

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.04.01 Организация работы по профессии 13321 Лаборант
химического анализа**

Методические указания по выполнению лабораторных работ

Специальность	18.02.12 Технология аналитического контроля химических соединений
Квалификация	Техник
Форма обучения	Очная
Год набора	2021

2022 г.

Методические указания по МДК.04.01 Организация работы по профессии 13321 Лаборант химического анализа 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

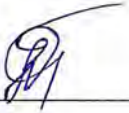
Протокол № 2 от «19» 10 2022 г.

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, ОК и ПК:

ОК 02. Использовать современные средства поиска, анализа и интерпретации информации и информационные технологии для выполнения задач профессиональной деятельности;

ОК 04. Эффективно взаимодействовать и работать в коллективе и команде;

ОК 07. Содействовать сохранению окружающей среды, ресурсосбережению, применять знания об изменении климата, принципы бережливого производства, эффективно действовать в чрезвычайных ситуациях.

ПК 4.1 Производить выбор методов анализа согласно поставленным целям и задачам.

ПК 4.2 Проводить качественные и количественные анализы сырья, материалов и готовой продукции.

ПК 4.3 Проводить математическую обработку результатов анализа.

Код ПК, ОК	Умения	Знания
ОК 04, 07, 02 ПК 4.1 ПК 4.2 ПК 4.3	У 1 - готовить титрованные растворы, применяемые в анализе; У 2 - выполнять средней сложности аналитические и физико-химические анализы по установленным методикам; У 3 - проводить арбитражные анализы простой и средней сложности; У 4 - проводить расчеты и оформлять результаты анализа;	З 1 - основы общей и неорганической, органической, аналитической и физической химии; З 2 - назначение и свойства применяемых реактивов; З 3 - правила сборки лабораторных установок; З 4 - способы определения массы и объема химикатов; З 5 - способы приготовления сложных титрованных растворов; З 6 - правила взвешивания осадков на аналитических весах и проведение необходимых расчетов по результатам анализа; З 7 - правила пользования контрольно-измерительными приборами и весами различных типов; З 8 - технические условия и государственные стандарты на проводимые анализы; З 9 - правила ведения технической документации на выполненные работы; З 10 - методы качественного и количественного анализа природных и промышленных материалов;

Общее количество часов на выполнение лабораторных работ – 42.

Информационное обеспечение обучения

Перечень основной и дополнительной литературы, электронных ресурсов

Основная литература:

1 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:

2 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>

3 Вестник Тверского государственного университета. Серия: Химия. – Тверь : Тверской государственный университет
URL: <https://elibrary.ru/contents.asp?titleid=27628>

4 Universum: Химия и биология : научный журнал. – Москва : Международный центр науки и образования URL: <https://elibrary.ru/contents.asp?titleid=50468>

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

6 семестр				
1	Тема 2. Калибровка мерной посуды	Лабораторная работа № 1. Калибровка мерной колбы. Калибровка пипетки. Калибровка бюретки.	ОК 02,04,07 ПК. 4.1 ПК.4.2 ПК.4.3	6
2	Тема 3. Фотометрические методы определения содержания иона меди в растворе	Лабораторная работа № 2. Фотометрический метод определения содержания иона меди в растворе		6
3	Тема 3. Фотометрические методы определения содержания иона металла в растворе соли	Лабораторная работа № 3. Фотометрический метод определения содержания иона алюминия в растворе		6
4	Тема 4. Кондуктометрический метод определения содержания водорастворимых солей	Лабораторная работа № 4. Кондуктометрический метод определения содержания водорастворимых солей		6
5	Тема 5. Рефрактометрический метод определения концентрации лекарственных препаратов	Лабораторная работа № 5. Определение содержания хлорида натрия и глюкозы в фармацевтических препаратах методом рефрактометрии		6
6	Тема 6. Титриметрический метод определения ионов	Лабораторная работа № 6. Титриметрические методы определения ионов отдельных металлов и нескольких ионов при совместном присутствии		6
7	Тема 7. Потенциометрический метод определения кислотности	Лабораторная работа № 7. Потенциометрический метод определения кислотности молока		6
ИТОГО, из них на практическую подготовку				42 42

Лабораторная работа № 1

Калибровка мерной колбы. Калибровка пипетки. Калибровка бюретки

Тема 2. Калибровка мерной посуды

Количество часов на выполнение: 6 часов

Цель работы: Определить истинную вместимость мерной посуды.

Реактивы: дистиллированная вода

Оборудование: мерная колба, пипетка, бюретка, лабораторные весы, термометр, химические стаканы, часовые стекла.

Задание: провести калибрование мерной колбы, пипетки, бюретки.

Методика проведения работы:

Калибрование мерной колбы

1. Мерную колбу тщательно моют, затем сушат.
2. Остывшую до температуры лаборатории колбу взвешивают на весах и записывают ее массу m .
3. Наполняют ее дистиллированной водой до метки. Помещают колбу с водой на чашку весов и взвешивают; записывают массу m_1 и температуру воды. По разности ($m_1 - m$) определяют массу воды, находящейся в колбе.
4. Снимают колбу с чашки весов, отливают некоторый объем воды и снова доводят ее уровень до метки. Еще раз взвешивают колбу с водой (m_2) и снова находят массу воды ($m_2 - m$) и записывают ее температуру.
5. Все операции повторяют еще раз, чтобы получить 2-3 результата взвешивания, отличающихся друг от друга не более чем на 0,1 г для колбы вместимостью 100 мл, 0,05 г - для колбы вместимостью 50 мл, 0,03 г - для 25 мл и т.д.
6. Данные заносят в *табл. 1.1* и вычисляют объем калибруемой мерной колбы V_K как среднее из двух-трех сходящихся результатов, округляя его до сотых долей миллилитра.

Таблица 1.1

Результаты калибрования мерной колбы

Масса колбы с водой, m_1 , г	Масса пустой колбы, m , г	Масса воды, содержащейся в колбе, $m_1 - m$, г	Температура воды, $^{\circ}\text{C}$	Плотность воды, ρ , г/мл	Объем колбы, $(m_1 - m) / \rho$	Среднее значение фактического объема колбы, $V_{\text{к.ф.}}$, мл

7. Рассчитать погрешность:

$$\Delta = \frac{V_N - V_{\text{ф}}}{V_N} * 100\%$$

где V_N – номинальный объем колбы; $V_{\text{ф}}$ – фактический объем колбы.

Калибрование пипетки

1. Пипетку хорошо моют и сушат.
2. На лабораторных весах взвешивают стакан. Записывают его массу m и снимают с весов.
3. Набирают в пипетку до метки дистиллированную воду (записав ее температуру), соблюдая все правила работы, и переносят ее во взвешенный стакан. Взвешивают стакан с водой (m_1); по разности ($m_1 - m$) находят массу воды, содержащейся в пипетке. Снимают стакан с весов, не выливая содержащуюся в ней воду.

4. Еще раз набирают в пипетку воду и выливают ее в тот же стакан. Снова взвешивают, записывая массу m_2 , и по разности $(m_2 - m_1)$ снова находят массу воды, соответствующую объему одной пипетки.

5. Отбор и взвешивание воды, содержащейся в пипетке, ведут до тех пор, пока не получат 2-3 результата, различающихся между собой не более чем на 0,02 г для пипетки вместимостью 20 мл, 0,05 г - для пипетки вместимостью 50 мл и т.д.

6. Данные заносят в *табл.1.2* и вычисляют объем воды в калибруемой пипетке V_n , округляя результат до сотых долей миллилитра.

7. Рассчитать погрешность:

$$\Delta = \frac{V_n - V_{\phi}}{V_n} * 100\%$$

где V_n – номинальный объем пипетки; V_{ϕ} – фактический объем пипетки.

Таблица 1.2

Результаты калибрования пипетки

Масса стакана с водой, m_1 , г	Масса пустого стакана, m , г	Масса воды, содержащейся в стакане, $m_1 - m$, г	Температура воды, $^{\circ}\text{C}$	Плотность воды, ρ , г/мл	Объем пипетки, $(m_1 - m) / \rho$	Среднее значение фактического объема пипетки, $V_{п.ф.}$, мл

Калибрование бюретки

Калибровку бюретки вместимостью 25 см³ проводят на «выливание» массовым методом

Для калибровки применяют дистиллированную воду известной температуры.

1. Подготовка бюретки к калибровке

- Тщательно вымыть
- Смочить дистиллированной водой
- Промаркировать

2. Установить бюретку вертикально и зажать лапкой посередине.

3. Под сливное устройство поместить стакан.

4. Для заполнения бюретки водой использовать воронку, которая должна своим концом касаться внутренней стенки бюретки.

5. Наполнить бюретку водой комнатной температуры. Образующиеся на поверхности воды пузырьки воздуха удаляют постукиванием по бюретке.

6. Вытеснить лишний воздух (освободиться от пузырьков). Для этого приподнять конец резиновой трубки и полной струей вытеснить воздух из бюретки.

7. Заполнить бюретку водой примерно на 10 мм выше нулевой отметки и довести уровень воды до нулевой отметки, чтобы нижний край мениска касался ее. Определить вместимость стеклянных мер не менее двух раз.

8. Для каждого определения использовать 5 стаканов, покрытых часовыми стеклами. Их необходимо предварительно взвесить на аналитических весах (вместе со стеклами) и результат записать с точностью до третьего знака после запятой.
9. Слить 5 см³ воды из бюретки в первый стакан в течение примерно 30 секунд.
10. Закрыть стакан часовым стеклом и взвесить.
11. Вновь заполнить бюретку до нулевой отметки и слить 10 см³ воды из бюретки во второй стакан, закрыть часовым стеклом и взвесить.
12. Операцию повторить, пока не будет слито 25 см³ воды из бюретки в последний пятый стакан.
13. Измерить температуру воды, чтобы термометр не касался стенок сосуда.
14. Провести расчеты для каждого объема по формулам.

Вместимость бюретки:

$$V_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = (m \text{ стакана с водой} - m \text{ стакана}) \cdot Z$$

m воды среднее = m стакана с водой — m стакана

Z — поправочный коэффициент, значение которого приведено в таблице

Поправка объема бюретки (ΔV):

$$\Delta V = V_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} - V_{\text{ном}}$$

$V_{\text{ном}}$ — номинальный объем интервала бюретки, см³

15. Построить график зависимости поправок от номинального объема.

Требования к оформлению отчетного материала: в отчете отразить все полученные результаты, сделать вывод.

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1-4].

Лабораторная работа № 2

Фотометрический метод определения содержания иона меди в растворе

Тема 3. Фотометрические методы определения содержания иона металла в растворе соли

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы: Научиться определять содержание иона меди в анализируемом растворе согласно ГОСТ 4388-72. Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации меди.

Реактивы:

Аммиак водный по ГОСТ 3760, 25%-ный раствор.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845.

Медь сернокислая ГСО по ГОСТ 4165.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864.

Оборудование:

Фотозлектроколориметр различных марок.

Кюветы с толщиной слоя 50 мм.

Пипетки градуированные ГОСТ 29227, вместимостью 10 см³

Пипетки Мора ГОСТ 29227, вместимостью 50 см³

Колбы мерные ГОСТ 29227, вместимостью 100 см³, 50 см³

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 10 см³, 100 см³

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336.

Задание:

1. Провести приготовление рабочего стандартного раствора;
2. Провести приготовление градуировочных растворов;
3. Осуществить выбор оптимальной длины волны;
4. Провести градуировку прибора;
5. Провести анализ проб;
6. Оформить протокол испытания.

Методика проведения работы:***Подготовка к проведению измерений******1. Приготовление 0,1%-ного раствора диэтилдитиокарбамата натрия.***

1 г диэтилдитиокарбамата натрия растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, фильтруют и доводят объем раствора до 1 дм³ дистиллированной водой. Хранят в склянке из темного стекла в темном месте.

2. Приготовление водного раствора аммиака

Раствор готовят разбавлением 25%-ного раствора аммиака дистиллированной водой в соотношении 1:4.

3. Приготовление раствора калия-натрия виннокислого (сегнетовой соли)

50 г сегнетовой соли $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 50 см³ дистиллированной воды.

4. Приготовление основного стандартного раствора сернокислой меди (100 мг/дм³)

25,00 см³ стандартного раствора ГСО с концентрацией 1 г/ дм³ разбавляют в мерной колбе объемом 250,00 см³.

5. Приготовление 0,25%-ного раствора крахмала

0,25 г крахмала растворяют в теплой воде. 100 см³ воды отмеряют цилиндром.

6. Приготовление рабочего стандартного раствора сернокислой меди

Рабочий раствор готовят разбавлением основного раствора в 10 раз водой. 10 см³ раствора с концентрацией 100 мг/ дм³ вносят в мерную колбу объемом 100 см³ и доводят до метки. Применяют свежеприготовленный раствор.

7. Приготовление градуировочных растворов для определения меди

В семь мерных колб объемом 100,0 см³ вносят 0,0; 0,4; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 7,0 см³ раствора меди с массовой концентрацией 10 мг/дм³. Затем последовательно прибавляют 50 см³ дистиллированной воды, 2-4 капли соляной кислоты 1:1, 2 см³ раствора сегнетовой соли, 10 см³ раствора аммиака, 2 см³ раствора крахмала и 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия. После добавления каждого реактива производят перемешивание, доводят раствор до метки дистиллированной водой, выдерживают 10 минут.

Массовая концентрация меди в полученных градуировочных растворах составляет 0,04; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,7 мг/дм³, соответственно.

Раствор, не содержащий медь, является раствором сравнения для градуировки, в соответствии с руководством по эксплуатации прибора и компьютерной обработке информации. Растворы устойчивы в течение одного часа. Готовят не менее двух серий стандартных растворов.

Выбор оптимальной длины волны

Раствор с максимальной концентрацией фотометрируют относительно раствора сравнения при длинах волн от 370 нм до 580 нм поочередно с шагом 30 нм. Строят кривую светопоглощения. Выбирают длину волны, соответствующую наибольшему значению оптической плотности исследуемого раствора.

Градуировка прибора

Измерения проводят в соответствии с руководством по эксплуатации прибора при выбранной длине волны, толщине кюветы 50 мм. Выдерживают градуировочные растворы и раствор сравнения для градуировки не менее 10 минут после их приготовления. В каждой серии измеряют значение оптической плотности градуировочных растворов два раза (в порядке возрастания массовой концентрации меди).

Порядок проведения измерений анализируемой пробы воды

Анализируют не менее двух параллельных аликвотных порций. В мерную колбу вместимостью 100,00 см³ вносят 50,00 см³ пробы анализируемой воды, 2-4 капли соляной кислоты 1:1, 2 см³ раствора сегнетовой соли, 10 см³ раствора аммиака, 2 см³ раствора крахмала и 10 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия. После добавления каждого реактива производят перемешивание, доводят раствор до метки дистиллированной водой, выдерживают не менее 10 минут. По истечении 10 минут измеряют оптическую плотность (А) отобранной пробы анализируемой воды по два раза при выбранной длине волны, используя холостую пробу в качестве образца сравнения, в кюветах с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию меди в пробе анализируемой воды определяют по формуле $X = C \cdot 100 / V$, где С - концентрация меди, найденная по градуировочному графику или по результатам обработки методом математической статистики, мг/дм³; V – объем пробы, взятый для определения, см³.

Приемлемость результатов измерений

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения (сходимость) между которыми не должны превышать $\pm 25\%$. Результат округляют до второго десятичного знака. Фактическое относительное расхождение результатов (А) в процентах вычисляют по формуле

$$A = 2(X_1 - X_2) / (X_1 + X_2) \cdot 100\%,$$

где X₁ - больший результат из двух параллельных определений; X₂ - меньший результат из двух параллельных определений. Суммарная относительная погрешность ($\Delta_{\text{отн}}$) определения меди не превышает $\pm 25\%$ при доверительной вероятности 0,95.

Оформление результатов измерений

Результат измерений представить в виде $\bar{X} \pm \Delta$, мг/дм³ при доверительной вероятности P = 0,95.

Требования к оформлению отчетного материала: Отчет оформить в соответствии с Протоколом анализа 2 (см. прил. А).

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1-4]

Лабораторная работа № 3

Фотометрический метод определения содержания иона алюминия в растворе

Тема 3. Фотометрические методы определения содержания иона металла в растворе соли

Количество часов на выполнение: 6 часов

Цель работы: Научиться определять содержание алюминия в растворе фотометрическим методом согласно ГОСТ 18165-2014 Вода. Методы определения содержания алюминия.

Реактивы:

Кислота аскорбиновая фармакопейная

Ацетатно-буферная смесь концентрированная

Алюминон с массовой концентрацией 2 г/дм^3

Аммоний сернокислый, с массовой долей 33,3%

Кислота соляная с массовой долей 0,3%

Оборудование:

Колбы конические вместимостью 250 см^3

Спектрофотометры различных марок.

Кюветы с толщиной слоя 30-50 мм.

рН-метр любого типа, обеспечивающий измерение рН с допускаемой абсолютной погрешностью $\pm 0,05$ единиц рН

Межгосударственный стандартный образец состава водных растворов ионов алюминия (ГСО) массовой концентрации 1 г/дм^3

Пипетки градуированные, вместимостью $1, 2, 5, 10 \text{ см}^3$

Пипетки Мора, вместимостью $10, 25 \text{ см}^3$

Колбы мерные, вместимостью 50 см^3

Цилиндры мерные, вместимостью $10, 25, 100 \text{ см}^3$

Стаканы стеклянные лабораторные по $50, 100, 200, 500 \text{ см}^3$.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента»

Задание:

1. Провести приготовление рабочего стандартного раствора;
2. Провести приготовление градуировочных растворов;
3. Осуществить выбор оптимальной длины волны;
4. Провести градуировку прибора;
5. Провести анализ проб;
6. Оформить протокол испытания.

Методика проведения работы:

Подготовка к проведению измерений

Разбавление и проверка ацетатной буферной смеси (готовится препараторм)

Рассчитывают необходимое количество и готовят разбавлением концентрированного ацетатного буферного раствора в 10 раз: например в мерную колбу вместимостью $100,00 \text{ см}^3$ вносят $10,00 \text{ см}^3$ концентрированного ацетатного буферного раствора и доводят до метки дистиллированной водой. Контролируют рН раствора и при необходимости доводят значение рН до $(4,9 \pm 0,1)$, прибавляя небольшими порциями раствор гидроокиси натрия или уксусную кислоту.

Приготовление реакционной смеси. (готовится препараторм)

Смешивают в соотношении 1:2:22 объемные части раствора сульфата аммония, алюминона и разбавленного ацетатного буферного раствора. Срок хранения раствора в темной закрытой ёмкости – не более 1 месяца.

В день анализа в необходимом объеме реакционной смеси растворяют аскорбиновую кислоту из расчета 30 мг на 25,00 см³ смеси.

Например: для приготовления 250,00 см³ реакционной смеси берут 10,00 см³ раствора сульфата аммония, 20,00 см³ раствора алюминона, 220,00 см³ разбавленного ацетатного буферного раствора и 300 мг аскорбиновой кислоты.

Приготовление исходного раствора алюминия массовой концентрации 10 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят пипеткой 1 см³ (ГСО) раствора ионов алюминия 1г/дм³ и доводят до метки раствором соляной кислоты 0,3%.

В мерные колбы объемом 100 см³ вносят 0,0; 1,4 см³ раствора алюминия с массовой концентрацией 10 мг/ дм³. Затем последовательно прибавляют 20 см³ соляной кислоты 0,3%, 25,00 см³ реакционной смеси. После добавления каждого реактива производят перемешивание, доводят растворы до метки соляной кислотой, выдерживают 25-30 минут.

Раствор, не содержащий алюминия является раствором сравнения. Массовая концентрация алюминия в полученных растворах составляет: 0,00; 0,56 мг/дм³ соответственно.

Приготовление градуировочных растворов и выбор оптимальной длины волны для определения алюминия

В десять мерных колб объемом 50 см³ вносят 0,0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,5; 0,7; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; раствора алюминия с массовой концентрацией 10 мг/ дм³. Затем последовательно прибавляют 20 см³ соляной кислоты, приливают 25,00 см³ реакционной смеси. После добавления каждого реактива производят перемешивание, доводят раствор до метки соляной кислотой, выдерживают 25-30 минут.

Массовая концентрация алюминия в полученных градуировочных растворах составляет: 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 7,0; 8,0; 10,0; 12,0 и 14,0 мг алюминия или в расчете на 25 см³ анализируемой пробы 0; 0,04; 0,08; 0,16; 0,20; 0,28; 0,32; 0,40; 0,48; 0,56 мг/дм³ алюминия соответственно.

Раствор, не содержащий алюминия, является холостой пробой для градуировки и определения оптимальной длины волны.

Выбор оптимальной длины волны

с раствором, содержащем 0,56 мг/дм³ алюминия. Его фотометрируют относительно раствора сравнения при длинах волн от 370 до 580 нм поочередно с шагом 30 нм в кювете 50 мм. Выбирают длину волны, соответствующую наибольшему значению оптической плотности исследуемого раствора. Если оптическая плотность раствора больше единицы, уменьшают толщину кюветы до 30 мм.

Все дальнейшие измерения проводят при выбранной длине волны и выбранной кювете.

В градуировочных растворах измеряют значение оптической плотности два раза (в порядке возрастания массовой концентрации алюминия) относительно холостой пробы.

Растворы устойчивы в течение одного часа.

Порядок проведения измерений анализируемой пробы воды

Анализируют две параллельные аликвотные порции.

В коническую колбу вместимостью 50,00 см³ вносят 25,00 см³ пробы анализируемой воды, приливают 25,00 см³ реакционной смеси перемешивают.

Измеряют оптическую плотность подготовленной пробы и подготовленной холостой пробы, как при градуировке прибора через 25-30 минут после добавления реакционной смеси.

Обработка результатов измерений

Строят график зависимости оптической плотности от концентрации для каждой серии калибровочных растворов в программе Microsoft Excel и рассчитывают концентрацию Al в пробе.

Приемлемость результатов измерений

За результат измерений массовой концентрации алюминия принимают среднее арифметическое значение результатов измерений X_1 и X_2 , полученных в условия повторяемости, при выполнении условия

$$200|X_1 - X_2| \leq r(X_1 + X_2)$$

где r - значение предела повторяемости по табл. 3.1

X_1 - больший результат из двух параллельных определений;

X_2 - меньший результат из двух параллельных определений.

Оформление результатов измерений

Результат измерений представить в виде

$$\bar{x} \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 \text{ при доверительной вероятности } P=0,95$$

где Δ – границы доверительного интервала абсолютной погрешности измерений массовой концентрации алюминия при доверительной вероятности $P = 0,95$, мг/дм³, рассчитываемые по формуле

$$\Delta = 0,01 * \delta * \bar{x}$$

где δ – границы доверительного интервала относительной погрешности измерений массовой концентрации алюминия по табл. 3.1, %;

$\bar{x}$ – среднее значение концентрации

Абсолютное значение характеристики погрешности измерений представляют двумя значащими цифрами, если первая цифра не превышает трех. В остальных случаях оставляют одну значащую цифру.

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и абсолютное значение характеристики погрешности измерений, с указанием единиц измерения.

Таблица 3.1

Данные для оформления результата измерений

Диапазон измерений массовой концентрации алюми-	Предел повторяемости (относительное значение до-	Предел воспроизводимости (относительное значение	Показатель точности (границы относительной погреш-

ния, мг/дм ³	пускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях повторяемости при $P=0,95$) $r, \%$	допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученных в условиях воспроизводимости при $P=0,95$) $R, \%$	$\pm \delta, \%$
Св. 0,15 до 0,56 включ.	20	28	20

Требования к оформлению отчетного материала: Отчет оформить в соответствии с Протоколом анализа 4 (см. прил. А).

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1-4].

Лабораторная работа № 4

Кондуктометрический метод определения содержания водорастворимых солей

Тема 4. Кондуктометрический метод определения содержания водорастворимых солей

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы: Научиться определять содержание водорастворимых солей в торфяной продукции по ГОСТ 27894.9-88 (методика 6).

Реактивы:

Калий хлористый по ГОСТ 4234.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Образцовый раствор калия хлористого.

Оборудование:

Весы лабораторные

Кондуктометр

Задание:

1. Провести калибровку кондуктометра;
2. Провести подготовку пробы;
3. Провести анализ пробы кондуктометрическим методом;
4. Провести анализ и обработку результатов анализа

Методика проведения работы:

Подготовка к испытанию

1. Приготовление образцового раствора калия хлористого (KCl) с массовой концентрацией 1 г/дм³

Навеску массой $(1,0000 \pm 0,0002)$ г калия хлористого, прокаленного до постоянной массы при температуре 500 °С, помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем колбы до метки водой. В 1 см³ образцового раствора содержится 1 мг KCl.

2. Приготовление шкалы образцовых растворов и построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см³ отмеряют из бюретки возрастающие объемы образцового раствора хлористого калия, указанные в *табл.4.1*, доводят объем колбы до метки дистиллированной водой и перемешивают. Получают шкалу образцовых растворов.

При каждом проведении испытания прежде всего получают данные для построения градуировочного графика. Для этого переливают содержимое мерных колб с образцовыми растворами в стаканчики вместимостью 100 см³ и последовательно, в порядке возрастания концентрации, измеряют электропроводность растворов. Измерения с каждым раствором повторяют не менее трех раз, записывая максимальные показания прибора. После каждого определения датчик промывают дистиллированной водой.

На основании показаний прибора строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию образцовых растворов хлористого калия в г/дм³, а по оси ординат - соответствующие им показания кондуктометра. Градуировочный график периодически проверяют по трем точкам.

Таблица 4.1

Объемы образцового раствора хлористого калия

Показатель	Номер мерной колбы вместимостью 100 см ³										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Объем образцового раствора KCl, см ³	1	2	3	4	5	10	20	40	60	80	100
Массовая концентрация KCl в колбе вместимостью 100 см ³ , г/дм ³	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,01	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0

Проведение испытания

С помощью мерной емкости отбирают 80 см³ торфа или торфяной продукции, помещают в колбу вместимостью 750 см³, приливают 400 см³ дистиллированной воды, взбалтывают на ротаторе в течение 2 ч или настаивают 18 - 20 ч. Фильтруют через беззольный фильтр. Полученный фильтрат используют для определения электропроводности. Используемый фильтрат наливают в стаканчики и определяют его электропроводность. По градуировочному графику определяют содержание водорастворимых солей в испытуемых фильтратах. При смене растворов датчики промывают дистиллированной водой.

Обработка результатов

1. Массовую концентрацию водорастворимых солей (X) в г/дм³ торфа или торфяной продукции вычисляют по формуле:

$$X = C \cdot 1000 / V$$

где С - массовая концентрация водорастворимых солей в торфе или торфяной продукции, соответствующая на градуировочном графике отсчету на кондуктометре, г/дм³ ;

V - объем торфяной продукции, взятый для определения концентрации водорастворимых солей, см³ .

2. Массу водорастворимых солей (X1) в граммах на 100 г сухого торфа или торфяной продукции вычисляют по формуле:

$$X1 = X \cdot 100 \cdot 100 / \rho \cdot (100 - W)$$

где W - влага торфа или торфяной продукции, %; ρ - плотность торфа или торфяной продукции при фактической влаге, г/дм³ .

3. Абсолютное допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений при доверительной вероятности Р = 0,95 не должно превышать значений, указанных в табл. 4.2.

Таблица 4.2

Массовая концентрация водорастворимых солей, г/дм ³	Абсолютное допускаемое расхождение	
	в одной лаборатории (по одной пробе)	в разных лабораториях (по дубликатам одной лабораторной пробы)
Менее 1,00	0,10	0,15
от 1,00 до 3,00	0,15	0,22
свыше 3,00	0,20	0,35

Требования к оформлению отчетного материала: Отчет оформить в соответствии с Протоколом анализа 4 (см. прил. А).

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1-4].

Лабораторная работа № 5

Анализ лекарственных препаратов рефрактометрическим методом

Тема 5. Рефрактометрический метод определения концентрации лекарственных препаратов

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы:

Реактивы:

хлорид натрия, х.ч., ГОСТ 4233-77;

вода дистиллированная;

исследуемый лекарственный препарат - раствор хлорида натрия, аптечного производства.

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.

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 оформить в соответствии с Протоколом анализа 5 (см. прил. А).

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1-4].

Лабораторная работа № 6

Титриметрические методы определения ионов отдельных металлов и нескольких ионов при совместном присутствии

Тема 6. Титриметрический метод определения ионов

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы: Определить содержание ионов 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:

1. Провести стандартизацию раствора трилона Б.
2. Определить совместное присутствие ионов кальция и магния.
3. Оформить результаты анализа.

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 сходимых результатов, берут среднее значение и рассчитывают нормальность раствора трилона Б и поправочный коэффициент:

$$C_n(\text{Тр.Б. практ.}) \cdot V(\text{Тр.Б.}) = C_n(MgSO_4) \cdot V(MgSO_4)$$

$$C_n(\text{Тр.Б. практ.}) = C_n(MgSO_4) \cdot V(MgSO_4) / V(\text{Тр.Б.})$$

$$K = C_n \text{ практ.} / C_n \text{ теор.} = T_{\text{практ.}} / T_{\text{теор.}}$$

где $C_n(\text{Тр.Б.})$ – концентрация стандартного раствора трилона Б, моль/л;

$V(\text{Тр.Б.})$ – объем стандартного раствора трилона Б, мл;

$C_n(MgSO_4)$ – концентрация стандартного раствора $MgSO_4$, моль/л;

$V(MgSO_4)$ – 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:

$$m(\text{Ca}) = K \cdot T_{\text{тр.Б/Са}} \cdot V1_{\text{тр.Б}},$$

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

$V1_{\text{тр.Б}}$ – объем трилона Б, пошедшего на титрование, мл.

2. *Определение присутствия 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 ($V2$). 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:

$$m(\text{Mg}) = K \cdot T_{\text{тр. Б / Mg}} \cdot (V2 - V1)_{\text{тр. Б}},$$

где $T_{\text{тр. Б / Mg}} = 0,001215$ г/мл – титр трилона Б по магнию;

$V1$ - объем трилона Б, пошедший на титрование с мурексидом, мл.

$V2$ – объем трилона Б, пошедший на титрование с эриохромом черным, мл

Оформить результаты анализа.

Требования к оформлению отчетного материала: Отчет оформить в соответствии с Протоколом анализа 6 (см. прил. А).

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1-4].

Лабораторная работа № 7

Потенциометрический метод определения кислотности молока

Тема 7. Потенциометрический метод определения кислотности

Количество часов на выполнение: 6 часов.

Цель работы: Определить кислотность молока потенциометрическим методом согласно ГОСТ Р 54669-2011. Молоко и продукты переработки молока. Методы определения 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:

1. Подготовить приборы
2. Провести измерения
3. Обработать результаты измерений.
4. Провести контроль точности результатов измерений.

Методика проведения работы:

Подготовка приборов

Прибор готовят к работе в соответствии с инструкцией. Проверяют правильность показаний прибора по четырем буферным растворам рН 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.

Проведение измерений

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

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

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

3. Раствор щелочи добавляют порциями по 0,5 см³ до рН 7,5 далее по 0,1 см³ до рН 8, 0 и по каплям до точки эквивалентности ($8,30 \pm 0,02$).

4. 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

Обработка результатов измерений

Кислотность анализируемого продукта, °Т (в градусах Тернера), вычисляют умножением объема, в сантиметрах кубических, раствора гидроокиси 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.

Контроль точности результатов измерений

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения кислотности при Р 0,95 приведены в табл. 7.1.

Таблица 7.1

Данные для вывода о приемлимости результатов

Наименование продукта	Диапазон измерений °T	Предел повторяемости r, °T	Предел воспроизводимости R, °T	Границы абсолютной погрешности Δ, °T
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 и молокосодержащие продукты на их основе	60,0-130,0	1,5	1,7	1,2
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

Проверка приемлемости результатов измерений

Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

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 *табл. 7.1*.

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 (пункт 5.2.2).

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 (*табл. 7.1*).

Требования к оформлению отчетного материала: Отчет оформить в соответствии с Протоколом анализа 7 (см. прил. А).

Форма контроля: индивидуальное собеседование по отчету.

Ссылки на источники: [1-4]

Приложение А

Протокол анализа 2

Методика анализа_

Объект анализа_

Подготовка к анализу (расчеты, связанные с приготовлением растворов):

1. Приготовление 200 см³ 0,1%-ного раствора диэтилдитиокарбамата натрия_

2. Приготовление 250 см³ водного раствора аммиака 1:4_

Выбор оптимальной длины волны

λ									
A									

Закл^ючение о выборе длины вол-
ны_

Обработка результатов измерений

V1 = __

V2 = _____

C1 = _

C2 =

X1 =

X2 = _

Фактическое относительное расхождение результатов анализа:

A = _

Закл^ючение о приемлемости результа-
тов_

X_{ср} = _____

Расчет абсолютной погрешности:

□ = _

Результат анализа_
за_

Протокол анализа 3

Методика анализа_

Объект анализа_

Подготовка к анализу (расчеты, связанные с приготовлением растворов):

Выбор оптимальной длины волны

λ									
A									

Закл^ючение о выборе длины вол-
ны_

Обработка результатов измерений

Фактическое относительное расхождение результатов анализа:

Заключение	о	приемлемости	результатов_
------------	---	--------------	--------------

$\bar{X}_{\text{ср}} =$ _____

Расчет _____ абсолютной _____ погрешности:

Результат анализа

Протокол анализа 4

Методика анализа_

Объект анализа_

Подготовка к анализу (расчеты, связанные с приготовлением растворов):

1. _____

2. _____

Обработка результатов измерений

Фактическое относительное расхождение результатов анализа:

Заклучение о приемлемости результа-
тов_

$X_{\text{ср}} =$ _____

Расчет абсолютной погрешности:

Результат анали-
за_

Протокол анализа 5

1 Приборы и реактивы

2 Алгоритм испытания

3 Обработка результатов испытаний

3.1 Определение содержания хлорида натрия в растворе

Содержание хлорида натрия в растворе рефрактометрическим методом определяют по градуировочному графику, построенному по растворам с известной концентрацией используя стандартную компьютерную программу Microsoft Excel..

Из графика необходимо найти концентрацию исследуемого раствора. График приложить к протоколу испытаний.

3.3 Определение содержания хлорида натрия в растворе с помощью фактора F, найденному для хлорида натрия с концентрацией 10 % при помощи рефрактометрических таблиц.

Расчет концентрации раствора с помощью фактора F осуществляют по формуле:

$$C_x = (n_x - n_0)/F$$

где n_x — показатель преломления раствора;
 n_0 — показатель преломления растворителя;
F — фактор показателя преломления;
 C_x — концентрация раствора, %.

Все определения проводятся для среднего значения, найденного путем проведения трех параллельных измерений.

Допускаемые отклонения в концентрациях лекарственных средств:

— при содержании лекарственного вещества до 20 % — не более ± 2 % от обозначенной концентрации

— при содержании лекарственного вещества свыше 20 % — не более ± 1 % от обозначенной концентрации

4 Вывод

Протокол анализа 6

1 Приборы и реактивы

2 Алгоритм испытания

3 Обработка результатов испытаний

3.1 Определение поправочного коэффициента по формуле:

$$C_{\text{н(Тр.Б. практ.)}} \cdot V_{\text{(Тр.Б)}} = C_{\text{н(MgSO}_4\text{)}} \cdot V_{\text{(MgSO}_4\text{)}}$$

$$C_{\text{н(Тр.Б. практ.)}} = C_{\text{н(MgSO}_4\text{)}} \cdot V_{\text{(MgSO}_4\text{)}} / V_{\text{(Тр.Б)}}$$

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

где $C_{\text{н(Тр.Б)}}$ — концентрация стандартного раствора трилона Б, моль/л;

$V_{\text{(Тр.Б)}}$ — объем стандартного раствора трилона Б, мл;

$C_{n(\text{MgSO}_4)}$ – концентрация стандартного раствора MgSO_4 , моль/л;

$V_{(\text{MgSO}_4)}$ – объем стандартного раствора MgSO_4 , мл;

K – поправочный коэффициент к раствору трилона Б.

3.2 Массовую долю ионов магния (Mg^{2+}), %, в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{KK \cdot VV \cdot 0,0006078 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 10},$$

где: K – поправочный коэффициент раствора 0,05 моль/дм³ трилона Б;

V – объем раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование ионов магния, см³;

0,0006078 – масса магния в граммах, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б молярной концентрации точно 0,05 моль/дм³, г/см³;

m – навеска хлористого магния, г.

3.3 Массовую долю $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, %, в процентах вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{KK \cdot VV \cdot 0,0050825 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 10},$$

где: K – поправочный коэффициент раствора 0,05 моль/дм³ трилона Б;

V – объем раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование ионов магния, см³;

0,0050825 – масса $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ в граммах, соответствующая 1 см³ раствора трилона Б молярной концентрации точно 0,05 моль/дм³, г/см³ ;

m – навеска хлористого магния, г.

3.4 Вычислите среднее значение из трех параллельных определений.

4 Вывод

Протокол анализа 7

1 Приборы и реактивы_

2 Алгоритм испытания_

3 Обработка результатов испытаний

3.1 Кислотность анализируемого продукта, °Т (в градусах Тернера), вычисляют умножением объема, в сантиметрах кубических, раствора гидроокиси 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.

3.2 Контроль точности результатов измерений

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения кислотности при Р 0,95 приведены в *табл. 7. 1*.

3.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

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 X1, X2 - значения результатов двух параллельных определений кислотности в исследуемых продуктах, полученные в условиях повторяемости;

r - предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в *табл. 7.1*.

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).

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

3.4 Оформление результатов определения.

Результат определения кислотности в исследуемых продуктах представляют в виде:

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

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

Δ - границы абсолютной погрешности измерений, °T (табл. 7. 1).

4 Вывод