. Взвесить рассчитанные количества реактива в бюксе с точностью до 0.01 г и количественно перенести в мерную колбу. Растворить навеску, добавляя дистиллированную воду небольшими порциями. Затем довести объем колбы до метки водой, закрыть пробкой и тщательно перемешать.

Определить коэффициенты преломления каждого раствора не менее трех раз на рефрактометре согласно инструкции к прибору.

После этого аналогично измерить коэффициент преломления исследуемого образца.

Содержание хлорида натрия в исследуемом образце рассчитать двумя способами:

1. По калибровочному графику $n = f(c)$.
2. С помощью фактора F , вычисленному по формуле:

$$F\% = (n\% - n_0)/C\%$$

Расчет концентрации растворов с помощью фактора F осуществляют по формуле (для одного растворенного вещества):

$$C_x = (n_x - n_0)/F_{cp}$$

где n_x — показатель преломления раствора;

n_0 — показатель преломления растворителя;

F_{cp} — фактор прироста показателя преломления, показывающий величину прироста n при увеличении концентрации раствора на 1 %, рассчитывается как среднее арифметическое из 4 полученных значений;

C — концентрация раствора, %.

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,

краткое описание лабораторной установки,

протокол измерений и обработку результатов,

анализ полученных результатов,

выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1,2].

Лабораторная работа № 18

Анализ неорганических реактивов

Тема 2.7 Анализ неорганических продуктов

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы:

Реактивы:

Оборудование:

Задание:

1. Определение катионов аммония

Методика проведения работы:

Опыт 1. Определение катиона аммония.

К 3-4 каплям раствора соли аммония прибавьте 5-6 капель щелочи и слегка нагрейте. Обратите внимание на запах аммиака. Лучше обнаружить аммиак индикаторной бумагой. Для этого полоски влажной лакмусовой (или фенолфталеиновой) бумаги подержите в парах над пробиркой, но не касайтесь внутренней поверхности ее стенок. При этом газообразный аммиак взаимодействует с водой: $\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{NH}_4\text{OH}$

Образующееся основание окрашивает лакмусовую бумагу в синий цвет, фенолфталеиновую - в розовый.

Опыт 2. Удаление иона аммония.

Удаление иона аммония необходимо, так как он мешает обнаружению калия и натрия. 12-15 капель исходного раствора выпарьте в тигле и прокалите до полного разложения солей аммония. Когда же выделение белого "дыма" прекратится, возьмите палочкой крупинку сухого остатка, поместите на фильтровальную бумагу, растворите в капле воды, сделайте пробу на полноту удаления аммония с реактивом Несслера. Если аммоний еще присутствует; продолжайте прокаливать сухой остаток. Добившись полного удаления аммония, обработайте содержимое тигля 6-8 каплями воды. Перенесите раствор в пробирку и используйте его для обнаружения катионов Na^+ и K^+ .

Опыт 3. Обнаружение иона калия. Обнаружению калия больше ничто не мешает. В пробирку с 1-2 каплями раствора прилейте 2-3 капли раствора гексанитрокобальта (III) натрия, дайте постоять. Выделение желтого осадка $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$ говорит о присутствии иона K^+ .

Опыт 4. Обнаружение иона натрия. К 2-3 каплям анализируемого раствора (после удаления из него ионов NH_4^+) прибавьте 2-3 капли раствора гексагидроксостибиата (V) калия $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$ и потрите стеклянной палочкой внутренние стенки пробирки.

Образование белого кристаллического осадка свидетельствует о присутствии катиона Na^+ .

Опыт 5. Проверочные реакции на катионы натрия и калия. Правильность вывода о наличии в растворе этих катионов проверьте по окрашиванию пламени.

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,

краткое описание лабораторной установки,

протокол измерений и обработку результатов,

анализ полученных результатов,

выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1-4].

Лабораторная работа № 19

Анализ продуктов рефрактометрическими методами

Тема 2.7 Анализ неорганических продуктов

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы: определение массовой доли воды в меде натуральном рефрактометрическим методом по ГОСТ 19792-87.

Реактивы:

мед жидкий

Оборудование:

рефрактометр

баня водяная

термометр

пробирки стеклянные

Задание: определить массовую долю воды в меде натуральном рефрактометрическим методом.

Методика проведения работы:

Для проведения испытания используют жидкий мед. В случае если мед закристаллизовался, помещают около 1 см³ меда в пробирку, плотно закрывают резиновой пробкой и нагревают на водяной бане при температуре 60°C до полного растворения кристаллов. Затем пробирку охлаждают до температуры воздуха в лаборатории.

Воду, сконденсировавшуюся на внутренней поверхности стенок пробирки, тщательно перемешивают с массой меда стеклянной палочкой. Перед началом измерений поверхности обеих половинок призмы осторожно протереть мягкой салфеткой или ватой, смоченной диэтиловым эфиром, не нажимая, чтобы не повредить полированную поверхность измерительной призмы. Для определения показателя преломления каплю меда помещают между половинками призмы и плотно сжимают их.

Поворотом зеркала добиваются яркого освещения призмы белым светом. Все поле в окуляре должно быть освещено равномерно.

После этого поворотом призмы добиваются появления темного поля в окуляре что соответствует такому положению призмы, при котором луч света испытывает в нижней половине призмы полное внутреннее отражение от поверхности раздела между призмой и исследуемым веществом. Если граница поля не резкая, окрашенная, то, вращая компенсатор, добиваются резкой границы темного поля.

После этого микрометрическим винтом точно наводят границу темного поля на перекрестие визирных линий.

Значение показателя преломления отсчитывают по шкале, расположенной в окуляре снизу.

Результаты измерений заносят в *табл. 19.1*, отмечая температуру, при которой проведено определение.

Таблица 19.1

Результаты измерения				
№ измерения	Температура, °C	Измеренный показатель преломления	Температурная поправка	Расчетный показатель преломления

--	--	--	--	--

Если определения проводят при температуре ниже или выше 20°C, то вводят поправку на каждый градус Цельсия: для температур выше 20° С прибавляют к показателю преломления 0,00023, для температур ниже 20°C – вычитают из измеренного показателя преломления 0,00023.

Обработка результатов

Полученный показатель преломления меда пересчитывают в массовую долю воды в меде по таблице, заимствованной из ГОСТ197892-87, и делают заключение о соответствии продукта указанному стандарту.

Ход работы

В четырех предварительно пронумерованных и взвешенных стаканчиках или пробирках приготовить навески меда (1 г, точное взвешивание).

Внести в первый стаканчик 0,05 г воды, во второй– 0,10, в третий– 0,15, в четвертый– 0,2 г воды (точное взвешивание).

Тщательно перемешать образец и измерить показатель преломления.

Результаты измерений занести в *табл. 19.2*.

Таблица 19.2

Результаты измерений								
№ про- про- бирки	Вес про- бирки, г	Вес про- бирки с навес- кой, г	Навес- ка, г	Вес про- бирки с навес- ками меда и воды, г	Количе- ство до- бавлен- ной во- ды, г	Сум- марное содер- жание воды, %	Показа- тель пре- ломления	Содер- жание Н ₂ O табл., %

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,

краткое описание лабораторной установки,

протокол измерений и обработку результатов,

анализ полученных результатов,

выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1,2].

Лабораторная работа № 20

Анализ пищевых продуктов фотометрическими методами

Тема 2.7 Анализ неорганических продуктов

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы: овладеть методиками определения влажности кофе и содержания в нем кофеина.

Реактивы:

соляная кислота, х. ч., 3 М раствор;

калия гидроксид, х. ч., 3 М (15 %);

перекись водорода, х. ч., свежеприготовленный 15 % раствор;
хлороформ, х. ч.

Оборудование:

Задание:

- определить влажность кофе (массовую долю воды);
- определить массовую долю кофеина в предложенных образцах кофе и сравнить полученные результаты с требованиями действующего ГОСТа.

Методика проведения работы:

В состав сырого кофе входят алкалоиды, белки, фенольные соединения, моно- и дисахариды, липиды, органические кислоты, аминокислоты, минеральные элементы и ряд других веществ, содержащихся в небольшом количестве. В зернах кофе алкалоиды представлены метилированными производными пурина: кофеином, теобромином и теофиллином, а также тригонеллином.

Кофеин ($C_8H_{10}N_4O_2$) – важнейший алкалоид кофейных зерен, известный под названием 2,6-диокси-1,3,7-триметилпурин. Это вещество без цвета и запаха, в водном растворе дает горький привкус. Кофеин кристаллизуется из водных растворов в виде кристаллогидрата, имеющего форму длинных хрупких шелковистых игл. Безводный кофеин плавится при 236,5 °С, при осторожном нагревании может возгоняться.

Он легко растворяется в хлороформе, метиленхлориде. Водные растворы кофеина имеют нейтральную реакцию, с кислотами он образует соли. Кофеин в сыром кофе находится в свободном и связанном с хлорогеновокислым калием состояниях.

Различные виды кофе характеризуются следующим содержанием кофеина (% в пересчете на сухое вещество):

- арабийский 0,6–1,2 %;
- робуста 1,8–3 %;
- либерийский 1,2–1,5 %;

Количество кофеина в зернах в значительной степени изменяется в зависимости от сорта кофе. Содержание кофеина в зернах играет очень важную роль при оценке качества сырья и установлении технических требований на него.

Помимо кофе кофеин содержится в таких растениях, как чай, мате, гуарана, кола и некоторых других. Он синтезируется растениями для защиты от насекомых, поедающих листья, стебли и зерна, а также для поощрения опылителей.

У животных и человека кофеин стимулирует центральную нервную систему, усиливает сердечную деятельность, ускоряет пульс, вызывает расширение кровеносных сосудов, усиливает мочеотделение.

Принцип метода. Метод основан на гидролитическом окислении кофеина в тетраметилпурпуровую кислоту (ТМПК) и последующем фотометрическом измерении интенсивности окраски ее раствора.

Метод применим при содержании кофеина в растворе от 10 до 30 мкг/мл.

Ход работы

1. *Определение влажности кофе.* Навеску молотого кофе массой 2–3 г, взвешенную с точностью 0,01 г, переносят в предварительно высушенный до постоянной массы бюкс и помещают в сушильный шкаф. Образец высушивают до постоянной массы при температуре 105 °С. Сравнивают массу образца кофе после высушивания и массу, полученную при предварительном взвешивании. Массовую долю влаги в кофе (W , %) рассчитывают по формуле:

$$W = (m_1 - m_2) / m_1 * 100 \%$$

где m_1 – масса кофе до высушивания, г; m_2 – масса кофе после высушивания, г.

2. *Подготовка к проведению анализа.* Навеску массой 2,00 г помещают в стакан, заливают 100 мл кипящей дистиллированной воды и кипятят 5 мин. Полученную суспен-

зию охлаждают до 18–20 °С, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доливают дистиллированной водой до метки. Содержимое колбы взбалтывают и отстаивают 2–3 мин, затем фильтруют. Полученный фильтрат используют для анализа.

3. *Проведение анализа.* Анализ проводят, внося в делительную воронку вместимостью 25 мл последовательно 10–15 мл хлороформа, 2 мл фильтрата и 0,5 мл 15 % раствора гидроксида калия. Воронку закрывают притертой пробкой и проводят экстракцию, осторожно многократно переворачивая содержимое воронки в течение 1 мин. После расслаивания системы нижний хлороформный слой осторожно переносят в выпарительную чашку. Хлороформ отгоняют на водяной бане досуха.

К сухому остатку, содержащему кофеин, прибавляют последовательно 1,0 мл 3 М раствора соляной кислоты, смывая остаток на дно чашки, и 0,2 мл раствора перекиси водорода. Содержимое чашки перемешивают вращательным движением, выдерживают 20 мин при комнатной температуре, затем нагревают на кипящей водяной бане до получения сухого окрашенного остатка ТМПК.

Для приготовления водного раствора ТМПК к сухому остатку, охлажденному до комнатной температуры, в чашку приливают 5–10 мл дистиллированной воды и оставляют до его полного растворения. Полученный раствор пурпурного цвета количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 мл и доводят объем раствора до метки. Оптическую плотность полученного раствора определяют на колориметре, используя кюветы толщиной поглощающего свет слоя 3 см при длине волны 540 нм.

4. *Обработка результатов.* Массовую долю кофеина (X₄, % в пересчете на сухое вещество) вычисляют по формуле:

$$X_4 = \frac{1,03 \cdot C \cdot VV_f \cdot VV}{106 \cdot V_{\text{э}} \cdot m} \cdot \frac{100}{100 - W} \cdot 100 \%,$$

где 1,03 – коэффициент, учитывающий полноту извлечения кофеина хлороформом на первом этапе экстракции; с = 60D – концентрация кофеина в фотометрируемом растворе, мкг/мл; 60 – коэффициент пропорциональной зависимости оптической плотности раствора от его концентрации в растворе; D – оптическая плотность анализируемого раствора ТМПК; V_ф = 25 – объем фотометрируемого раствора ТМПК, получаемый в результате гидролитического окисления кофеина, мл; V = 100 – объем раствора кофе для анализа, мл; 106 – коэффициент перевода 1 мкг в 1 г; V_э – объем раствора кофе, используемый для экстракции, мл; m – масса навески кофе, г; W – массовая доля влаги анализируемой навески кофе, %.

Сравнить полученные результаты с требованиями, предъявляемыми к кофе согласно ГОСТ 6805-2004 «Кофе натуральный жареный. Общие технические условия», и сделать вывод о качестве анализируемых образцов кофе (табл. 10, 11).

ГОСТ 6805-2004. «Кофе натуральный жареный. Общие технические условия».

Настоящий стандарт распространяется на натуральный жареный кофе в зернах и молотый без добавления или с добавлением обжаренного размолотого цикория, предназначенный для приготовления горячего напитка кофе, а также для реализации в торговой сети, системе общественного питания, промышленной переработки и других целей.

В зависимости от ботанических видов, торговых наименований, натуральный жареный кофе вырабатывают:

- в зернах высшего и первого сортов;
- молотый высшего, первого и второго сортов;
- молотый кофе «по-турецки» высшего сорта;
- молотый кофе с цикорием высшего, первого и второго сортов.

Натуральный жареный кофе в зернах высшего и первого сортов вырабатывают из натуральных кофейных зерен высшего сорта ботанического вида Арабика (*Coffea Arabica* Linney) или Робуста (*Coffea Canephora* Pierre).

Натуральный жареный молотый кофе с цикорием высшего сорта вырабатывают из натурального жареного кофе молотого высшего сорта – не менее 60 %, натурального жареного молотого кофе первого сорта – не более 20 % и цикория – не более 20 %. Первого сорта: не более 80 % натурального жареного молотого кофе первого сорта и не более 20 % цикория.

Существует технология, при которой количество кофеина в кофе остается минимальным. Это так называемый кофе без кофеина, однако и он содержит около 3 % этого вещества от начального содержания. Даже в таких напитках содержание кофеина может достигать 13,9 мг. Кофе, полностью лишенного кофеина, не бывает. Считается, что в растворимом кофе кофеина меньше и потому он менее вреден. Это далеко не всегда соответствует истине, и часто чем дороже растворимый кофе, тем больше в нем кофеина.

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,
краткое описание лабораторной установки,
протокол измерений и обработку результатов,
анализ полученных результатов,
выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1-4].

Лабораторная работа № 21

Анализ пищевых продуктов потенциометрическими методами

Тема 2.7 Анализ неорганических продуктов

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы: Ознакомиться с потенциометрическим методом определения титруемой кислотности.

Реактивы:

Натрия гидроокись, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Оборудование:

Анализатор потенциометрический диапазоном измерения 1-14 ед. рН, с погрешностью $\pm 0,02$ ед. рН.

Магнитная мешалка

Термометр жидкостной диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы 2-го класса точности по ГОСТ 27752.

Бюретки 1-1(2)-2-25-0,02 по ГОСТ 29251.

Пипетки 2-2-10 по ГОСТ 29169.

Цилиндры 1-50-1, 1-50-2 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1-50 ТС, В-2-50 ТС, по ГОСТ 25336.

Задание: определить кислотность молочной сыворотки методом потенциометрического титрования.

Методика проведения работы:

Метод основан на нейтрализации кислот, содержащихся в анализируемом продукте, раствором гидроокиси натрия до заранее заданного значения рН и индикации точки

эквивалентности при помощи потенциометрического анализатора с пересчетом на градусы Тернера.

1. Подготовка приборов

Прибор готовят к работе в соответствии с инструкцией. Проверяют правильность показаний прибора по четырем буферным растворам pH 9,18; 6,86; 4,01; 1,65. Если показания отличаются более чем на 0,05 единиц, проводят калибровку согласно инструкции прибора.

Устанавливают время выдержки после окончания титрования, равное 30 с.

2. Проведение измерений

Молоко, сливки, сыворотка молочная, кисломолочные продукты, молочные составные и молокосодержащие продукты на их основе

В стакан вместимостью 50 см³ помещают 10 см³ анализируемой пробы продукта и 30 см³ дистиллированной воды. Смесь тщательно перемешивают на магнитной мешалке.

Комбинированный электрод и термокомпенсатор погружают в стакан со смесью и при постоянном перемешивании титруют раствором гидроксида натрия до точки эквивалентности - жидкие кисломолочные продукты (8,30 ± 0,02) ед. pH.

Раствор щелочи добавляют порциями по 0,5 см³ до pH 7,5 далее по 0,1 см³ до pH 8, 0 и по каплям до точки эквивалентности (8,30 ± 0,02).

После окончания титрования выдержать 30 с, если показания не изменятся, завершить определение.

Пробы анализируют 2 раза при условии повторяемости результатов.

Обработку результатов измерений проводят по пункту 6.5, 8.1 и 9 ГОСТ Р 54669-2011.

3. Обработка результатов измерений

Кислотность анализируемого продукта, °Т (в градусах Тернера), вычисляют умножением объема, в сантиметрах кубических, раствора гидроксида натрия, пошедшего на нейтрализацию определенного объема продукта, на следующие коэффициенты:

10 - для молока питьевого, молочного сырья, продуктов жидких молочных составных, молокосодержащих, сливок, простокваши, ацидофильного молока, кефира, кумыса и других жидких кисломолочных продуктов и продукты на их основе;

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 8.

4. Контроль точности результатов измерений

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения кислотности при Р 0,95 приведены в табл. 21.1

Таблица 21.1

Характеристики погрешности

Наименование продукта	Диапазон измерений °Т	Предел повторности г, °Т	Предел воспроизводимости R, °Т	Границы абсолютной погрешности Δ, °Т
Молоко, сливки, молочные составные и молокосодержащие продукты на их основе	9,0-22,0	1,0	1,2	0,8
Жидкие кисломолочные продукты, молочные составные	60,0-130,0	1,5	1,7	1,2

и молокосодержащие продукты на их основе				
Сыворотка молочная	5,0-100,0	1,5	2,5	1,8
Напитки сывороточные	2,0-20,0	0,9	1,2	0,8
Мороженое	10,0-25,0	1,0	1,2	0,8
Сметана и сметанные продукты	60,0-100,0	2,6	3,3	2,3
Творог и творожные продукты	90,0-250,0	3,3	4,5	3,2

5. Проверка приемлемости результатов измерений

Проверку приемлемости результатов измерений кислотности в исследуемых продуктах, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \leq r,$$

где X_1 , X_2 - значения результатов двух параллельных определений кислотности в исследуемых продуктах, полученные в условиях повторяемости;

r - предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в таблице 1.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (5.2.2).

6. Оформление результатов определения

Результат определения кислотности в исследуемых продуктах представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде

$$X_{\text{ср}} \pm \Delta \text{ при } P 0,95,$$

где $X_{\text{ср}}$ – среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, °Т (или °К);

Δ - границы абсолютной погрешности измерений, °Т.

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

- название и цель лабораторной работы,
- краткое описание лабораторной установки,
- протокол измерений и обработку результатов,
- анализ полученных результатов,
- выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1-4].

Лабораторная работа № 22

Фотометрический метод определения некоторых металлов

Тема 2.8. Анализ металлов и сплавов

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы: ознакомиться с методом фотометрического определения марганца в сталях и определить массовую долю марганца в образце.

Реактивы:

Раствор азотной кислоты (1:1).

Раствор нитрата серебра, 1 %-ный.

Свежеприготовленный раствор персульфата аммония, 20 %-ный.

Раствор серной кислоты (1:1).

Раствор нитрита натрия, 2 %-ный.

Раствор мочевины, 10 %-ный

Смесь кислот (к 700 мл воды приливают 200 мл серной кислоты ($\rho = 1,84$ г/мл), 50 мл фосфорной кислоты и разбавляют водой до 1 л).

Оборудование:

Конические колбы

Стаканы химические

Мерные цилиндры

Электроплита

Фотоколориметр

Задание: определить массовую долю марганца в анализируемой пробе.

Методика проведения работы:

Навеску стали 0,5 г помещают в стакан или коническую колбу вместимостью 200-250 мл, приливают 20 мл смеси кислот и нагревают до полного растворения. Окисляют азотной кислотой и кипятят до удаления оксидов азота. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Отбирают две аликвотные части по 20 мл в конические колбы вместимостью 250 мл, прибавляют в каждую по 10 мл воды, 1 мл раствора нитрата серебра, 5 мл раствора персульфата аммония, нагревают до кипения и кипятят не более минуты.

После охлаждения в колбу с раствором, который должен служить в качестве холостого, прибавляют по каплям раствор нитрита натрия до исчезновения розовой окраски марганцовой кислоты, после чего тотчас же добавляют 5 мл раствора мочевины и взбалтывают.

Затем исследуемый и холостой растворы переливают в две мерные колбы вместимостью 50 или 100 мл, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность исследуемого раствора измеряют на фотоколориметре с зеленым светофильтром относительно раствора холостой пробы в кювете с толщиной слоя 2 или 3 см.

Массовую долю марганца в анализируемой пробе находят, используя метод градуировочного графика или метод стандартов.

Определение по градуировочному графику.

Для построения градуировочного графика берут 0,1, 0,2, 0,3, 0,4 и 0,5 мг марганца, 4 мл смеси кислот, готовят окрашенные растворы, как указано выше, и измеря-

ют оптические плотности стандартных и исследуемых растворов. Массовую долю марганца в исследуемой пробе рассчитывают по формуле:

$$W_{\text{Mn}} = \frac{m_{\text{Mn}} * 100 * V_{\text{общ}}}{m * 1000 * V_{\text{ал.ч.}}}$$

где m_{Mn} – количество марганца в фотометрируемом растворе, мг; m – навеска стали, г; $V_{\text{общ}}$ – объем раствора стали (по методике 100 мл); $V_{\text{ал.ч.}}$ – объем аликвотной части (по методике 20 мл).

Требования к оформлению отчетного материала:

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,
краткое описание лабораторной установки,
протокол измерений и обработку результатов,
анализ полученных результатов,
выводы по лабораторной работе.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1,2].

Приложение А

Министерство науки и высшего образования РФ
ФГБОУ ВО
«Иркутский национальный исследовательский технический университет»
Филиал ФГБОУ ВО ИРНИТУ в г. Усолье-Сибирском

Отчет
по лабораторной работе №
по МДК.02.01 Основы качественного и количественного анализа природных и промышленных материалов

название работы

Проверил:
преподаватель _
« _ » _ 202 г.
Выполнил:
обучающийся группы _
_ Ф.И.О.
« _ » _ 202 г.