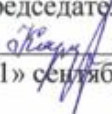



Министерство образования и науки Челябинской области
Государственное бюджетное профессиональное
образовательное учреждение
«Южно-Уральский многопрофильный колледж»

**ПРОГРАММА ДОПОЛНИТЕЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
(ПОВЫШЕНИЕ КВАЛИФИКАЦИИ)**

по профессии «13321 Лаборант химического анализа»

г. Челябинск,
2020 год

ОДОБРЕНА
Цикловой методической комиссией ЧМ и ОД
Протокол № 1
Председатель ЦМК
 Т.В. Карзунова
«01» сентября 2020 г.

УТВЕРЖДАЮ
Зам. Директора
 / И.Н. Тихонова по УМР
« 01 » 09 2020 г.

Программа дополнительного образования по профессии «13321 Лаборант химического анализа» разработана на основе Федерального государственного образовательного стандарта (ФГОС) по профессии 13321 «Лаборант химического анализа», утвержденного приказом Министерства образования и науки РФ № 900 от 02.08.2013, с учетом стандарта Ворлдскиллс по компетенции «Лабораторный химический анализ», и Федерального государственного образовательного стандарта среднего профессионального образования по специальностям 22.02.01 Металлургия черных металлов и 22.02.05 Обработка металлов давлением.

Организация-разработчик:

Государственное бюджетное профессиональное образовательное учреждение «Южно-Уральский многопрофильный колледж»

Разработчик:

И.В. Шлепенкова, преподаватель Южно-Уральского многопрофильного колледжа

СОДЕРЖАНИЕ

	стр.
1. ПАСПОРТ ПРОГРАММЫ ДОПОЛНИТЕЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ	4
2. СОДЕРЖАНИЕ ПРОГРАММЫ ДОПОЛНИТЕЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ	7
3. УСЛОВИЯ РЕАЛИЗАЦИИ ПРОГРАММЫ ДОПОЛНИТЕЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ	15
4. КОНТРОЛЬ И ОЦЕНКА РЕЗУЛЬТАТОВ ОСВОЕНИЯ ПРОГРАММЫ ДОПОЛНИТЕЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ	17
ПРИЛОЖЕНИЕ	19

ПАСПОРТ ПРОГРАММЫ ДОПОЛНИТЕЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ

1. Пояснительная записка

Компетенция «Лабораторный химический анализ» применима практически во всех отраслях химической промышленности (в фармацевтическом производстве, нефтяной, газовой и продовольственной отраслях).

Данная программа разработана на основе двух программ (на 72ч и 144ч): «Основных программ профессионального обучения по профессии «13321 Лаборант химического анализа» повышение квалификации с учетом стандарта Ворлдскиллс по компетенции «Лабораторный химический анализ» и ООП Металлургия черных металлов и ООП Обработка металлов давлением.

Цели реализации программы

Программа повышения квалификации по профессиям рабочих, должностям служащих направлена на обучение лиц, уже имеющих профессию рабочего, профессии рабочих или должность служащего, должности служащих, в целях последовательного совершенствования профессиональных знаний, умений и навыков по имеющейся профессии рабочего или имеющейся должности служащего без повышения образовательного уровня, с учетом спецификации стандарта Ворлдскиллс по компетенции «Лабораторный химический анализ».

2. Характеристика профессиональной деятельности выпускника и требования к результатам освоения программы

2.1. Характеристика нового вида профессиональной деятельности, трудовых функций и (или) уровней квалификации

Программа разработана в соответствии с:

- спецификацией стандартов Ворлдскиллс по компетенции «Лабораторный химический анализ»;
- профессиональным стандартом «Специалист по химическому анализу воды в системах водоснабжения, водоотведения, теплоснабжения» (утвержден приказом Минтруда России от 15.09.2015 № 640н);
- профессиональным стандартом «Специалист химического анализа в металлургии» (утвержден приказом Минтруда России от 23.01.2017 № 60н);
- приказом Министерства образования и науки Российской Федерации от 02.07.2013 № 513 «Об утверждении Перечня профессий рабочих, должностей служащих, по которым осуществляется профессиональное обучение».

К освоению программы допускаются лица, имеющие среднее общее образование. Медицинские ограничения регламентированы Перечнем медицинских противопоказаний Минздрава России.

Присваиваемый квалификационный разряд: 3-й разряд.

2.2. Требования к результатам освоения программы

В результате освоения программы профессионального обучения у слушателя должны быть сформированы компетенции, в соответствии с разделом 2.1. программы.

В результате освоения программы слушатель должен **знать:**

- основное назначение, принципы использования и хранения необходимой лабораторной посуды, оборудования и материалов
- основные химические свойства и назначение исследуемых или синтезируемых веществ, реагентов
- основные принципы планирования эксперимента, способы выстраивания эффективной работы и распределения рабочего времени
- методики выполнения требуемого анализа

- важность поддержания рабочего места в чистоте и порядке
 - способы утилизации использованных реактивов, растворов и материалов
 - техническая документация, необходимая для проведения требуемого анализа
 - оптимальные средства и методы анализа, позволяющие эффективно выполнять поставленные задачи за минимальный срок
 - соответствие методики задачам анализа по диапазону измеряемых значений и точности
 - экономическая целесообразность использования методов и средств анализа и измерений
 - правила отбора проб и образцов для проведения анализа химическими и инструментальными методами
 - правила работы, обслуживания и настройки используемого лабораторного оборудования, аппаратуры и контрольно-измерительных приборов
 - устройство и принцип работы используемого аналитического оборудования
 - надлежащие правила использования мерной посуды и химической посуды общего назначения в соответствии с государственными стандартами и техническими условиями
 - правила пользования аналитическими и техническими весами, установленные производителем и нормативными документами
 - правила работы с термометрами различных видов
 - методы проведения калибровки применяемой мерной посуды, приборов и аппаратуры
- уметь:**
- выполнять требования правил техники безопасности, норм по охране труда и правил противопожарной защиты при работе в химической лаборатории
 - соблюдать принципы безопасной работы с химическими реактивами, стеклянной посудой и лабораторным оборудованием
 - правильно использовать средства индивидуальной защиты, а также правильно ухаживать за ними
 - надлежащим образом обращаться с опасными для окружающей среды веществами и утилизировать их
 - использовать спецодежду при работе в лаборатории
 - правильно подбирать, применять, мыть и хранить лабораторную посуду
 - грамотно и аккуратно обращаться с оборудованием химико-аналитических лабораторий в соответствии с инструкцией
 - подготавливать реагенты и материалы, необходимые для проведения анализа
 - организовывать рабочее место для максимально эффективной работы
 - эффективно использовать время
 - следовать методике выполняемого анализа
 - поддерживать рабочее место в чистоте и порядке
 - утилизировать использованные реактивы, растворы и материалы в соответствии с инструкциями

- находить, анализировать и применять техническую документацию, такую как государственные нормативы, госты, методические указания, инструкции, спецификации производителей, диаграммы и т. д., необходимую для проведения требуемого анализа
- выбирать и обосновывать наиболее оптимальные средства и методы анализа химического объекта
- проводить экспериментальные работы по аттестации методик анализа стандартных образцов
- подбирать для работы мерную посуду и лабораторное оборудование необходимого класса точности
- подбирать наиболее экономически выгодные методы анализа для выполнения поставленных задач
- соблюдать правила отбора проб и образцов для проведения анализа химическими и инструментальными методами
- осуществлять правильную сборку лабораторных установок для заданного вида анализа
- работать на представленном лабораторном оборудовании, проводить его обслуживание и настройку
- надлежащим образом использовать мерную и химическую посуду общего назначения в соответствии государственными стандартами и техническими условиями
- правильно отмерять заданные объемы жидкостей с помощью мерной посуды
- правильно взвешивать анализируемые материалы на аналитических и технических весах, бережно обращаться с весами
- работать с термометрами различных видов
- проводить калибровку применяемой мерной посуды, приборов и аппаратуры в соответствии с инструкциями
- правильно снимать и записывать показания приборов, значения объемов жидкости в мерной посуде

Категория слушателей: лица, находящиеся под риском увольнения, выпускники образовательных организаций, граждане, ищущие работу, не имеющие свидетельство о профессии рабочего.

Рекомендуемое количество часов на освоение программы:

максимальной учебной нагрузки обучающегося **100** часов, в том числе: обязательной аудиторной учебной нагрузки обучающегося **100** часов, из них 26 часов лекций, 64 часов лабораторных работ (в том числе 10 часов –экскурсий), 10 часов промежуточный и итоговый контроль.

Календарный учебный график

Период обучения (семестр)*	Наименование модуля
I семестр	Раздел 1. Теоретическое обучение. Модуль 1-3. Раздел 2. Профессиональный курс. Модуль 1.
III семестр	Раздел 2. Профессиональный курс Модуль 2-3.
V семестр	Раздел 2. Профессиональный курс. Модуль 4

VII семестр	Раздел 3 Экскурсия Итоговая аттестация
*Точный порядок реализации разделов, модулей обучения определяется в расписании занятий.	

СОДЕРЖАНИЕ ПРОГРАММЫ

Учебный план

№	Наименование модулей	Всего, час.	В том числе			Форма контроля
			лекции	практич. и лаборатор. занятия	промеж. и итог.конт роль	
1.	Раздел 1. Теоретическое обучение	16	13	-	3	
1.1	Модуль 1. Современные технологии в профессиональной сфере	4	4	-		Зачет
1.2	Модуль 2. Стандарты и спецификация Ворлдскиллс по компетенции «Лабораторный химический анализ».	3	2	-	1	
1.3	Модуль 3. Требования охраны труда и техники безопасности	9	7	-	2	Зачет
2.	Раздел 2. Профессиональный курс	68	11	51	6	
2.1	Модуль 1. Титриметрический метод анализа	28	5	21	2	Зачет
2.2	Модуль 2. Рефрактометрический метод анализа	6	2	4		Зачет
2.3	Модуль 3. Потенциометрический метод анализа	6	2	2	2	
2.4	Модуль 4 Фотометрические методы анализа	28	2	24	2	Зачет
3.	Раздел 3. Экскурсия на предприятия - лидеры отрасли.	10	2	8		

4.	Квалификационный экзамен: - проверка теоретических знаний; - практическая квалификационная работа	6	-	5	1	Тест ПКР
	ИТОГО:	100	26	64	10	

Тематический план

№	Наименование модулей	Всего, час.	В том числе			Форма контроля
			лекции	практич. и лаборатор. занятия	промеж. и итог. контроль	
1	Раздел 1. Теоретическое обучение	16	13		3	
1.1	<i>Модуль 1. Современные технологии в профессиональной сфере</i>	4	4			
1.1.1	Классификация и описание современных методов химического анализа.	2	2	-	-	
	Тенденции развития аналитической химии.	2	2			
1.2	<i>Модуль 2. Стандарты Ворлдскиллс и спецификация стандартов Ворлдскиллс по компетенции «Лабораторный химический анализ». Разделы спецификации</i>	3	2	-	1	<i>Зачет по модулю 1 и 2</i>
1.2.1	Актуальное техническое описание по компетенции. Спецификация стандарта Ворлдскиллс по компетенции	2	2	-		

1.2.2	Промежуточный контроль по модулю 1 и 2	1			1	
1.3	Модуль 3. Требования охраны труда и техники безопасности	9	7		2	Зачет
1.3.1.	Общие положения и средства индивидуальной защиты.	1	1			
1.3.2	Правила безопасного хранения химических реактивов.	2	2			
1.3.3.	Правила безопасной работы с химическими веществами.	2	2			
1.3.4	Правила обезвреживания и уничтожения вредных веществ.	2	2			
1.3.5	Промежуточная аттестация	2			2	
2.	Раздел 2. Профессиональный курс	68	11	51	7	
2.1	Модуль 1. Титриметрический метод анализ	28	5	21	2	Зачет
2.1.1	Лабораторная посуда, реактивы и вспомогательное оборудование	2	2		-	
	Практическое занятие Мытье и сушка лабораторной посуды.	2		2		
	Практическое занятие Техника взвешивания на технико-химических и аналитических весах.	2		2		
2.1.2	Способы приготовления и хранения растворов	2	1		-	

	Практическое занятие Приготовление растворов из стандарт-титра.			1		
	Практическое занятие Приготовление растворов приблизительной концентрации.	2		2		
	Практическое занятие Приготовление растворов точной концентрации.	2		2		
2.1.3	Титрование. Основные понятия титриметрического анализа	2	2			
2.1.4	Практическое занятие ГОСТ 31954-2012. Вода питьевая. Методы определения жесткости.	4	-	4	-	
	Практическое занятие Определение количества серной кислоты в пробе	4		4		
	Практическое занятие Стандартизация раствора тиосульфата натрия	4		4		
2.1.5	Промежуточная аттестация	2	-	-	2	
2.2	Модуль 2. Рефрактометрический метод анализа	6	2	4		
2.2.1	Рефрактометрический метод анализа	2	2		-	
	Практическое занятие Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ в соке. ГОСТ ISO 2173-2013 Продукты переработки фруктов и овощей. Рефрактометрический метод определения растворимых	2		2		

	сухих веществ					
	Практическое занятие Определение концентрации сахарозы в прозрачных сиропах рефрактометрическим методом. ГОСТ 15113.6-77 Концентраты пищевые. Методы определения сахарозы	2		2		
2.3	Модуль 3. Потенциометрический метод анализа	6	2	2	2	<i>Зачет по модулю 1 и 2</i>
2.3.1	Потенциометрический метод анализа	2	2		-	
	Практическое занятие Градуировка рН-метра и определение рН дистиллированной воды». ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия.	2		2		
2.3.2	Промежуточная аттестация (модуль 2 и 3)	2	-	-	2	
2.4.	Модуль 4. Фотометрические методы анализа	28	2	24	2	
2.4.1	Фотометрические методы анализа	2	2		-	
	Практическое занятие Определение массовой концентрации меди. ГОСТ 4388-72 Вода питьевая. Методы определения	6		6		

	массовой концентрации меди.					
	Практическое занятие Определение массовой концентрации общего железа. ГОСТ 4011-72 с изм. № 1,2 Вода питьевая «Метод измерения массовой концентрации общего железа».	6		6		
	Практическое занятие Определение содержания алюминия ГОСТ 18165-2014 Вода. Методы определения содержания алюминия.	6		6		
	Практическое занятие Определение содержания хрома (VI) и общего хрома ГОСТ 31956-2012 Вода. Методы определения содержания хрома (VI) и общего хрома.	6		6		
2.4.2	Промежуточная аттестация	2	-	-	2	
3	Раздел 3. Экскурсия на предприятия - лидеры отрасли.	10	2	8		
	Квалификационный экзамен	6	-	-	6	
3.1	Проверка теоретических знаний: тестирование	1	-	-	1	Тест
3.2	Практическая квалификационная работа	5	-	5		ПКР
	ИТОГО:	100	26	64	10	

СОДЕРЖАНИЕ ПРОГРАММЫ

Раздел 1. Теоретическое обучение

Модуль 1.1. Современные профессиональные технологии

Лекция. Вопросы, выносимые на занятие:

Классификация и описание современных методов химического анализа. Современное лабораторное оборудование. Тенденции развития аналитической химии.

Модуль 1.2. Ознакомление с WSI и Ворлдскиллс Россия. Стандарт компетенции WSSS «Лабораторный химический анализ»

Лекция. Вопросы, выносимые на занятие:

История Движения WorldSkills в мире. История проведения чемпионатов WorldSkills International. Развитие движения в России. История экспертного сообщества. Направления развития WorldSkills Russia. WorldSkills – олимпиада для рабочих рук. WorldSkills Kazan 2019. Описание профессиональной компетенции. Общие сведения о спецификации стандартов WORLDSKILLS (WSSS). Охрана труда и техника безопасности. Организация работы. Определение оптимальных методов анализа, подготовка проб. Техника работы с лабораторной посудой и оборудованием. Подготовка и проведение анализа. Обработка, интерпретация и оформление результатов анализа.

Модуль 1.3. Требования охраны труда и техники безопасности.

Лекция. Вопросы, выносимые на занятие:

Общие положения и средства индивидуальной защиты. Правила безопасной работы с пожаро- и взрывоопасными веществами. Правила безопасного хранения химических реактивов. Правила безопасной работы с химическими веществами. Правила обезвреживания и уничтожения вредных веществ.

Раздел 2. Профессиональный курс

Модуль 1. Титриметрический метод анализа

Тема 2.1.1. Лабораторная посуда, реактивы и вспомогательное оборудование

Лекция. Вопросы, выносимые на занятие:

Классификация лабораторной посуды по назначению. Уход за лабораторной посудой. Охрана труда во время мытья, сушки лабораторной посуды. Реактивы. Понятие о маркировке химических реактивов, их квалификация. Техника взвешивания на технико-химических и аналитических весах.

Практическое занятие. План проведения занятия:

Подготовка посуды для проведения анализа. Техника взвешивания и взятия навески

Тема 2.1.2. Способы приготовления и хранения растворов

Лекция. Вопросы, выносимые на занятие:

Классификация растворов. Техника работы с мерной посудой. Расчеты при приготовлении точных и приблизительных растворов. Буферные растворы. Приготовление растворов приблизительной концентрации. Приготовление растворов точной концентрации. Техника приготовления растворов с заданной массовой долей вещества. Техника приготовления растворов заданной молярной концентрации и молярной концентрации эквивалента вещества: по точно взятой навеске; из стандарт-титра.

Практическое занятие. План проведения занятия:

Приготовление растворов приблизительной концентрации. Приготовление растворов точной концентрации. Приготовление растворов из стандарт-титра.

Тема 2.1.3. Титрование. Основные понятия титриметрического анализа.

Лекция. Вопросы, выносимые на занятие:

Титрование. Основные понятия титриметрического анализа. Вычисления в титриметрических определениях.

Практическое занятие. План проведения занятия:

Изучение техники титрования (на примере титрования 0,1М раствора HCl или H₂C₂O₄ 0,1М раствором NaOH с индикаторами фенолфталеином или метилоранжем). Ознакомление с методами титрования.

Тема 2.1.4. Титриметрические методы определения ионов отдельных металлов и нескольких ионов при совместном присутствии

Практическое занятие. План проведения занятия:

Титриметрические методы определения ионов отдельных металлов и нескольких ионов при совместном присутствии по ГОСТ 31954-2012. Вода питьевая. Методы определения жесткости.

Модуль 2. Рефрактометрический метод анализа

Тема 2.2.1. Рефрактометрический метод анализа

Лекция. Вопросы, выносимые на занятие:

Показатель преломления. Закон преломления. Принципиальная схема рефрактометра. Приборы для определения показателя преломления. Подготовка прибора к работе. Применение метода. Проведение измерения показателя преломления. Определение фактора показателя преломления. Определение массовой доли сахарозы в растворе. Метрологические характеристики метода. Оформление результатов рефрактометрических определений. Расчет температурной поправки

Практическое занятие. План проведения занятия (выбираем два любых определения):

1. Анализ лекарственных препаратов рефрактометрическим методом.

Определение фактора показателя преломления раствора хлорида натрия. Государственная фармакопея РФ XIII издания

2. Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ в соке. ГОСТ ISO 2173-2013 Продукты переработки фруктов и овощей. Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ

3. Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ в пюре. ГОСТ ISO 2173-2013 Продукты переработки фруктов и овощей. Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ

3. Определение концентрации сахарозы в прозрачных сиропах рефрактометрическим методом. ГОСТ 15113.6-77 Концентраты пищевые. Методы определения сахарозы

Модуль 3. Потенциометрический метод анализа

Тема 2.3.1 Потенциометрический метод анализа.

Лекция. Вопросы, выносимые на занятие:

Потенциометрические методы анализа. Ионометрия. Электроды второго рода. Электроды первого рода. Приборы и техника измерений. Подготовка приборов и электродов к работе. Прямая потенциометрия. Измерение окислительно-восстановительного потенциала. Измерение рН. Стекланный электрод. Метод градуировочного графика. Потенциометрическое титрование. Практическое применение метода. Метрологические характеристики метода. Оформление результатов потенциометрических определений

Практическое занятие. План проведения занятия (выбираем два любых определения):

1. Градуировка рН-метра и определение рН дистиллированной воды». ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия.

2. Определение титруемой кислотности потенциометрическим методом ГОСТ 25555.0-82 Определение титруемой кислотности потенциометрическим методом.

Модуль 4. Фотометрические методы анализа

Тема 2.4.1. Фотометрические методы анализа

Лекция. Вопросы, выносимые на занятие:

Основные узлы спектрофотометрических приборов. Количественный фотометрический анализ. Правила работы на фотометре и спектрофотометре.

Построение градуировочного графика. Оптимальные условия фотометрического определения. Фотометрические методы определения концентрации вещества в растворе Метрологические характеристики метода. Оформление результатов фотометрических определений.

Практическое занятие. План проведения занятия:

1. Определение массовой концентрации меди. ГОСТ 4388-72 Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации меди.

2. Определение массовой концентрации общего железа. ГОСТ 4011-72 с изм. № 1,2 Вода питьевая «Метод измерения массовой концентрации общего железа».

3. Определение массовой концентрации ванадия. ГОСТ 22898-78 «Коксы нефтяные малосернистые. Технические условия».

4. Определение содержания алюминия ГОСТ 18165-2014 Вода. Методы определения содержания алюминия.

5. Определение содержания хрома (VI) и общего хрома ГОСТ 31956-2012 Вода. Методы определения содержания хрома (VI) и общего хрома.

Раздел 3. Экскурсия на предприятия - лидеры отрасли.

6. Организационно-педагогические условия реализации программы

6.1. Кадровые условия реализации программы

Количество ППС (физических лиц), привлеченных для реализации программы 2 чел. Из них:

- Экспертов с правом оценки демонстрационного экзамена по стандартам Ворлдскиллс 2 чел.

Данные ППС, привлеченных для реализации программы

УСЛОВИЯ РЕАЛИЗАЦИИ ПРОГРАММЫ

Материально-технические условия реализации программы

Наименование помещения	Вид занятий	Наименование оборудования, программного обеспечения
<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
Аудитория	Лекции	Компьютер, мультимедийный проектор, экран, доска, флипчарт
Лаборатория, компьютерный класс	Лабораторные и практические занятия, тестирование, практическая квалификационная работа	Оборудование, оснащение рабочих мест, инструменты и расходные материалы – в соответствии с инфраструктурным листом по компетенции Ворлдскиллс

Информационное обеспечение обучения

Перечень рекомендуемых учебных изданий, Интернет-ресурсов, дополнительной литературы

основные источники:

– Александрова, Э. А. Аналитическая химия: в 2 кн. Кн. 1. Химические методы анализа: учебник и практикум для СПО / Э. А. Александрова, Н. Г.

- Гайдукова. – 2-е изд., испр. и доп. – Москва: Юрайт, 2015. – 551 с. – ISBN 978-5-9916-4665-9
- 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. – 2-е изд., испр. и доп. – Москва: Юрайт, 2017. – 359 с. – ISBN 978-5-534-04223-8
 - Анализ загрязненной воды. Практическое руководство / Ю.С. Другов, А.А. Родин. - 2-е изд. – Москва: БИНОМ. ЛЗ, 2015. - 678 с.
 - Аналитическая химия и физико-химические методы анализа. В 2 т. Т. 1: учебник / Ю. М. Глубоков и др; под ред. А. А. Ищенко. – М.: Академия, 2012. - 352 с.
 - Аналитическая химия и физико-химические методы анализа. В 2 т. Т. 2: учебник / под ред. А. А. Ищенко. – 2-е изд., испр. – Москва: Издательский центр «Академия», 2012. - 351 с.
 - Аналитическая химия. Практикум: учебное пособие / А.И. Жебентяев, А.К. Жерносек, И.Е. Талуть. – Москва: НИЦ ИНФРА-М; Мн.: Нов. Знание. 2013. - 429 с.
 - Аналитическая химия. Химические методы анализа: учеб.пос. / А.И. Жебентяев, А.К. Жерносек и др. - 2-е изд., стер. – Москва: НИЦ ИНФРА-М; Минск: Новое знание, 2014. - 542 с.
 - Аналитическая химия. Хроматографические методы анализа: учебное пособие / А.И. Жебентяев. – Москва: НИЦ Инфра-М; Минск: Новое знание, 2013. – 206 с.
 - Борисов, А. Н. Аналитическая химия. Расчеты в количественном анализе: учебник и практикум для СПО /А. Н. Борисов, И. Ю. Тихомирова. – 2-е изд., испр. и доп. – Москва: Юрайт, 2017. – 118 с. – ISBN 978-5-534-00807-4
 - Валова (Копылова В. Д.). Физико-химические методы анализа: практикум / В. Д. Валова (Копылова), Л. Т. Абесадзе. - Москва: Издательско-торговая корпорация «Дашков и К», 2012. - 224 с.
 - Карпов, Ю. А. Методы пробоотбора и пробоподготовки / Ю. А. Карпов, А. П. Савостин. - 2-е изд. – Москва: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012. – 243 с.
 - Кристиан, Г. Аналитическая химия. В 2 т. Т. 1/ Г. Кристиан; пер. с англ. – Москва: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013. – 623 с.
 - Лесс, В. Р. Практическое руководство для лаборатории. Специальные методы / В. Р. Лесс. - Санкт-Петербург: ЦОП "Профессия", 2014. - 472 с.
 - Основы безопасности труда в техносфере: учебник / В.Л. Ромейко, О.П. Ляпина, В.И. Татаренко; под ред. В.Л. Ромейко. - Москва: НИЦ ИНФРА-М, 2013. - 351 с.
 - Производственная санитария и гигиена труда: учебное пособие / Т.Г. Феоктистова, О.Г. Феоктистова, Т.В. Наумова. – Москва: НИЦ Инфра-М, 2013. - 382 с.
 - Пустовалова, Л. М. Физико-химические методы исследования и техника лабораторных работ / Л. М. Пустовалова. – Ростов н/Д: Феникс, 2014. – 316 с.
 - Терещенко, А. Г. Внутрилабораторный контроль качества результатов анализа с использованием лабораторной информационной системы / А. Г. Терещенко. - Москва: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012. - 312 с. : ил.
 - Трифонова, А.Н. Аналитическая химия. Лабораторный практикум: учеб.пособие / А.Н. Трифонова, И.В. Мельситова. – Минск: Высш. шк. 2013. – 160 с.

– Хаханина, Т. И. Аналитическая химия: учебник и практикум для СПО / Т. И. Хаханина, Н. Г. Никитина. – 3-е изд., испр. и доп. – Москва: Юрайт, 2016. – 278 с. – ISBN 978-5-9916-7653-3

дополнительные источники:

– Булатов, М. И. Практическое руководство по фотоколориметрическим и спектрофотометрическим методам анализа / М. И. Булатов, И.П. Калинин. – Л. Химия, 1986. – 376 с.

– Васильев, В. П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа: учебник / В. П. Васильев. - 3-е изд., стер. – Москва: Дрофа, 2007. – 384 с.

– Васильев, В.П. Аналитическая химия: лабораторный практикум / В.П. Васильев, Р.П. Морозова, Л.А. Кочергина. – 3-е изд., стер. – Москва: Дрофа, 2006. – 414 с.

– Отто, М. Современные методы аналитической химии. В 2 т. Т. 1 / М. Отто; пер. с нем / под ред. А. В. Гармаша. - Москва: Техносфера, 2006. - 416 с.

– Спейт, Д. Г. Анализ нефти: Справочник / Д. Г. Спейт. – Санкт - Петербург: ЦОП Профессия, 2012. - 480 с.

отраслевые и другие нормативные документы:

– ГОСТ 31954-2012. Вода питьевая. Методы определения жесткости. Методы анализа. - Введ. 2013-09-05. - Москва: Изд-во стандартов, 2013. - 12 с.

– ГОСТ 14870 -77. Продукты химические. Методы определения воды. Методы анализа. - Введ. 2005-06-01. - Москва: Изд-во стандартов, 2005. - 14 с.

– ГОСТ 25794.1-83. Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования. - Введ. 1985-06-30. - Москва: Изд-во стандартов, 1983. - 40с.

– ГОСТ Р 51000.4-2011. Общие требования к аккредитации испытательных лабораторий. - Введ. 2013-01-01. - Москва: Изд-во стандартов, 1983. - 15 с.

– ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. – Введ. 2012-01-01. – Москва: Изд-во стандартов, 2012 - 34 с.

– Завертаная, Е. И. Управление качеством в области охраны труда и предупреждения профессиональных заболеваний: учебное пособие для СПО / Е. И. Завертаная. – Москва: Юрайт, 2016. – 307 с. – ISBN 978-5-9916-9502-2

Нормативная документация:

– ГОСТ ISO 2173-2013 Продукты переработки фруктов и овощей. Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ

– ГОСТ 15113.6-77 Концентраты пищевые. Методы определения сахарозы (4 часа).

– Государственная фармакопея РФ XIII издания.

– ГОСТ 12574 – 93 Сахар-песок и сахар-рафинад. Методы определения золы.

– ГОСТ 27894.9-88 Торф и продукты его переработки для сельского хозяйства. Метод определения содержания водорастворимых солей.

– ГОСТ Р 53120-2008 МЕД.

– ГОСТ 33569-2015 Молочная продукция».

– ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия.

– ГОСТ 25555.0-82 Определение титруемой кислотности потенциометрическим методом.

– ГОСТ 33313-2015 Продукция соковая Определение формольного числа методом потенциометрического титрования.

- ГОСТ 6552-80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия.
- ГОСТ 4388-72 Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации меди.
- ГОСТ 4011-72 с изм. № 1,2 Вода питьевая «Метод измерения массовой концентрации общего железа».
- ГОСТ 22898-78 «Коксы нефтяные малосернистые. Технические условия».
- ГОСТ 18165-2014 Вода. Методы определения содержания алюминия.
- ГОСТ 31956-2012 Вода. Методы определения содержания хрома (VI) и общего хрома.
- электронные ресурсы и т.д.
- Официальный сайт оператора международного некоммерческого движения WorldSkills International - Союз «Молодые профессионалы (Ворлдскиллс Россия)» (электронный ресурс) режим доступа: <https://worldskills.ru>;
- Единая система актуальных требований Ворлдскиллс (электронный ресурс) режим доступа: <https://esat.worldskills.ru>.

КОНТРОЛЬ И ОЦЕНКА РЕЗУЛЬТАТОВ ОСВОЕНИЯ ПРОГРАММЫ ДОПОЛНИТЕЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ

Промежуточная аттестация по программе предназначена для оценки освоения слушателем модулей программы и проводится в виде зачетов и (или) экзаменов. По результатам любого из видов итоговых промежуточных испытаний, выставляются отметки по двухбалльной («удовлетворительно» («зачтено»), «неудовлетворительно» («не зачтено»))

Итоговая аттестация проводится в форме квалификационного экзамена, который включает в себя практическую квалификационную работу и проверку теоретических знаний (тестирование).

Для итоговой аттестации используется комплект оценочной документации (КОД) № 1.1 по компетенции «Лабораторный химический анализ», размещенный в соответствующем разделе на электронном ресурсе esat.worldskills.ru

Составители программы

Кудрявцева Ирина Сергеевна, руководитель центра профессиональных компетенций ГПОАУ ЯО «Ярославский промышленно-экономический колледж им. Н.П. Пастухова», менеджер компетенции Ворлдскиллс Россия «Лабораторный химический анализ».

Махлягин Егор Игоревич, главный специалист проектно-аналитического отдела Академии Ворлдскиллс Россия, Союз «Молодые профессионалы (Ворлдскиллс Россия)».

Программа адаптирована преподавателем ГБПОУ «ЮУМК», экспертом с правом оценки демонстрационного экзамена по стандартам Ворлдскиллс по компетенции «Лабораторный химический анализ» Шлепенковой Ириной Владимировной

Методические материалы размещены в приложении

ПРИЛОЖЕНИЕ Методические материалы к практическим занятиям.

Раздел 2. Профессиональный курс

Модуль 1. Титриметрический метод анализ

Практическое занятие Мытье и сушка лабораторной посуды

Цель работы: Изучить правила мытья химической посуды, освоить различные методы мытья химической посуды, научиться работать с хромовой смесью.

Теоретическая часть.

Классификация методов мытья химической посуды:

1. Механические и физические методы очистки посуды:

а) Мытье водой. В тех случаях, когда химическая посуда незагрязнена смолой, жировыми и другими, не растворяющимися в воде веществами, посуду можно мыть теплой водой. Стеклянная посуда считается чистой, если на стенках ее не образуется отдельных капель и вода оставляет равномерную тончайшую пленку. Если на стенках посуды имеется налет каких-либо солей или осадок, посуду очищают (предварительно смочив водой) щеткой или ершом (рис.1) уже затем окончательно моют водой. Хорошо вымытую в теплой воде посуду обязательно два-три раза споласкивают дистиллированной водой для удаления солей, содержащихся в водопроводной воде.

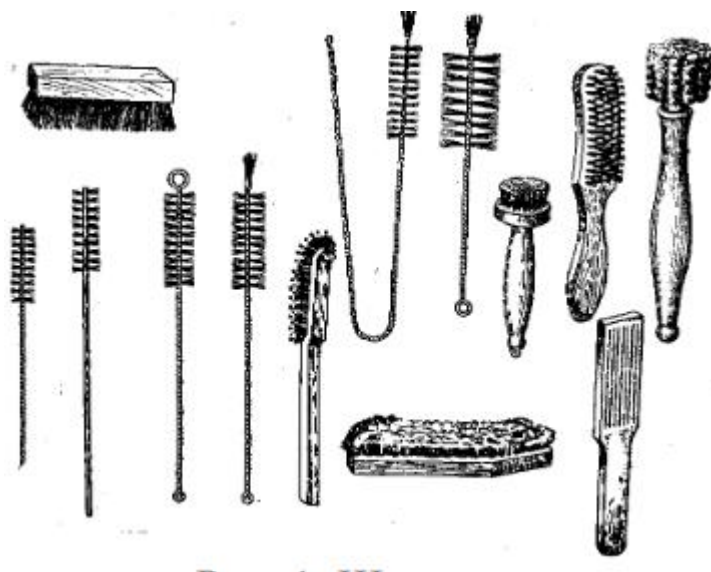


Рис. 1. Щетки для мытья посуды.

б) Мытье паром. Посуда не всегда может быть отмыта одной водой; так, например, этим путем нельзя удалить загрязнения жировыми веществами. Значительно лучших результатов можно достичь, если мыть посуду струей водяного пара. Этот способ мытья является самым лучшим, но он редко применяется потому, что требует длительного времени. . Если обычно колбу можно вымыть за 5—10 мин, то для мытья паром нужен минимум 1 ч. Для мытья паром в колбу емкостью 3—5 л до половины наливают воду, на дно кладут

несколько кусочков пемзы или стеклянные капилляры(для равномерного и спокойного кипения). Колбу плотно закрывают пробкой.

В пробку вставляют трубку для подводки пара и воронку, через которую в колбу стекает конденсат. Конец воронки для предотвращения прорыва пара опускают в воду приблизительно на 2 — 3 см. Верхний конец трубки вводят в сосуд, который укрепляют в кольце или лапке штатива. После мытья паром посуду, не перевертывая, высушивают или продуванием чистого воздуха, или в сушильном шкафу, или же просто на воздухе, но при этом нужно следить, чтобы не загрязнить ее.

в) Мытье органическими растворителями. К органическим растворителям относятся: диэтиловый (серный) эфир, ацетон, спирты, петролейный эфир, бензин, скипидар, четыреххлористый углерод и другие растворители. Органические растворители применяют для удаления из посуды смолистых и других органических веществ, которые не растворяются в воде. Для мытья посуды используют также пары органических растворителей.

г) Мытье другими моющими средствами. Для мытья посуды можно применять и другие вещества, например, мыло и особенно 10%-ный раствор тринатрий фосфата, обладающий прекрасными моющими свойствами. При мытье водой с мылом или тринатрий фосфатом полезно поместить в колбу кусочки чистой фильтровальной или какой-либо другой мягкой бумаги. При встряхивании колбы бумага механически удаляет со стенок приставшие к ним загрязнения

2. Химические методы очистки посуды:

а) Мытье хромовой смесью. Очень часто в лабораториях для мытья посуды применяют хромовую смесь, так как хромовокислые соли в кислом растворе являются сильными окислителями. Для приготовления хромовой смеси в концентрированную серную кислоту добавляют около 5% (от массы серной кислоты) размельченного в порошок кристаллического двуххромовокислого калия и осторожно нагревают в фарфоровой чашке на водяной бане до растворения его. Для приготовления хромовой смеси можно применять также двуххромовокислый натрий, который растворяют в воде, а затем в раствор осторожно добавляют серную кислоту.

Смесь готовят из расчета: Воды.. - 100 мл
Двуххромовокислого натрия - 6 г
Серной кислоты, плотностью 1,84 - 100 мл

При мытье хромовой смесью посуду споласкивают сначала водой, а потом наливают слегка подогретую хромовую смесь До $\frac{1}{3}$ - $\frac{1}{4}$ объема сосуда и осторожно и медленно смачивают внутренние стенки его. После этого хромовую смесь выливают обратно в тот же сосуд, в котором она хранится, причем стараются смочить ею оставшиеся не смоченными стенки посуды и особенно наиболее загрязненные ее края. Слив всю смесь, посуду оставляют постоять несколько минут, затем ее моют сначала водопроводной водой (лучше теплой), потом дистиллированной. Сильно загрязненную посуду моют хромовой смесью несколько раз.

б) Мытье марганцевокислым калием. Хорошим средством для мытья посуды является 5%-ный раствор марганцевокислого калия. Раствор марганцевокислого калия - сильный окислитель, особенно когда он подогрет и подкислен серной кислотой; его наливают в посуду, которую нужно предварительно вымыть горячей водой и ершом или щеткой. Затем тонкой струей добавляют немного концентрированной серной кислоты, что вызывает разогревание, вполне достаточное, чтобы все загрязнения на стенках быстро окислились. Серную кислоту следует брать в таком количестве, чтобы после добавления ее температура раствора была около 50-60°C. Обычно на 100 мл раствора

марганцевокислого калия бывает достаточно добавить 3-5 мл концентрированной серной кислоты. Нужно брать именно серную кислоту и ни в каком случае не соляную, так как последняя окисляется марганцевокислым калием с образованием свободного хлора. Иногда после мытья посуды раствором марганцевокислого калия на стенках ее появляется бурый налет; его можно удалить, споласкивая посуду 5%-ным раствором кислого сернисто-кислого натрия (NaHSO_3), раствора мизакисного сернокислого железа (FeSO_4), соли Мора или органических кислот, лучше всего щавелевой. После этого посуду моют водой.

в) Мытье смесью соляной кислоты и перекиси водорода. Очень удобным и доступным окислителем, который с успехом можно применять для мытья химической посуды, является смесь Комаровского, состоящая из равных объемов 6 н. раствора HCl в 5-6%-ного раствора перекиси водорода. Эта смесь действует очень энергично, особенно при небольшом подогревании, при этом она не влияет на стекло, чего нельзя сказать хромовой смеси или подкисленном растворе марганцевокислого калия. Вместо соляной кислоты можно пользоваться и уксусной. Для мытья смесь наливают в слегка подогретую посуду (мерную посуду нагревать нельзя) или же подогревают смесь до 30-40 °С. Обмывают стенки посуды смесью, затем выливают ее в ту же посуду, в которой она хранилась, для повторного использования. После этого посуду моют водой, как обычно.

г) Мытье серной кислотой и растворами щелочей. Когда посуда загрязнена смолистыми веществами, нерастворимыми в воде, а также в тех случаях, когда в лаборатории нет хромовой смеси, посуду можно мыть концентрированной серной кислотой или концентрированным (до 40%) раствором щелочи (NaOH , KOH). Смолы большей частью растворяются или в кислоте или в щелочи. Загрязненный сосуд заполняют на щелочью (если смолы много, жидкость наливают так, чтобы вся смола была покрыта ею, но сосуд можно было свободно встряхивать). Когда смолы много, операцию повторяют несколько раз. Продолжительность обработки кислотой или щелочью зависит от особенностей смолы. В одних случаях смолу можно удалить, встряхивая колбу в течение 5-10 мин, в других же случаях приходится отмывать смолу в течение нескольких часов, периодически встряхивая колбу. Кроме растворов едких натра или кали, полезно пользоваться и менее сильными щелочами, например известковым молоком, что, в частности, очень удобно для мытья посуды, загрязненной керосином. Для этого в посуду наливают раствор известкового молока (5-10%) и энергично встряхивают. Повторяя операцию, два-три раза, очищают посуду от следов керосина. Много известкового молока брать не следует. На колбу емкостью 1 л достаточно взять 100-200 мл. После обработки известковым молоком посуду моют теплой водой.

Выполнение работы.

1. Приготовление хромовой смеси.

Мытье стеклянной посуды хромовой смесью производится только в случае ее сильного загрязнения или необходимости обезжиривания. В остальных случаях производят мытье посуды окисляющей смесью или периодическое мытье хромовой смесью с интервалом 7-10 дней. Приготовление хромовой смеси. Хромовую смесь готовят несколькими способами. 1. Смешать 100 см³ концентрированной серной кислоты, находящейся в фарфоровом стакане, с 15 г измельченного в фарфоровой чашке дихромата калия (или натрия). После тщательного перемешивания и отстаивания темно-бурую жидкость слить с осадка и хранить в толстостенной стеклянной посуде или в фарфоровом стакане,

снабженном крышками. 2. В фарфоровом стакане приготовить насыщенный раствор дихромата калия (натрия) в небольшом количестве воды (на холоду) и осторожно добавить равный объем концентрированной серной кислоты. Хранить в толстостенной стеклянной посуде или в фарфоровом стакане, снабженном крышками. Сосуды с хромовой смесью следует устанавливать (для хранения и работы) на эмалированные или керамические поддоны. После длительного употребления цвет хромовой смеси из темно-оранжевого переходит в темно-зеленый, что служит признаком ее непригодности для мытья посуды. 2. Механическое мытье - Мытье водой. Посуду помыть под теплой водой. Хорошо вымытую в теплой воде посуду 2-3 раза сполоснуть дистиллированной водой для удаления солей, содержащихся в водопроводной воде. Стеклянная посуда считается чистой, если на стенках ее не образуется отдельных капель и вода оставляет равномерную тончайшую пленку. В раковину нельзя выливать и выбрасывать концентрированные растворы кислот и щелочей, хромовую смесь, дурно пахнущие и ядовитые вещества, металлический натрий и т. п. Концентрированные кислоты и щелочи необходимо предварительно сильно разбавить или, еще лучше, нейтрализовать во избежание разрушения канализационной сети. Дурно пахнущие и ядовитые вещества должны быть разрушены или обезврежены тем или иным способом в зависимости от их свойств. При выливании в раковину таких веществ возможно их испарение и отравление воздуха лаборатории. Если нет возможности так или иначе разрушить или обезвредить эти вещества, их можно сливать только в раковину, находящуюся в вытяжном шкафу

2. Мытье хромовой смесью.

Приготовить хромовую смесь. Взять посуду, которую необходимо помыть. Посуду сполоснуть сначала водой, а потом налить слегка подогретую хромовую смесь до $\frac{1}{3}$ - $\frac{1}{4}$ объема сосуда и осторожно и медленно смочить внутренние стенки посуды. После этого хромовую смесь вылить обратно в тот же сосуд, в котором она хранилась, причем стараясь смочить ею оставшиеся не смоченными стенки посуды и особенно наиболее загрязненные ее края. Слив всю смесь, посуду оставить постоять несколько минут, затем ее помыть сначала водопроводной водой (лучше теплой), потом дистиллированной. Сильно загрязненную посуду помыли хромовой смесью несколько раз. Хромовая смесь служит довольно долго. После длительного употребления ее цвет из темно-оранжевого переходит в темно-зеленый, что служит признаком ее дальнейшей непригодности для мытья. В лаборатории всегда должен быть запас хромовой смеси. Хромовую смесь не применяют, если посуда загрязнена парафином, керосином, воском, минеральными маслами и вообще продуктами перегонки нефти. В этих случаях посуду моют паром или органическими растворителями. Хромовая смесь очень сильно действует на кожу и одежду, поэтому обращаться с ней следует осторожно. Нужно заметить, что хромовую смесь полезно применять слегка подогретой (до 45-50 °С), тогда она действует сильнее. Подогреть хромовую смесь можно по-разному: 1) отлить некоторое количество хромовой смеси в колбу, ее подогреть на горячей водяной бане; 2) осторожно добавлять в хромовую смесь немного воды и концентрированной серной кислоты; 1) можно также отмываемый предмет предварительно сполоснуть горячей водой. Если хромовая смесь попадает на кожу рук или одежду, их следует прежде всего прежде всего обмыть большим количеством воды, затем раствором соды (двууглекислого натрия) или аммиака.

Контрольные вопросы:

1. Почему вымытую посуду обязательно 2-3 раза ополаскивают дистиллированной водой?
2. Сколько времени необходимо для мытья посуды паром?
3. В каких случаях для мытья посуды применяют органические растворители?
4. Какой признак хромовой смеси показывает, что смесь не пригодна?
5. В каких случаях загрязнения хромовую смесь не применяют?
6. Как можно удалить бурый налет, который появляется после мытья посуды марганцевым калием?
7. Как правильно и какими средствами вымыть бюретку?

Практическое занятие

Техника взвешивания на технико-химических и аналитических весах.

Цель работы: ознакомиться с устройством и научиться взвешивать на аналитических весах, четко выполнять правила взвешивания.

Выполнив работу, Вы будете уметь: взвешивать анализируемые материалы на аналитических весах, проводить анализы

Материальное обеспечение: аналитические и технические весы, бюксы для взвешивания

Порядок выполнения работы:

1. Прочитайте название работы и выясните смысл всех непонятных слов.
2. Прочитайте описание работы от начала до конца.
3. Прочитайте по конспекту (учебнику) материал, относящийся к данной работе. Найдите ответы на контрольные вопросы.
4. Разберитесь по методическому пособию ход работы.
5. Приведите в порядок свое рабочее место.

Краткие теоретические сведения:

Взятие навески.

Навеской называют небольшую, точно взвешенную массу анализируемого вещества, которую в процессе анализа количественно подвергают всем необходимым операциям.

Если надо взять навеску 0,1 г. Это значит, что необходимо отвесить с точностью до четырех

десятых знаков любую массу образца, приближающуюся к 0,1 г. Вполне пригодными будут навески 0,0894 г, 0,0938 г, 0,1052 г, но не будут пригодными 0,0524 г, 0,2146 г и т.д.

Взвешивание производят либо на часовом стекле, либо в специальных бюксах с притертой пробкой. Часовое стекло используют при взвешивании образцов, не содержащих газообразных продуктов, не поглощающих составных частей воздуха.

Вначале взвешивают пустой бюкс на технических весах с точностью до 0,1 г, а затем на аналитических весах с точностью до 0,0001 г.

Затем взвешивают бюкс с навеской.

Массу взятой навески узнают, вычитая из массы бюкса с навеской массу пустого бюкса.

Весы и взвешивание.

Для измерения массы служат весы. При их помощи сравнивают значения покоящихся масс двух тел – взвешиваемого и образцового (гирь).

В современных химических лабораториях применяют рычажные весы трех следующих типов:

1. Техничко-химические весы для приближенных взвешиваний тел массой до 1 кг с точностью до 0,1-0,01 г.
2. Аналитические весы с предельной нагрузкой до 200 г и точностью до 0,0002 г.
3. Микровесы с наибольшей нагрузкой 20 (или 2) г с точностью взвешивания до нескольких сотых долей миллиграмма.

Правила взвешивания.

1. Приступая к взвешиванию, необходимо иметь с собой заготовленный для работы лабораторный журнал и ручку.
2. Масса взвешиваемого тела предварительно должна быть определена на теххимических весах с точностью до 0,1 г.
3. Взвешиваемое тело должно быть сухим, чистым и иметь температуру весовой комнаты.
4. В весовой комнате нельзя бегать, хлопать дверьми, неосторожно передвигать мебель и разговаривать.
5. Открывать и закрывать арретир надо плавным, медленным поворотом ручки, не отводя глаз от коромысла и стоек арретирующего приспособления.
6. Ставить на чашки весов взвешиваемое тело и гири, а также перемещать рейтер можно только при закрытом арретире.
7. Гири разновеса могут находиться только в футляре разновеса или на чашке весов.
8. Все взвешивания одного определения должны быть выполнены на одних и тех же аналитических весах, с одним и тем же разновесом.
9. Аналитический разновес ни в коем случае нельзя употреблять для взвешивания на теххимических весах.
10. В весовой комнате нельзя проводить никаких работ, кроме взвешивания.

Вопросы для самоконтроля.

1. С какой точностью взвешивают на различных весах?
2. Что такое навеска, как взять навеску?
3. Перечислите правила взвешивания.
4. Какие результаты будут пригодными, если необходимо взять навеску 0,5 г, а получилось: 0,5231; 0,5987; 0,4102; 0,4998; 0,5038

Практическое занятие

Приготовление растворов из стандарт-титра

Фиксаналы (стандарт-титры) служат для приготовления первичных стандартов. Фиксанал - это запаянная стеклянная ампула с количеством вещества, необходимым для приготовления 1 дм³ 0,1мольэкв раствора. Промышленность выпускает фиксаналы с различными веществами как в виде растворов (серная, соляная кислоты; гидроксиды калия и натрия), так и в виде сухих веществ (перманганат калия, карбонат или оксалат калия). В коробочке с фиксаналами имеется стеклянный боек и стеклянная палочка. Приготовление раствора из фиксанала заключается в том, чтобы количественно перенести содержимое ампулы в мерную колбу емкостью 1 дм³, растворить, довести объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать.

Выполнение работы: Ампулу тщательно моют и ополаскивают дистиллированной водой. В чистую мерную колбу емкостью 1,00 дм³ вставляют воронку и в нее вкладывают стеклянный боек так, чтобы острый конец его был обращен вверх. Затем разбивают дно ампулы, ударяя об боек. Верхнюю часть ампулы пробивают стеклянной палочкой и дают содержимому ее полностью вытечь или высыпаться в

колбу. Через образовавшееся отверстие ампулу тщательно промывают дистиллированной водой. Ополаскивают ампулу с внешней стороны и обмывают воронку. Убрав воронку, доводят объем жидкости в колбе дистиллированной водой до метки. Приготовленный раствор тщательно перемешивают.

Практическое занятие **Приготовление растворов приблизительной концентрации**

Приготовление растворов для химического анализа.

Обычно при употреблении названия «раствор» имеются в виду истинные растворы. В истинных растворах растворенное вещество в виде отдельных молекул распределено среди молекул растворителя. Не все вещества растворяются одинаково хорошо в любой жидкости, т.е. растворимость различных веществ в тех или иных растворителях различна. Обычно растворимость твердых веществ увеличивается с повышением температуры, поэтому при приготовлении таких растворов во многих случаях необходимо их подогревать.

В определенном количестве каждого растворителя может быть растворено не более определенного количества данного вещества. Если приготовить раствор, содержащий в единице объема наибольшее количество вещества, которое может раствориться при данной температуре, и добавить к нему дополнительно хотя бы небольшое количество растворяемого вещества, то оно останется нерастворенным. Такой раствор называется насыщенным. Если приготовить при нагревании концентрированный раствор, близкий к насыщенному, а затем быстро, но осторожно охладить полученный раствор, осадок может не выпасть. Если в такой раствор бросить кристалл соли и перемешать или потереть стеклянной палочкой о стенки сосуда, то из раствора выпадут кристаллы соли. Следовательно, в охлажденном растворе содержалось соли больше, чем это отвечало ее растворимости при данной температуре. Такие растворы называются пересыщенными.

Свойства растворов всегда отличаются от свойств растворителя. Раствор закипает при более высокой температуре, чем чистый растворитель. Температура затвердевания, наоборот, у растворов ниже, чем у растворителя.

По характеру взятого растворителя растворы делятся на водные и неводные. К последним относятся растворы веществ в органических растворителях (спирт, ацетон, бензол, хлороформ и т. д.). Растворителем большинства солей, кислот и щелочей служит вода.

В каждом растворе содержание вещества различно, поэтому важно знать количественный состав раствора. Существуют различные способы выражения концентрации растворов: в массовых долях растворенного вещества, молях на 1 л раствора, эквивалентах на 1 л раствора, граммах или миллиграммах на 1 мл раствора и др.

Массовая доля растворенного вещества определяется в процентах. Поэтому эти растворы называются процентными растворами.

Массовая доля растворенного вещества (ω) выражает отношение массы растворенного вещества (m_1) к общей массе раствора (m).

$$\omega = (m_1/m) \times 100\%$$

Массовую долю растворенного вещества принято выражать на 100 г раствора. Следовательно, 10% раствор содержит 10 г вещества в 100 г раствора или 10 г вещества и $100 - 10 = 90$ г растворителя.

Молярная концентрация определяется количеством молей вещества в 1 л раствора. Молярной концентрацией раствора (M) называют отношение количества растворенного вещества в молях (v) к определенному объему этого раствора (V).

$$M = (v/V)$$

Объем раствора обычно выражают в литрах. В лабораториях величину молярной концентрации принято обозначать буквой М. Так, одномолярный раствор обозначается 1 М (1 моль/л), децимолярный – 0,1 М (0,1 моль/л) и т.д. Для того чтобы установить, какое количество граммов данного вещества находится в 1 л раствора заданной концентрации, необходимо знать его молярную массу (см. таблицу Менделеева). Известно, что масса 1 моль вещества численно равна его молярной массе, например молярная масса хлорида натрия равна 58,45 г/моль, следовательно, масса 1 моль NaCl равна 58,45 г. Таким образом, 1 М раствор NaCl содержит 58,45 г хлорида натрия в 1 л раствора.

Молярная концентрация эквивалента (нормальная концентрация) определяется числом эквивалентов растворенного вещества в 1 л раствора.

Разберем понятие «эквивалент». Например, в HCl содержится 1 моль атомарного водорода и 1 моль атомарного хлора. Можно сказать, что 1 моль атомарного хлора эквивалентен (или равноценен) 1 моль атомарного водорода, или эквивалент хлора в соединении HCl равен 1 моль.

Эквивалентная масса кислоты равна ее молярной массе, деленной на основность кислоты. Так, для азотной кислоты HNO₃ эквивалентная масса равна ее молярной массе. Для серной кислоты эквивалентная масса равна $98:2 = 49$. Для трехосновной фосфорной кислоты эквивалентная масса равна $98:3 = 32,6$.

Эквивалентная масса основания равна его молярной массе, деленной на степень окисления металла. Например, эквивалентная масса гидроксида натрия NaOH равна его молярной массе, а эквивалентная масса гидроксида магния Mg(OH)₂ равна $58,32:2 = 29,16$ г. Так вычисляется эквивалентная масса только для реакции полной нейтрализации. Для реакции неполной нейтрализации эта величина также будет зависеть от течения реакции.

Эквивалентная масса соли равна молярной массе соли, деленной на произведение степени окисления металла на число его атомов в молекуле соли. Так эквивалентная масса сульфата натрия равна $142: (1 \times 2) = 71$ г., а эквивалентная масса сульфата алюминия Al₂(SO₄)₃ равна $342: (3 \times 2) = 57$ г. Однако если соль участвует в реакции неполного обмена, то учитывается только число атомов металла, участвующих в реакции.

Эквивалентная масса CuSO₄ равна молярной массе (160 г). В лабораторной практике применяют название «нормальная концентрация», которая обозначается в различных формулах буквой N, а при обозначении концентрации данного раствора буквой «n». Раствор, содержащий 1 эквивалент в 1 л раствора, называется однонормальным и обозначается 1 н., содержащий 0,1 эквивалент – децинормальным (0,1 н.), 0,01 эквивалент – сантинормальным (0,01 н.).

Титр раствора – количество граммов вещества, растворенного в 1 мл раствора. В аналитической лаборатории концентрацию рабочих растворов пересчитывают непосредственно на определяемое вещество. Тогда титр раствора показывает, какому количеству граммов определяемого вещества соответствует 1 мл рабочего раствора.

Концентрацию растворов, применяемых в фотометрии так называемых стандартных растворов, выражают обычно количеством миллиграммов в 1 мл раствора.

При приготовлении растворов кислот часто применяется концентрация 1:х, показывающая, сколько объемных частей воды (X) приходится на одну часть концентрированной кислоты.

К приблизительным растворам относятся растворы, концентрация которых выражена в процентах, а также растворы кислот, концентрация которых обозначена выражением 1:х. Перед приготовлением растворов подготавливают посуду для

приготовления и хранения их. Если готовят небольшое количество раствора, которое будет использовано в течение дня, то его не обязательно переливать в бутылку, а можно оставить в колбе. На колбе необходимо написать специальным восковым карандашом (или маркером) формулу растворенного вещества и концентрацию раствора, например HCl (5%). При длительном хранении на бутылку, в которой будет храниться раствор, обязательно наклеивают этикетку с указанием, какой раствор в ней находится и когда он приготовлен.

Посуда для приготовления и хранения растворов должна быть чисто вымыта и сполоснута дистиллированной водой. Для приготовления растворов следует применять только чистые вещества и дистиллированную воду. Перед приготовлением раствора необходимо произвести расчет количества растворяемого вещества и количества растворителя. При приготовлении приблизительных растворов количество растворяемого вещества рассчитывают с точностью до десятых долей, значения молекулярных масс берут округленно до целых чисел, а при расчете количества жидкости доли миллилитра не учитывают. Техника приготовления растворов различных веществ различна. Однако при приготовлении любого приблизительного раствора навеску берут на технических весах, а жидкости отмеривают мерным цилиндром.

Приготовление растворов солей. Требуется приготовить 200 г 10% раствора нитрата калия KNO_3 . Расчет необходимого количества соли производят согласно пропорции:

$$\begin{array}{l} 100 \% - 10 \% \text{ KNO}_3 \\ 200 \text{ г} - X \text{ г KNO}_3 \end{array} \quad X = (200 \times 10) / 100 = 20 \text{ г KNO}_3$$

Количество воды: $200 - 20 = 180$ г или 180 мл.

Если соль, из которой приготовлен раствор, содержит кристаллизационную воду, то расчет будет несколько иной. Например, требуется приготовить 200 г 5% раствора CaCl_2 , исходя из $\text{CaCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$. Вначале производят расчет для безводной соли:

$$\begin{array}{l} 100 \text{ г} - 5 \text{ г CaCl}_2 \\ 200 \text{ г} - X \text{ г CaCl}_2 \end{array} \quad X = 10 \text{ г CaCl}_2$$

Молекулярная масса CaCl_2 равна 111, молекулярная масса $\text{CaCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$ – 219, следовательно, 219 г $\text{CaCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$ содержит 111 г CaCl_2 .

$$\begin{array}{l} \text{Т.е.} \quad 219 - 111 \\ \quad \quad X - 10\% \end{array} \quad X = 19,7 \text{ г. CaCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$$

Для получения требуемого раствора необходимо отвесить 19,7 г соли $\text{CaCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$. Количество воды равно $200 - 19,7 = 180,3$ г, или 180,3 мл. Воду отмеривают мерным цилиндром, поэтому десятые доли миллиметра в расчет не принимают. Следовательно, нужно взять 180 мл воды.

Раствор соли готовят следующим образом. На технических весах отвешивают необходимое количество соли. Аккуратно переносят навеску в колбу или стакан, где будут готовить раствор. Отмеривают нужное количество воды мерным цилиндром и выливают в колбу с навеской соли примерно половину отмеренного количества. Энергичным помешиванием добиваются полного растворения взятой навески, причем иногда для этого необходимо нагревание. После растворения навески добавляют остальное количество воды. Если раствор мутный, то его отфильтровывают через складчатый фильтр.

Приготовление растворов щелочей. Расчет количества щелочи, необходимого для приготовления раствора той или иной концентрации, производят так же, как для растворов солей. Однако твердая щелочь, особенно не очень хорошо очищенная, содержит много примесей, поэтому рекомендуется отвешивать щелочи в количестве, больше рассчитанного на 2-3%. Техника приготовления растворов щелочей имеет

свои особенности. При приготовлении растворов щелочей нужно соблюдать следующие правила.

1. Кусочки щелочи следует брать щипцами, пинцетом, а если необходимо взять их руками, то обязательно в резиновых перчатках. Гранулированную щелочь в виде маленьких лепешечек насыпают фарфоровой ложкой.

2. Отвешивать щелочь на бумаге нельзя; для этого следует использовать только стеклянную или фарфоровую посуду.

3. Щелочь нельзя растворять в толстостенных бутылках, так как при растворении происходит сильное разогревание раствора; бутылка может лопнуть.

Отвешенное на технических весах количество щелочи помещают в большую фарфоровую чашку или стакан. В эту посуду наливают такое количество воды, чтобы раствор имел концентрацию 35-40%. Перемешивают раствор стеклянной палочкой, пока вся щелочь не растворится. Затем раствор оставляют стоять до остывания и выпадения осадка. Осадок представляет собой примеси (в основном карбонаты), которые не растворяются в концентрированных растворах щелочей. Оставшуюся щелочь осторожно сливают в другой сосуд (лучше с помощью сифона), куда доливают нужное количество воды.

Приготовление растворов кислот. Расчеты для приготовления растворов кислот иные, чем при приготовлении растворов солей и щелочей, так как концентрация растворов кислот не равна 100% из-за содержания воды; нужное количество кислоты не отвешивают, а отмеривают мерным цилиндром. При расчетах растворов кислот используют стандартные таблицы, в которых указан процент раствора кислоты, плотность данного раствора при определенной температуре и количество этой кислоты, содержащееся в 1 л раствора данной концентрации.

Например, требуется приготовить 1 л 10% раствора HCl, исходя из имеющейся 38,0 % кислоты с плотностью 1,19. По таблице находим, что 10% раствор кислоты при комнатной температуре имеет плотность 1,05, следовательно, масса 1 л ее равна $1,05 \times 1000 = 1050$ г. Для этого количества рассчитывают содержание чистого HCl:

$$100 \% - 10 \% \text{ HCl}$$

$$1050 \text{ г} - X \text{ г HCl} \qquad X = 105 \text{ г HCl}$$

Кислота, имеющая плотность 1,19, содержит 38 г HCl, следовательно:

$$100 \text{ г} - 38 \text{ г}$$

$$X \text{ г} - 105 \text{ г}$$

$$X = 276 \text{ г или } 276 : 1,19 = 232 \text{ мл.}$$

$$\text{Количество воды: } 1000 \text{ мл} - 232 \text{ мл} = 768 \text{ мл.}$$

Часто употребляют растворы кислот, концентрация которых выражена 1:х, где х – целое число, показывающее, сколько объемов воды надо взять на один объем концентрированной кислоты. Например, раствор кислоты 1:5 означает, что при приготовлении раствора смешали 5 объемов воды с 1 объемом концентрированной кислоты.

Например, приготовить 1 л раствора серной кислоты 1:7. Всего будет 8 частей. Каждая часть равна $1000:8 = 125$ мл. Следовательно, нужно взять концентрированной кислоты 125 мл, а воды – 875 мл.

При приготовлении растворов кислот нужно соблюдать следующие правила:

1. Раствор нельзя готовить в толстостенной бутылке, так как при разбавлении кислот, особенно серной, происходит сильное разогревание. Растворы кислот готовят в колбах.

2. При разбавлении нельзя наливать воду в кислоту. В колбу наливают рассчитанное количество воды, а затем тонкой струей, постепенно, при перемешивании добавляют нужное количество кислоты. Кислоту и воду отмеривают мерными цилиндрами.

3. После остывания раствора его переливают в бутылку и наклеивают этикетку; бумажную этикетку парафинируют; можно сделать этикетку особой краской прямо на бутылках.

4. Если концентрированная кислота, из которой будут готовить разбавленный раствор, хранится долгое время, то необходимо уточнить ее концентрацию. Для этого измеряют ее плотность и по таблице находят точное содержание кислоты в растворе.

Концентрацию точных растворов выражают в виде молярной или нормальной концентрации или титром. Эти растворы обычно употребляются при аналитических работах; в физико-химических и химических исследованиях.

Навески для приготовления точных растворов рассчитывают с точностью до четвертого десятичного знака, а точность молекулярных масс соответствует той точности, с которой они приведены в справочных таблицах. Навеску берут на аналитических весах; раствор готовят в мерной колбе, т. е. количество растворителя не рассчитывают. Приготовленные растворы не следует хранить в мерных колбах, их переливают в бутылку с хорошо подобранной пробкой. Если точный раствор нужно перелить в бутылку или в другую колбу, то поступают следующим образом. Бутылку или колбу, в которую будут переливать раствор, тщательно моют, ополаскивают несколько раз дистиллированной водой и дают постоять в перевернутом виде, чтобы вода стекла, или сушат. Ополаскивают бутылку 2-3 раза небольшими порциями того раствора, который собираются переливать, а затем переливают сам раствор. Каждый точный раствор имеет свой предельный срок хранения.

Расчеты при приготовлении молярных и нормальных растворов проводят следующим образом.

Пример 1.

Требуется приготовить 2 л 0,5 М раствора Na_2CO_3 . Молярная масса Na_2CO_3 равна 106. Следовательно, 1 л 0,5 М раствора содержит 53 г Na_2CO_3 . Для приготовления 2 л необходимо взять $53 \times 2 = 106$ г Na_2CO_3 . Это количество соли будет содержаться в 2 л раствора.

Ответ: 2 л – 0,5 М – 106 г

Такой вариант записи решения задач в ряде предпочтительнее, поскольку при его записи используется логика, а не механическое повторение типовой задачи.

Пример 2.

Требуется приготовить 500 мл 0,1 н. раствора Na_2SO_4 . 1 л 0,1 н. раствора содержат 0,1 эквивалента:

1000 мл – 0,1 эквивалента

500 мл – X; $X = 0,05$ эквивалентов

Подсчитывают эквивалентную массу соли:

$E_{\text{Na}_2\text{SO}_4} = M:2 = 142,04:2 = 71,02$ г.

1 эквивалент – 71,02 г

0,05 – X г; $X = 71,02 \times 0,05 = 3,5510$ г

Для приготовления требуемого раствора необходимо взять 3,551 г Na_2SO_4 и приготовить раствор в мерной колбе вместимостью 500 мл.

Самостоятельная работа

Изучите основные понятия и способы приготовления растворов для химического анализа по плану:

Понятие «растворимость». Примеры.

Понятие «истинный» раствор.

Что такое реактив?

Правила приготовления растворов щелочей.

Правила приготовления растворов кислот.

Способы выражения концентрации растворов кислот.

Способы выражения концентрации растворов щелочей.

Способы выражения концентрации растворов солей.

Что означает термин «нормальная» концентрация и чем она определяется.

Что называют «насыщенным раствором» и «пересыщенным раствором».

Способы их приготовления.

Понятия «точный» и «приблизительный» растворы. Способы приготовления.

Способ расчета молекулярной массы соединения по таблице Менделеева.

Решите задачи (решение должно содержать как расчет количества компонентов раствора, так описание процесса его приготовления):

Приготовить 1 л 1,5 М (и Н) раствора хлорида калия.

Рассчитать и приготовить 50 г 8% раствора хлорида калия КСl.

Рассчитать и приготовить 200 г 5% раствора сульфата меди из $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Приготовить 0,15 л 0,25 н раствора фосфата калия.

Приготовить 0,3 литра 12%-ого раствора сульфата марганца.

Приготовить 0,5 г 3% водного раствора хлорида магния из шестиводного хлорида магния.

Приготовить 0,3 л раствора серной кислоты 1:8.

Приготовить 3 л 0,6 М (и Н) раствора Na_2CO_3 .

Рассчитать и приготовить 250 мл 0,02 н. раствора КСl по точно взятой навеске.

Приготовить при комнатной температуре 1200 мл 7% раствора хлороводородной кислоты, исходя из имеющейся 12% кислоты плотностью 1,09.

Плотность 7% кислоты при комнатной температуре равна 1,004.

Решите по выбору преподавателя одну из задач, ответьте на вопросы по теме «Основные понятия и способы приготовления растворов для химического анализа» и получите оценку

Практическое занятие

Приготовление растворов точной концентрации.

на примере:

Определение нормальной концентрации раствора гидроксида натрия

Цель работы: приготовить рабочий раствор щавелевой кислоты и рассчитать его концентрацию, определить нормальность NaOH.

Выполнив работу, Вы будете уметь: пользоваться мерной посудой; проводить процесс титрования, проводить анализы средней сложности по принятой методике, устанавливать и проверять несложные титры, наблюдать за работой лабораторной установки и записывать показания

Материальное обеспечение:

Реактивы и лабораторное оборудование: щавелевая кислота $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, кристаллическая, гидроксид натрия NaOH, 0,1Н раствор, фенолфталеин, индикатор, бюксы, мерные колбы на 200 мл, мерные пипетки на 10 мл, конические колбы на 200 мл, титровальная установка.

Порядок выполнения работы:

1. Прочитайте название работы и выясните смысл всех непонятных слов.

2. Прочитайте описание работы от начала до конца, не задерживаясь на уравнениях реакций. Задача первого прочтения состоит в том, чтобы выяснить,

какой химический закон или явление изучается в данной работе и каким методом проводится исследование.

3. Прочитайте по конспекту (учебнику) материал, относящийся к данной работе. Разберите уравнения реакций. Найдите ответы на контрольные вопросы.

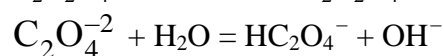
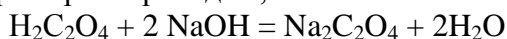
4. Разберите по методическому пособию ход работы.

5. Оформите в лабораторном журнале ход работы и результаты измерений.

6. Приведите в порядок свое рабочее место.

Краткие теоретические сведения

В качестве рабочего раствора для определения нормальности NaOH применяют щавелевую кислоту $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. При титровании слабой кислоты сильным основанием точка эквивалентности лежит в слабощелочной среде вследствие гидролиза образующейся соли, поэтому применяют индикатор фенолфталеин, у которого рН перехода 8,2 - 10.



Пример расчетов:

Раствор NaOH имеет нормальность примерно 0,1N, поэтому и раствор щавелевой кислоты следует готовить такой же концентрации. Для получения 1 л 1N кислоты требуется масса кислоты, равная ее эквиваленту:

$$\text{Э} = \frac{M_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}}{2} = \frac{126}{2} = 63 \text{ г}$$

Для получения 200 мл 0,1N кислоты требуется:

$$m = 63 \cdot 0,2 \cdot 0,1 = 1,26 \text{ г}$$

Ход работы

Приготовление рабочего раствора.

Берут навеску щавелевой кислоты 1,26 г. Навеску пересыпают через сухую воронку в мерную колбу на 200 мл. Доливают горячей дистиллированной воды примерно до половины объема колбы и перемешивают до растворения навески. Раствор охлаждают, доводят водой до метки и перемешивают.

Титрование.

Раствор NaOH наливают в бюретку. В три колбы для титрования приливают мерной пипеткой раствор щавелевой кислоты, добавляют по 2-3 капли фенолфталеина и титруют раствор NaOH до появления розовой окраски, не исчезающей при перемешивании в течение 30 сек. Разница между параллельными титрованиями не должна превышать 0,1 мл.

Форма представления результата:

Титр щавелевой кислоты - T, г/мл

Масса пустого бюкса –

Масса бюкса с навеской –

Масса навески (m) –

$$T = \frac{m}{V_K},$$

где V_K – объем мерной колбы, мл.

Нормальность щавелевой кислоты, N

$$N = \frac{T \cdot 1000}{\text{Э}}$$

Нормальность гидроксида натрия, N_{NaOH}

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{N \cdot V}{V_{\text{NaOH}}},$$

где N – нормальность щавельной кислоты;

V – объем мерной пипетки, мл;

V_{NaOH} – средний объем раствора NaOH, пошедший на титрование, мл

$$V_{\text{NaOH}} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3}$$

Вывод.

Вопросы для контроля.

1. В чем заключается метод нейтрализации.
2. Перечислите индикаторы метода нейтрализации, как правильно выбрать индикатор?
3. Что такое рабочий раствор.
4. Как приготовить и рассчитать концентрацию рабочего раствора?
5. Как рассчитывается эквивалент соли, кислоты, основания?
6. Что показывает нормальная концентрация?
7. Сформулируйте закон эквивалентов.

Практическое занятие

Изучение техники титрования

на примере:

Определение количества серной кислоты в пробе

Цель работы: найти содержание H_2SO_4 в пробе, рассчитать погрешности опыта. Научиться брать аликвотные части пробы и проводить процесс титрования

Выполнив работу, Вы будете уметь: пользоваться мерными цилиндром, пипеткой и колбой; проводить процесс титрования, проводить анализы средней сложности по принятой методике, устанавливать и проверять несложные титры, наблюдать за работой лабораторной установки и записывать показания

Материальное обеспечение:

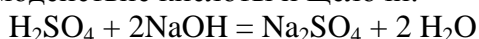
Реактивы и лабораторное оборудование: серная кислота H_2SO_4 , 1Н раствор, гидроксид натрия NaOH, 0,1Н раствор, индикатор метиловый оранжевый, мерные колбы на 200 мл, мерные пипетки на 10 мл, 15 мл., титровальная установка.

Порядок выполнения работы:

1. Прочитайте название работы и выясните смысл всех непонятных слов.
2. Прочитайте описание работы от начала до конца, не задерживаясь на уравнениях реакций. Задача первого прочтения состоит в том, чтобы выяснить, какой химический закон или явление изучается в данной работе и каким методом проводится исследование.
3. Прочитайте по конспекту (учебнику) материал, относящийся к данной работе. Разберите уравнения реакций. Найдите ответы на контрольные вопросы.
4. Разберите по методическому пособию ход работы.
5. Оформите в лабораторном журнале ход работы и результаты измерений.
6. Приведите в порядок свое рабочее место.

Краткие теоретические сведения:

В основе метода нейтрализации лежит реакция нейтрализации, т.е. взаимодействие кислоты и щелочи:



Момент окончания реакции определяют по изменению окраски индикатора метилового оранжевого с розовой на желтую.

Ход работы.

Пробу серной кислоты в количестве 15 мл отбирают пипеткой и переносят в мерную колбу. Разбавляют водой до метки и тщательно перемешивают. Затем отбирают мерной пипеткой аликвотные части приготовленной пробы и переносят в три колбы для титрования.

В каждую добавляют по 1-2 капли индикатора. Пробы титруют рабочим раствором щелочи NaOH до появления желтой окраски.

Форма представления результата:

1. Средний объем NaOH, пошедший на титрование

$V_1 -$

$V_2 -$

$V_3 -$

$$\Rightarrow V_{\text{NaOH}_{\text{ср}}}$$

2. Расчет количества H_2SO_4 в гр.

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{N_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot \mathcal{E}_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot V_K}{1000 \cdot V_a},$$

где N_{NaOH} – нормальность NaOH, Н;

V_{NaOH} - средний объем NaOH, мл;

V_K – объем мерной колбы, мл;

$\mathcal{E}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ - эквивалент H_2SO_4 , г;

V_a – объем аликвоты H_2SO_4 , мл;

$$\mathcal{E}_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{M_{\text{H}_2\text{SO}_4}}{2}$$

3. Расчет погрешностей:

$$\Delta a = |m_{\text{ист}} - m_i|$$

$$\Delta O = \frac{\Delta a}{m_{\text{ист}}} \cdot 100\%$$

Вывод.

Вопросы для контроля.

1. В чем заключается сущность титриметрического анализа?
2. Что такое реакция нейтрализации?
3. Перечислите индикаторы метода нейтрализации.
4. Для чего добавляют индикатор при титровании?
5. Как рассчитать эквивалент кислоты?
6. Что такое аликвота?

Практическое занятие

ГОСТ 31954-2012. Вода питьевая. Методы определения жесткости.

ГОСТ 4151-72
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
ВОДА ПИТЬЕВАЯ
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕЙ ЖЕСТКОСТИ

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874 и ГОСТ 4979.

1.2. Объем пробы воды для определения общей жесткости должен быть не менее 250 см³.

1.3. Если определение жесткости не может быть проведено в день отбора пробы, то отмеренный объем воды, разбавленный дистиллированной водой 1:1, допускается оставлять для определения до следующего дня.

Пробы воды, предназначенные для определения общей жесткости, не консервируют.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

- Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770 вместимостью: пипетки 10, 25, 50 и 100 см³ без делений; бюретка 25 см³.
- Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 250-300 см³.
- Капельница по ГОСТ 25336.
- Трилон Б (комплексон III, динатриевая соль этилендиамин-тетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652.
- Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.
- Аммиак водный по ГОСТ 3760, 25 %-ный раствор.
- Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456.
- Кислота лимонная по ГОСТ 3118.
- Натрий сернистый (сульфид натрия) по ГОСТ 2053.
- Натрий хлористый по ГОСТ 4233.
- Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.
- Цинк металлический гранулированный.
- Магний сернокислый - фиксанал.
- Хромоген черный специальный ЕТ-00 (индикатор).
- Хром темно-синий кислотный (индикатор).

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации чистые для анализа (ч. д. а.)

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Дистиллированная вода, перегнанная дважды в стеклянном приборе, используется для разбавления проб воды.

3.2. Приготовление 0,05 н. раствора трилона Б

9,31 г трилона Б растворяют в дистиллированной и доводят до 1 дм³. Если раствор мутный, то его фильтруют. Раствор устойчив в течение нескольких месяцев.

3.3. Приготовление буферного раствора

10 г хлористого аммония (NH₄Cl) растворяют в дистиллированной воде, добавляют 50 см³ 25 %-ного раствора аммиака и доводят до 500 см³ дистиллированной водой. Во избежание потери аммиака раствор следует хранить в плотно закрытой склянке.

3.4. Приготовление индикаторов

0,5 г индикатора растворяют в 20 см³ буферного раствора и доводят до 100 см³ этиловым спиртом. Раствор индикатора хрома темно-синего может сохраняться длительное время без изменения. Раствор индикатора хромогена черного устойчив в течение 10 суток. Допускается пользоваться сухим индикатором. Для этого 0,25 г индикатора смешивают с 50 г сухого хлористого натрия, предварительно тщательно растертого в ступке.

3.5. Приготовление раствора сернистого натрия

5 г сернистого натрия $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ или 3,7 г $\text{Na}_2\text{S}\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Раствор хранят в склянке с резиновой пробкой.

3.6. Приготовление раствора солянокислого гидроксилamina

1 г солянокислого гидроксилamina $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ растворяют в дистиллированной воде и доводят до 100 см³.

3.7. Приготовление 0,1 н. раствора хлористого цинка

Точную навеску гранулированного цинка 3,269 г растворяют в 30 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Затем доводят объем в мерной колбе дистиллированной водой до 1 дм³. Получают точный 0,1 н. раствор. Разведением этого раствора вдвое получают 0,05 н. раствор. Если навеска неточная (больше или меньше чем 3,269), то рассчитывают количество кубических сантиметров исходного раствора цинка для приготовления точного 0,05 н. раствора, который должен содержать 1,6345 г цинка в 1 дм³.

3.8. Приготовление 0,05 н. раствора сернокислого магния

Раствор готовят из фиксаля, прилагаемого к набору реактивов для определения жесткости воды и рассчитанного на приготовление 1 дм³ 0,01 н. раствора. Для получения 0,05 н. раствора содержимое ампулы растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора в мерной колбе до 200 см³.

3.9. Установка поправочного коэффициента к нормальности раствора трилона

Б

В коническую колбу вносят 10 см³ 0,05 н. раствора хлористого цинка или 10 см³ 0,05 н. раствора сернокислого магния и разбавляют дистиллированной водой до 100 см³. Прибавляют 5 см³ буферного раствора, 5-7 капель индикатора и титруют при сильном взбалтывании раствором трилона Б до изменения окраски в эквивалентной точке. Окраска должна быть синей с фиолетовым оттенком при прибавлении индикатора хрома темно-синего и синей с зеленоватым оттенком при прибавлении индикатора хромогена черного.

Титрование следует проводить на фоне контрольной пробы, которой может быть слегка перетитрованная проба.

Поправочный коэффициент (К) к нормальности раствора трилона Б вычисляют по формуле:

— , где v - количество раствора трилона Б, израсходованное на титрование, см³.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определению общей жесткости воды мешают: медь, цинк, марганец и высокое содержание углекислых и двууглекислых солей. Влияние мешающих веществ устраняется в ходе анализа.

Погрешность при титровании 100 см³ пробы составляет 0,05 моль/м³.

В коническую колбу вносят 100 см³ отфильтрованной испытуемой воды или меньший объем, разбавленный до 100 см³ дистиллированной водой. При этом суммарное количество вещества эквивалента ионов кальция и магния во взятом объеме не должно превышать 0,5 моль. Затем прибавляют 5 см³ буферного раствора, 5-7 капель индикатора или приблизительно 0,1 г сухой смеси индикатора хромогена черного с сухим натрием и сразу же титруют при сильном взбалтывании 0,05 н. раствором трилона Б до изменения окраски в эквивалентной точке (окраска должна быть синей с зеленоватым оттенком).

Если на титрование было израсходовано больше 10 см³ 0,05 н. раствора трилона Б, то это указывает что в отмеренном объеме воды суммарное количество вещества эквивалента ионов кальция и магния больше 0,5 моль. В таких случаях следует определение повторить, взяв меньший объем воды и разбавив его до 100 см³ дистиллированной водой.

Нечеткое изменение окраски в эквивалентной точке указывает на присутствие меди и цинка. Для устранения влияния мешающих веществ к отмеренной для титрования пробе воды прибавляют 1-2 см³ раствора сульфида натрия, после чего проводят испытание, как указано выше.

Если после прибавления к отмеренному объему воды буферного раствора и индикатора титруемый раствор постепенно обесцвечивается, приобретая серый цвет, что указывает на присутствие марганца, то в этом случае к пробе воды, отобранной для титрования, до внесения реактивов следует прибавить пять капель 1 %-ного раствора солянокислого гидроксиламина и далее определить жесткость, как указано выше.

Если титрование приобретает крайне затяжной характер с неустойчивой и нечеткой окраской в эквивалентной точке, что наблюдается при высокой щелочности воды, ее влияние устраняется прибавлением к пробе воды, отобранной для титрования, до внесения реактивов 0,1 н. раствора соляной кислоты в количестве, необходимом для нейтрализации щелочности воды, с последующим кипячением или продуванием раствора воздухом в течение 5 мин. После этого прибавляют буферный раствор, индикатор и далее определяют жесткость, как указано выше.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Общую жесткость воды (X), моль/м³, вычисляют по формуле:

—————, где v - количество раствора трилона Б, израсходованное на титрование, см³; V - объем воды, взятый для определения, см³.

Расхождение между повторными определениями не должно превышать 2 отн. %.

Практическое занятие

Определение количества серной кислоты в пробе

Цель работы: найти содержание H₂SO₄ в пробе, рассчитать погрешности опыта. Научиться брать аликвотные части пробы и проводить процесс титрования

Выполнив работу, Вы будете уметь: пользоваться мерными цилиндром, пипеткой и колбой; проводить процесс титрования, проводить физико-химический анализ металлов и оценивать его результаты; использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии;

Материальное обеспечение:

Реактивы и лабораторное оборудование: серная кислота H₂SO₄, 1Н раствор, гидроксид натрия NaOH, 0,1Н раствор, индикатор метиловый оранжевый, мерные колбы на 200 мл, мерные пипетки на 10 мл, 15 мл., титровальная установка.

Порядок выполнения работы:

1. Прочитайте название работы и выясните смысл всех непонятных слов.
2. Прочитайте описание работы от начала до конца, не задерживаясь на уравнениях реакций. Задача первого прочтения состоит в том, чтобы выяснить, какой химический закон или явление изучается в данной работе и каким методом проводится исследование.
3. Прочитайте по конспекту (учебнику) материал, относящийся к данной работе. Разберите уравнения реакций. Найдите ответы на контрольные вопросы.
4. Разберите по методическому пособию принцип устройства и работы приборов, которые предполагается использовать в работе.

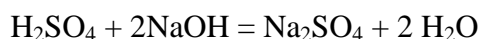
5. Начертите в лабораторном журнале принципиальную схему эксперимента и таблицы, в которые будут заноситься результаты измерений.

6. Продумайте, какой окончательный результат должен быть получен в данной лабораторной работе.

7. Приведите в порядок свое рабочее место.

Краткие теоретические сведения:

В основе метода нейтрализации лежит реакция нейтрализации, т.е. взаимодействие кислоты и щелочи:



Момент окончания реакции определяют по изменению окраски индикатора метилового оранжевого с розовой на желтую.

Ход работы.

Пробу серной кислоты в количестве 15 мл отбирают пипеткой и переносят в мерную колбу. Разбавляют водой до метки и тщательно перемешивают. Затем отбирают мерной пипеткой аликвотные части приготовленной пробы и переносят в три колбы для титрования.

В каждую добавляют по 1-2 капли индикатора. Пробу титруют рабочим раствором щелочи NaOH до появления желтой окраски.

Форма представления результата:

4. Средний объем NaOH, пошедший на титрование

$$\begin{array}{l} V_1 - \\ V_2 - \\ V_3 - \end{array} \Rightarrow V_{\text{NaOH ср}}$$

5. Расчет количества H_2SO_4 в гр.

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{N_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot \mathcal{E}_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot V_{\text{к}}}{1000 \cdot V_{\text{а}}},$$

где N_{NaOH} – нормальность NaOH, Н;

V_{NaOH} - средний объем NaOH, мл;

$V_{\text{к}}$ – объем мерной колбы, мл;

$\mathcal{E}_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ - эквивалент H_2SO_4 , г;

$V_{\text{а}}$ – объем аликвоты H_2SO_4 , мл;

$$\mathcal{E}_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{M_{\text{H}_2\text{SO}_4}}{2}$$

6. Расчет погрешностей:

$$\begin{aligned} \Delta a &= |m_{\text{ист}} - m_i| \\ \Delta O &= \frac{\Delta a}{m_{\text{ист}}} \cdot 100\% \end{aligned}$$

Вывод.

Практическое занятие

Стандартизация раствора тиосульфата натрия

Цель работы: приготовить рабочий раствор бихромата калия $K_2Cr_2O_7$, рассчитать его концентрацию, определить концентрацию раствора тиосульфата натрия $Na_2S_2O_3$.

Выполнив работу, Вы будете уметь: пользоваться мерной посудой; проводить процесс титрования, проводить физико-химический анализ металлов и оценивать его результаты; использовать химические, физико-химические методы анализа сырья и продуктов металлургии;

Материальное обеспечение:

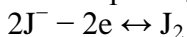
Реактивы и лабораторное оборудование: бихромат калия, $K_2Cr_2O_7$, кристаллический. Иодид калия, КИ, 5%-ый раствор. Серная кислота, H_2SO_4 , 2н раствор. Крахмал, 1%-ый раствор, свежеприготовленный. Тиосульфат натрия, $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$, 0,05н раствор. Бюксы. Мерные колбы на 200 мл. Мерные пипетки и цилиндры на 10 мл. Конические колбы на 200 мл. Титровальная установка

Порядок выполнения работы:

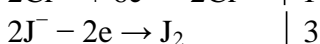
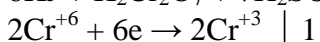
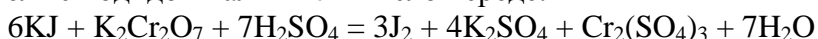
1. Прочитайте название работы и выясните смысл всех непонятных слов.
2. Прочитайте описание работы от начала до конца, не задерживаясь на уравнениях реакций. Задача первого прочтения состоит в том, чтобы выяснить, какой химический закон или явление изучается в данной работе и каким методом проводится исследование.
3. Прочитайте по конспекту (учебнику) материал, относящийся к данной работе. Разберите уравнения реакций. Найдите ответы на контрольные вопросы.
4. Разберите по методическому пособию принцип устройства и работы приборов, которые предполагается использовать в работе.
5. Начертите в лабораторном журнале принципиальную схему эксперимента и таблицы, в которые будут заноситься результаты измерений.
6. Продумайте, какой окончательный результат должен быть получен в данной лабораторной работе.
7. Приведите в порядок свое рабочее место.

Краткие теоретические сведения:

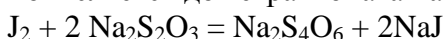
Йодометрический метод анализа основан на реакциях, в ходе которых образуется или расходуется йод:



Йод выделяется в реакции замещения в результате взаимодействия окислителя с иодидом калия КИ в кислой среде:



Далее йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия $Na_2S_2O_3$, который при этом окисляется до тетрагидратата натрия $Na_2S_4O_6$:



Количество $Na_2S_2O_3$, израсходованное на титрование выделившегося йода, эквивалентно количеству окислителя, находящегося в растворе.

Реакцию замещения проводят в темноте, так как на свету ионы йода I^- взаимодействуют с кислородом воздуха. Реакционную смесь выдерживают некоторое время, так как скорость реакции мала, и колбу закрывают крышкой для предотвращения улетучивания образовавшегося йода.

В качестве рабочих растворов в йодометрии используют растворы тиосульфата натрия и йода. Приготовить раствор $Na_2S_2O_3$ путем взятия точной

навески нельзя, так как эта соль при хранении разлагается под действием света и воздуха. Поэтому раствор $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ вначале готовят примерной концентрации, выдерживают несколько дней, после этого устанавливают точную концентрацию.

В качестве индикатора в методе применяют раствор крахмала, который образует с йодом адсорбционный комплекс синего цвета. Крахмал добавляют к раствору в конце титрования, иначе он слишком сильно поглощает избыток йода, что вызывает ошибку в определении точки эквивалентности.

Расчет навески.

Готовим 0,05н раствор бихромата калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Для получения 1 л 1н раствора требуется масса соли, равная ее эквиваленту:

$$\Xi = \frac{M(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)}{6} = \frac{294,2}{6} = 49 \text{ г}$$

Для получения 200 мл 0,05н раствора требуется:

$$m = 49 \cdot 0,2 \cdot 0,05 = 0,49 \text{ г}$$

Ход работы

Приготовление рабочего раствора.

Берут навеску бихромата калия 0,5г. Навеску пересыпают через сухую воронку в мерную колбу на 200 мл. Доливают дистиллированной воды примерно до половины объема колбы и перемешивают до растворения навески. Раствор доводят водой до метки и перемешивают.

Проведение реакции замещения.

В три колбы для титрования приливают по 10мл раствора иодида калия KI, 10 мл раствора серной кислоты и мерной пипеткой 10 мл приготовленного раствора бихромата калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Реакционную смесь накрывают крышкой и оставляют стоять 5 минут в темном месте.

Титрование.

Раствор тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ наливают в бюретку. В колбы для титрования приливают по 100 мл воды и быстро титруют раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ до бледно-желтой окраски. Затем добавляют 2–3 мл раствора крахмала и продолжают титровать при энергичном перемешивании до исчезновения синей окраски.

Форма представления результата:

1. Титр бихромата калия – T , г/мл
Масса пустого бюкса –
Масса бюкса с навеской –
Масса навески (m) –

$$T = \frac{m}{V_K},$$

где V_K – объем мерной колбы, мл.

2. Нормальность бихромата калия, N

$$N = \frac{T \cdot 1000}{\Xi}$$

3. Нормальность тиосульфата натрия, $N_{\text{тио}}$

$$N_{\text{тио}} = \frac{N \cdot V}{V_{\text{тио}}},$$

где N – нормальность бихромата калия;

V – объем аликвоты, мл;

$V_{\text{тио}}$ – средний объем раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, пошедший на титрование, мл

$$V_{\text{тио}} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3}$$

Вывод

Модуль 2. Рефрактометрический метод анализа

Практическое занятие

Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ в соке. ГОСТ ISO 2173-2013 Продукты переработки фруктов и овощей. Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ

ГОСТ ISO 2173-2013

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ФРУКТОВ И ОВОЩЕЙ

Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ

Дата введения 2015-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ в продуктах переработки фруктов и овощей.

Метод применим для густых продуктов, для продуктов, содержащих взвешенные частицы, и для продуктов с большим содержанием сахара. Применительно к продуктам, содержащим другие растворенные вещества помимо сахара, результат испытания, полученный данным методом, представляет собой условную величину, для удобства принимаемую за содержание растворимых сухих веществ.

Примечание - Для определения растворимых сухих веществ во фруктовых соках, не содержащих взвешенных частиц, и в концентрированных осветленных соках применим пикнометрический метод, изложенный в ISO 2172.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

2.1 содержание растворимых сухих веществ, определенное рефрактометрическим методом: Концентрация сахарозы в водном растворе с показателем преломления, равным показателю преломления исследуемого раствора при установленной температуре и установленных условиях определения.

Примечание - Содержание растворимых сухих веществ выражают в виде массовой доли в процентах.

3 Принцип

Показатель преломления анализируемого раствора измеряют при температуре $(20,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ на рефрактометре. Массовую долю растворимых сухих веществ (в

пересчете на сахарозу), соответствующую найденному показателю преломления раствора, находят по таблицам (см. приложение А), или определяют прямым считыванием массовой доли растворимых сухих веществ по шкале рефрактометра.

4 Реактивы

Для проведения анализа используют только реактивы установленной аналитической чистоты.

4.1 Вода

Используемая вода должна пройти двойную перегонку на установке из боросиликатного стекла или, по крайней мере, быть эквивалентной чистоты.

5 Аппаратура

При проведении анализа используют общепотребительное лабораторное оборудование, в частности, перечисленное ниже.

5.1 Рефрактометр

Используют один из следующих рефрактометров:

5.1.1 Рефрактометр, шкала которого градуирована в единицах показателя преломления, ценой деления 0,001 и точностью снятия показаний до 0,0002.

Такой рефрактометр должен быть отрегулирован таким образом, чтобы при температуре $(20,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ для дистиллированной воды показатель преломления составлял 1,333.

5.1.2 Рефрактометр, шкала которого градуирована в единицах массовой доли сахарозы, ценой деления 0,10%.

Такой рефрактометр должен быть отрегулирован таким образом, чтобы при температуре $(20,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ для дистиллированной воды значение массовой доли растворимых сухих веществ (сахарозы) было равно нулю.

5.2 Средства для обеспечения циркуляции воды и поддержания температуры призм рефрактометра (см. 5.1.1 или 5.1.2) в диапазоне температур $(20,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$, которая является референтной (см. 8.1).

5.3 Стакан лабораторный вместимостью 250 см³.

6 Отбор проб

Необходимо, чтобы проба, поступающая в лабораторию, была представительной и не подверглась порче при транспортировании или хранении.

7 Проведение анализа

7.1 Приготовление раствора для анализа

7.1.1 Прозрачные жидкие продукты

Тщательно перемешивают лабораторную пробу и непосредственно используют ее для определения.

7.1.2 Полугустые продукты (пюре и другие)

Тщательно перемешивают лабораторную пробу. Отжимают часть пробы через сложенную вчетверо марлю, отбрасывают первые капли, а остаток жидкости используют на определение.

7.1.3 Густые продукты (джемы, желе и другие)

В заранее взвешенный стакан (см. 5.3) отбирают с точностью до 0,01 г подходящее количество (до 40 г) лабораторной пробы и добавляют от 100 до 150 см³ воды. Нагревают содержимое стакана до кипения и кипятят в течение 2-3 мин, помешивая стеклянной палочкой. Охлаждают содержимое и тщательно перемешивают.

Через 20 мин взвешивают анализируемую пробу с точностью до 0,01 г, фильтруют через складчатый фильтр или воронку Бюхнера в сухой сосуд. Фильтрат оставляют для определения.

7.1.4 Замороженные продукты

После размораживания пробы и удаления, если необходимо, косточек, зернышек и твердых стенок семенных камер перемешивают пробу с жидкостью, образовавшейся при размораживании, и продолжают далее в соответствии с 7.1.2 или 7.1.3.

7.1.5 Сушеные продукты

Режут часть отобранной пробы на мелкие кусочки. Удаляют, при необходимости, косточки, зернышки и твердые стенки семенных камер и тщательно перемешивают. Затем взвешивают от 10 до 20 г анализируемой пробы в ранее взвешенный стакан с точностью до 0,01 г. Добавляют воду в количестве, в 5-10 раз превышающем массу пробы, и помещают на кипящую водяную баню на 30 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой. При необходимости увеличивают время нагревания, пока смесь не станет гомогенной. Охлаждают содержимое стакана и тщательно перемешивают.

Через 20 мин полученную смесь взвешивают с точностью до 0,01 г, затем фильтруют в сухой сосуд. Фильтрат используют для определения.

Если анализируемый раствор получился очень темным для считывания показаний рефрактометра, его разбавляют концентрированным раствором сахара (не допускается использовать для этой цели воду). Смешивают взвешенные количества анализируемого раствора с раствором чистого сахара приблизительно такой же концентрации (см. [1]).

7.2 Определение

Налаживают систему циркуляции воды (см. 5.2) так, чтобы температура призм рефрактометра (см. 5.1.1 или 5.1.2) в процессе определения сохранялась постоянной в пределах $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ в диапазоне температур от 15°C до 25°C .

Доводят температуру анализируемого раствора (см. 7.1) до температуры измерения. Наносят 2-3 капли на неподвижную призму рефрактометра (см. 5.1.1 или 5.1.2) и сразу же накрывают подвижной призмой. Освещают поле зрения надлежащим способом. Использование лампы с парами натрия позволяет получать более точные результаты, особенно при анализе окрашенных или темных продуктов.

Подводят линию, разделяющую темное и светлое поле в окуляре, точно на перекрестье в окошке окуляра и считывают показатель преломления, либо массовую долю сахарозы в зависимости от используемого рефрактометра (см. 5.1.1 или 5.1.2).

8 Обработка результатов

8.1 Поправки

8.1.1 Если определение растворимых сухих веществ выполнено при температуре, отличающейся от $(20,0 \pm 0,5)^{\circ}\text{C}$, то вносят следующие поправки:

а) Для шкалы, градуированной в единицах показателя преломления (см. 5.1.1), вычисления проводят по формуле

$$n_D^{20} = n_D^t + 0,0013(t - 20), \quad (1)^*$$

где - - показатель преломления при 20°C ;

- показатель преломления при температуре измерения;
- температура измерения, $^{\circ}\text{C}$;

б) Для шкалы, градуированной в единицах массовой доли сахарозы (см. 5.1.2), результат корректируют по таблице А.1 приложения А.

* Согласно [письму Росстандарта от 05.07.2017 г. N 10970-АС/03](#) при проведении подсчета по формуле в п.8.1.1 следует использовать расчетный коэффициент 0,00013. - Примечание изготовителя базы данных.

8.1.2 Если определение проведено в продукте с добавлением соли, показания рефрактометра, выраженные в единицах массовой доли сахарозы при температуре $(20,0 \pm 0,5)^{\circ}\text{C}$, корректируют по следующей формуле (см. [2])

$$S = (R - N) \cdot 1,016, \quad (2)$$

где - массовая доля растворимых сухих веществ по сахарозе, скорректированная на добавленное количество NaCl, %;

- показания рефрактометра в единицах массовой доли сахарозы, %;
- массовая доля хлоридов NaCl, %;

1,016 - поправочный коэффициент на добавленную поваренную соль.

8.1.3 Если определение выполнено в продуктах с высоким содержанием кислоты в таких, как цитрусовые соки и концентрированные цитрусовые соки, показания рефрактометра, выраженные в единицах массовой доли сахарозы при температуре $(20,0 \pm 0,5)^\circ\text{C}$, корректируют, добавляя к ним результат следующего выражения (см. [3])

$$0,012 + 0,193 \cdot M - 0,0004 \cdot M^2, \quad (3)$$

где M - массовая доля кислот (титруемая кислотность), г на 100 г, при $8,1$, в расчете на безводную лимонную кислоту (см. [4]).

Вычисленные значения для данного выражения приведены в таблице А.2 приложения А.

8.2 Вычисления

8.2.1 Рефрактометр, шкала которого градуирована в единицах показателя преломления

8.2.1.1 По таблице А.3 приложения А находят массовую долю растворимых сухих веществ, соответствующую значению показателя преломления, определенному по 7.2, корректируют, если необходимо, в соответствии с 8.1.1а). Если испытания проводят с жидким или полугустым продуктом по 7.1.1 или 7.1.2, массовая доля растворимых сухих веществ равна найденному числу. Если определение выполняют с разбавленным раствором по 7.1.3 или 7.1.5, массовую долю растворимых сухих веществ X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{P \cdot m_1}{m_0}, \quad (4)$$

где X - массовая доля растворимых сухих веществ в разбавленном растворе, %;

P - масса анализируемой пробы после разбавления (см. 7.1.3 или 7.1.5), г;

m - масса анализируемой пробы перед разбавлением (см. 7.1.3 или 7.1.5), г.

8.2.1.2 При определении темноокрашенных растворов (см. 7.1.5), разбавленным концентрированным раствором сахара, массовую долю растворимых сухих веществ X_1 , %, вычисляют по формуле (см. ссылку [1])

$$X_1 = \frac{[(m_W + m_B)C - m_B D]}{m_W}, \quad (5)$$

где m - масса пробы, взятой для разбавления раствором сахара, г;

m_W - масса раствора сахара, используемого при разбавлении, г;

C - массовая доля растворимых сухих веществ в смеси $(m_W + m_B)$, полученная по показателю преломления, %;

D - массовая доля растворимых сухих веществ в чистом растворе сахара, полученная по показателю преломления, %.

Результат определения записывают до первого десятичного знака.

8.2.2 Рефрактометр, шкала которого градуирована в единицах массовой доли сахарозы

При определении жидкого или полугустого продукта (см. 7.1.1 или 7.1.2) массовая доля сухих растворимых веществ по сахарозе равна величине, считываемой по шкале по 8.1.1б). Если определение проводят в разбавленном растворе (см. 7.1.3 или 7.1.5), массовую долю растворимых сухих веществ вычисляют по формуле, приведенной в 8.2.1.1, или по формуле, приведенной в 8.2.1.2 - для темноокрашенных растворов, разбавленных раствором сахара (см. 7.1.5).

Результат определения записывают до первого десятичного знака.

9 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных определений, полученными одним методом на идентичном объекте определений в одной лаборатории одним оператором с использованием одного оборудования в течение короткого промежутка времени, превышение показателя 0,5 г растворимых сухих веществ на 100 г или 100 см³ продукта не должно выявляться более чем в 5% случаев.

10 Протокол результатов определений

Протокол результатов определений должен содержать следующие сведения:

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- использованный способ отбора пробы (если он известен);
- использованный метод определения со ссылкой на настоящий стандарт;
- все операции, не оговоренные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, которые могли повлиять на результат определения;
- полученные результаты определения;
- если была определена повторяемость, то окончательную оценку полученного результата.

Приложение А (обязательное)

Таблицы поправок

Таблица А.1 - Корректировка показаний рефрактометра по шкале, градуированной по сахарозе, при температуре измерения, отличающейся от (20,0±0,5)°С

Температура, °С	Массовая доля растворимых сухих веществ, %, на шкале рефрактометра									
	5	10	15	20	25	30	40	50	60	70
	От показания прибора следует вычитать									
15	0,29	0,31	0,33	0,34	0,34	0,35	0,37	0,38	0,39	0,40
16	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,28	0,30	0,30	0,31	0,32
17	0,18	0,19	0,20	0,21	0,21	0,21	0,22	0,23	0,23	0,24
18	0,13	0,13	0,14	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,16	0,16
19	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08

	К показанию прибора следует прибавить									
21	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
22	0,13	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16
23	0,20	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24
24	0,27	0,28	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32
25	0,35	0,36	0,37	0,38	0,38	0,39	0,40	0,40	0,40	0,40

Таблица А.2 - Поправка на кислотность для соков и концентрированных соков из цитрусовых фруктов

Массовая доля титруемых кислот (при 8,1) в расчете на безводную лимонную кислоту, (г/100 г)	Поправка, %
0,4	0,08
0,6	0,12
0,8	0,16
1,0	0,20
1,2	0,24
1,4	0,28
1,6	0,32
1,8	0,36
2,0	0,39
2,2	0,43
2,4	0,47
2,6	0,51
2,8	0,55
3,0	0,58
3,2	0,62
3,4	0,66
3,6	0,70
3,8	0,74
4,0	0,78
4,2	0,81
4,4	0,85
4,6	0,89
4,8	0,93
5,0	0,97
5,2	1,01
5,4	1,04
5,6	1,07
5,8	1,11
6,0	1,15
6,2	1,19
6,4	1,23
6,6	1,27
6,8	1,30
7,0	1,34
Поправки должны быть добавлены к показаниям рефрактометра, градуированного в единицах сахарозы, полученным при температуре (20,0±0,5)°С.	

Таблица А.3 - Показатель преломления, соответствующий массовой доле сухих растворимых веществ по сахарозе

Показатель преломления	Массовая доля растворимых сухих веществ (сахароза), %
1,3330	0
1,3344	1
1,3359	2
1,3373	3
1,3388	4
1,3403	5
1,3418	6
1,3433	7
1,3448	8
1,3463	9
1,3478	10
1,3494	11
1,3509	12
1,3525	13
1,3541	14
1,3557	15
1,3573	16
1,3589	17
1,3605	18
1,3622	19
1,3638	20
1,3655	21
1,3672	22
1,3689	23
1,3706	24
1,3723	25
1,3740	26
1,3758	27
1,3775	28
1,3793	29
1,3811	30
1,3829	31
1,3847	32
1,3865	33
1,3883	34
1,3902	35

1,3920	36
1,3939	37
1,3958	38
1,3978	39
1,3997	40
1,4016	41
1,4036	42
1,4056	43
1,4076	44
1,4096	45
1,4117	46
1,4137	47
1,4158	48
1,4179	49
1,4201	50
1,4222	51
1,4243	52
1,4265	53
1,4286	54
1,4308	55
1,4330	56
1,4352	57
1,4374	58
1,4397	59
1,4419	60
1,4442	61
1,4465	62
1,4488	63
1,4511	64
1,4535	65
1,4558	66
1,4582	67
1,4606	68
1,4630	69
1,4654	70
1,4679	71
1,4703	72
1,4728	73
1,4753	74
1,4778	75

1,4803	76
1,4829	77
1,4854	78
1,4880	79
1,4906	80
1,4933	81
1,4959	82
1,4985	83
1,5012	84
1,5039	85

Библиография

- [1] AOAC Official Method 932.14, *Solids in syrups*. AOAC Official Methods of Analysis 1995, 44.1.04
- [2] AOAC Official Method 970.59, *Solids (Soluble) in Tomato Products: Refractive index method*. AOAC Official Methods of Analysis 1995, 42.1.10
- [3] EN 12143:1996, *Fruit and vegetable juices Estimation of soluble solids content Refractometric method*
- [4] ISO 750:1998, *Fruit and vegetable products Determination of titratable acidity*
- [5] ISO 2172:1983, *Fruit juice Determination of soluble solids content Pycnometric method*

Практическое занятие
Определение концентрации сахарозы в прозрачных сиропах
рефрактометрическим методом. ГОСТ 15113.6-77 Концентраты пищевые.
Методы определения сахарозы

ГОСТ 15113.6-77
Группа Н39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
 КОНЦЕНТРАТЫ ПИЩЕВЫЕ
 Методы определения сахарозы

Дата введения 1979-01-01

Настоящий стандарт распространяется на пищевые концентраты, в рецептуру которых входит сахар-песок или сахар-рафинад, и устанавливает методы определения массовой доли сахарозы.

Сахароза - тростниковый или свекловичный сахар. Как пищевой продукт вырабатывается в виде кристаллического белого сахара-песка с массовой долей сахарозы 99,90% или сахара-рафинада, в котором массовая доля сахарозы 99,75%.

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Отбор и подготовку проб проводят по [ГОСТ 15113.0-77](#).

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ САХАРОЗЫ ПЕРМАНГАНАТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

2.1. Сущность метода

Метод основан на объемном определении массы сахаров до инверсии (редуцирующих сахаров) и после инверсии (суммы инвертного сахара-сахарозы и редуцирующих сахаров), а также их способности восстанавливать в щелочной среде соли меди (II) до оксида меди (I). Массовую долю восстановленной сахарозы определяют по объему раствора перманганата калия, израсходованному на титрование соли железа (II) - продукта взаимодействия соли железа (III) и оксида меди (I).

2.2. Аппаратура, реактивы и материалы

Весы лабораторные общего назначения по [ГОСТ 24104-88*](#) с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности; с наибольшим пределом взвешивания 1,0 кг, 3-го класса точности.

Баня водяная или термостат, позволяющий поддерживать температуру в пределах от 30 до 80 °С с отклонением до 0,5 °С от заданной.

Насос Комовского или масляный, или насос водоструйный по [ГОСТ 25336-82](#).

Бюретки вместимостью 25 и 50 см³ с ценой деления 0,1 см³.

Воронки стеклянные по [ГОСТ 25336-82](#).

Колбы мерные по [ГОСТ 1770-74](#) вместимостью 100, 250 и 1000 см³, исполнения 2, 2-го класса точности.

Колбы с тубусом по [ГОСТ 25336-82](#) вместимостью 500 см³.

Колбы конические по [ГОСТ 25336-82](#) вместимостью 250 см³.

Пипетки мерные, исполнения 2, 1-го класса точности вместимостью 1, 5, 20 и 50 см³.

Термометр стеклянный технический с диапазоном измерения от 0 до 100 °С с ценой деления 1 °С или термометр стеклянный жидкостный (нертутный) с диапазоном измерения от минус 20 до плюс 100 °С с ценой деления 1 °С по [ГОСТ 28498-90](#).

Воронка фильтрующая тип ВФ, Пор-10 по [ГОСТ 25336-82](#).

Цилиндры мерные по [ГОСТ 1770-74](#), вместимостью 10, 50 и 250 см³.

Трубка Аллина (для приготовления асбестового фильтра).

Часы песочные на 3 мин.

Плитка электрическая нагревательная по [ГОСТ 14919-83](#).

Аммоний щавелевокислый по [ГОСТ 5712-78](#), х.ч., или натрий щавелевокислый по [ГОСТ 5839-77](#), х.ч.

Натрия гидроокись (гидроксид) по [ГОСТ 4328-77](#), раствор массовой концентрацией 100 и 200 г/дм³.

Калий марганцовоокислый по [ГОСТ 20490-75](#).
Калий-натрий винноокислый по [ГОСТ 5845-79](#).
Квасцы железоаммонийные по НД, насыщенный на холоде раствор.
Кислота соляная по [ГОСТ 3118-77](#), х.ч., плотностью 1,19 г/см³ и 1,103 г/см³.
Кислота серная по [ГОСТ 4204-77](#), х.ч., плотностью 1,84 г/см³.
Кислота азотная по [ГОСТ 4461-77](#), х.ч., плотностью 1,41 г/см³.
Медь серноокислая по [ГОСТ 4165-78](#).
Метиловый красный.
Цинк серноокислый по [ГОСТ 4174-77](#), раствор массовой концентрацией 300 г/дм³.
Асбест крупно- и мелковолокнистый.
Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709-72](#).
Калий железистосинеродистый 3-водный по [ГОСТ 4207-75](#), раствор массовой концентрацией 150 г/дм³.
Стаканы стеклянные по [ГОСТ 25336-82](#), вместимостью 25, 50 см³.
Капельница лабораторная стеклянная по [ГОСТ 25336-82](#).
Бумага фильтровальная лабораторная по [ГОСТ 12026-76](#).
Бумага индикаторная универсальная.

Примечание. Допускается применение импортных приборов, метрологические характеристики которых не ниже отечественных аналогов.

2.1, 2.2. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. *Приготовление насыщенного раствора железоаммонийных квасцов*

К 250 см³ раствора железоаммонийных квасцов, насыщенного на холоде, прибавляют 25 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор перемешивают, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят дистиллированной водой до метки.

Раствор квасцов не должен содержать солей железа (II), наличие которых проверяют добавлением к 20 см³ раствора квасцов одной-двух капель раствора марганцовокислого калия (при полном окислении солей железа (II) розовый цвет раствора от добавленного окислителя не должен обесцвечиваться в течение 1 мин, в противном случае следует добавить 1-2 капли раствора окислителя).

(Измененная редакция, Изм. N 2).

2.3.2. *Приготовление раствора марганцовокислого калия*

5 г марганцовокислого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,0004 г, растворяют в 1 дм³ предварительно прокипяченной дистиллированной воды.

Раствор переливают в темную склянку и выдерживают не менее 8 сут. 1 см³ раствора соответствует 10 мг меди.

Для установления титра марганцовокислого калия около 0,25 г щавелевокислого аммония или натрия, взвешенных с погрешностью не более 0,0001 г, растворяют в 100 см³ дистиллированной воды в конической колбе и добавляют 2 см³ серной кислоты. Раствор нагревают на водяной бане до (85±5) °С и титруют раствором марганцовокислого калия до розовой окраски.

Титр марганцовокислого калия T_{KMnO_4} выражают в миллиграммах меди в 1 см³ и вычисляют по формуле

$$T_{\text{KMnO}_4} = \frac{m \cdot K \cdot 1000}{V},$$

где m - масса навески щавелевокислого аммония или натрия, г;

K - коэффициент пересчета щавелевокислых солей на медь (для щавелевокислого аммония $K=0,8951$; для щавелевокислого натрия $K=0,9488$);

V - объем раствора марганцовокислого калия, израсходованного на титрование, см³.
(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

2.3.3. Приготовление сернокислой меди (раствор Фелинга N 1)

Навеску массой 40 г сернокислой меди растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³.

2.3.4. Приготовление виннокислого калия-натрия - соль сегнетова (раствор Фелинга N 2)

Навеску массой 200 г сегнетовой соли растворяют при слабом нагревании в 400-500 см³ дистиллированной воды и фильтруют через складчатый фильтр. Фильтрат охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют раствор 150 г гидроксида натрия и 200-300 см³ дистиллированной воды, перемешивают и доводят общий объем до метки.

2.3.5. Приготовление асбестового фильтра

Стеклянную трубку Аллина при помощи резиновой пробки вставляют в колбу для отсасывания, соединенную с насосом, в трубку помещают стеклянный шарик с отростком и небольшой слой крупноволокнистого асбеста; приводят в действие насос и в трубку наливают взмученный в воде мелковолоконистый асбест в таком количестве, чтобы в трубке образовался слой асбеста высотой в 1 см. Для уплотнения асбест слегка отжимают стеклянной палочкой.

Примечание. Асбест предварительно обрабатывают крепким раствором азотной кислоты, затем раствором гидроксида натрия массовой концентрацией 200 г/дм³, хорошо промывают горячей водой, просушивают и прокаливают. Асбест "для тиглей Гуча" обработки не требует.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

Модуль 3. Потенциометрический метод анализа

Практическое занятие

Градуировка рН-метра и определение рН дистиллированной воды». ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия.

Выбор калибровочного раствора для рН метра

Если Ваш прибор калибруется механически по одной точке (все бюджетные модели), то оптимальный выбор — концентрат растворов со значением рН, близким к значениям измеряемой жидкости. Например, для водопроводной воды это будет концентрат 6.86 рН или 7.

Для устройств с автоматической калибровкой кислотность калибровочных растворов указана в инструкции к прибору.

Одни калибровочные четыре раствора рН

Почему калибровку необходимо производить при температуре 25 °С ?

Дело в том, что кислотность раствора зависит от его температуры. Например, при 10°С значение калибровочного раствора 6.86рН будет равно 6.92рН, а при 50°С — 6.83рН. Поэтому и калибровку рН метров нужно производить строго при определенной температуре.

При этой же температуре рекомендуется производить и измерения кислотности, даже если рН-метр имеет функцию термокомпенсации.

Правила калибровки

- Буферный раствор должен быть всегда свежим. Можно приобрести его в виде порошка и в нужный момент растворять в дистиллированной воде;
- Калибровку нужно проводить в диапазоне, который будет выпадать в проверяемой среде. К примеру, планируется мерить показания кислотности воды, значит калибровка должна производиться по среднему значению (если диапазон: рН 6,0 до рН 8,0, оптимальное значение при калибровке — рН 7,0). Наиболее распространенными точками для калибрования является 4,0, 7,0, 10,0;
- Чтобы получить максимально достоверные данные при будущих измерениях требуется калибровку проводить в трех или минимум в 2 точках.

Сам процесс достаточно прост. Приборы, которые имеют аналоговый тип настройки, нужно отрегулировать отверткой до совпадения значения с показателем калибровочного раствора. При цифровом типе требуется слегка надавить на стрелку до получения нужного результата. Многие современные устройства имеют функцию самостоятельной калибровки и могут автоматически распознать данные раствора и настроить себя. Конечно, это удобно, но, желательно, чтобы имелась возможность регулировки пользователем для устранения неполадок или возможных неточностей.

Следует соблюдать периодичность калибровки. Она зависит от того, насколько часто происходит эксплуатация. Если измерения производятся практически ежедневно, то она проводится 1/нед. и обязательна внеочередная в следующих случаях:

- Редкая эксплуатация, то есть прибором не пользовались уже месяц;
- Возникли подозрения касательно правильности показаний;
- Производится замер в ядовитых средах;
- Измерения проводятся в нескольких типах жидкостей и значения сильно разнятся, то есть широк диапазон данных;
- Была произведена замена электрода

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ВОДА ДИСТИЛЛИРОВАННАЯ

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по [ГОСТ 30813](#), а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 вода дистиллированная: Очищенная вода, характеристики которой соответствуют требованиям настоящего стандарта.

4 Технические требования

4.1 Характеристики

4.1.1 Дистиллированная вода должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

4.1.3 По физико-химическим показателям дистиллированная вода должна соответствовать следующим требованиям

рН воды от 5,0 до 7,0

Практическое занятие

Определение титруемой кислотности потенциметрическим методом ГОСТ 33313-2015 Продукция соковая Определение формольного числа методом потенциметрического титрования.

ГОСТ 33313-2015

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение формольного числа методом потенциметрического титрования
Дата введения 2017-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые и овощные соки, нектары и сокодержущие напитки, фруктовые и овощные концентрированные соки, пюре и концентрированные пюре, морсы и концентрированные морсы, в том числе обогащенные и предназначенные для детского питания (далее - соковая продукция) и устанавливает метод потенциметрического титрования для определения (измерения) формольного числа.

Диапазон измерений формольного числа - от 1 до 30 см³ раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³, расходуемого на титрование 100 см³ пробы.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 формольное число: Объем раствора гидроокиси натрия в кубических сантиметрах концентрацией 0,1 моль/дм³, расходуемый на титрование 100 см³ пробы соковой продукции.

Примечание - Формольное число косвенно характеризует суммарное содержание в соковой продукции аминокислот со свободными первичными аминогруппами (общий и аминный азот), а также свободного и связанного аммиака.

4 Сущность метода

Метод основан на связывании первичных аминогрупп аминокислот и аммиака избытком формальдегида с образованием соответствующих метиленовых производных и последующим обратным титрованием свободных карбоксильных групп раствором гидроксида натрия.

По количеству израсходованного раствора гидроокиси натрия, затраченного на нейтрализацию, определяют формольное число, при этом принимают, что количество карбоксильных групп эквивалентно количеству первичных аминогрупп, прореагировавших с формальдегидом.

Точку эквивалентности устанавливают потенциометрически при 8,1 ед. рН.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Весы неавтоматического действия по [ГОСТ OIML R 76-1](#) с пределом допускаемой погрешности однократного взвешивания $\pm 0,005$ г.

Титратор с функцией потенциометрического титрования, в комплекте с рХ-метром (иономером) с диапазоном измерений активности от минус 20,00 до 20,00 ед. рН(рХ) (потенциала от минус 2000,0 до 2000,0 мВ) и основной относительной погрешностью титрования $\pm 1,0\%$.

Электрод комбинированный стеклянный со встроенным одноключевым электродом сравнения с диапазоном измерений от 0 до 12 ед. рН при температуре 25°C.

Мешалка магнитная.

Цилиндры мерные 1-50 по [ГОСТ 1770](#).

Пипетки с одной меткой 2-2-1, 2-2-5, 2-2-10 по [ГОСТ 29169](#).

Микробюретка вместимостью 10 см³ и ценой наименьшего деления $\pm 0,02$ см³.

Колба мерная 1-1000-2 по [ГОСТ 1770](#).

Стакан лабораторный В-1-150 по [ГОСТ 25336](#).

Бумага фильтровальная по [ГОСТ 12026](#).

Натрия гидроокись по [ГОСТ 4328](#), х.ч. или стандарт-титр молярной концентрации

0,1 моль/дм³.

Формалин с массовой долей формальдегида не менее 35%.

Перекись водорода по [ГОСТ 10929](#), х.ч.

Вода по ГОСТ ISO 3696, 2-й степени чистоты.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам, а также посуды, реактивов и материалов, по качеству не хуже вышеуказанных.

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб - по [ГОСТ 26313](#), подготовка лабораторных проб - по [ГОСТ 26671](#).

6.2 Концентрированную соковую продукцию разбавляют водой до достижения значения массовой доли растворимых сухих веществ в соответствующих восстановленных соках (пюре), установленного в соответствии с [1].

6.3 Соковую продукцию из citrusовых фруктов разбавляют из расчета 5 см³ пробы на 20 см³ воды. При разведении вычисляют фактор разведения F, определяемый как отношение объема пробы после разведения к исходному объему пробы, взятому для разведения.

7 Условия проведения измерений

При подготовке к проведению измерений и проведении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С.	20±5;
- атмосферное давление, кПа	97±10;
- относительная влажность, %	от 40 до 90;
- напряжение в питающей сети, В	220±20;
- частота тока в питающей сети, Гц	50±1.

В помещениях, предназначенных для проведения измерений, не должно быть загрязненности воздуха рабочей зоны пылью, агрессивными веществами, должны отсутствовать вибрация, электромагнитные помехи или другие факторы, влияющие на измерения.

8 Подготовка к проведению измерений

8.1 Подготовка потенциометрического титратора к работе

Включение и подготовку потенциометрического титратора к работе, вывод его на рабочий режим и выключение по окончании работы осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации.

Режим работы прибора и режим титрования устанавливают в зависимости от типа применяемого оборудования в соответствии с рекомендациями изготовителя.

8.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1

моль/дм³ Для приготовления раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ содержимое ампулы стандарт-титра количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки водой по ГОСТ ISO 3696 и перемешивают.

Примечание - При отсутствии стандарт-титра приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ и установку его точной концентрации допускается проводить потенциометрически в условиях проведения измерений по [ГОСТ 25794.1](#).

8.3 Раствор формалина, нейтрализованный до (8,1±0,2) ед. рН

Формалин наливают в стакан и нейтрализуют при перемешивании путем прибавления по каплям раствора гидроокиси натрия, приготовленного по 8.2 непосредственно перед проведением измерений, до (8,1±0,1) ед. рН, регистрируя показания рХ-метра (иономера).

9 Проведение измерений

Проводят два параллельных измерения в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ISO 5725-1-2003 (подраздел 3.14).

Подготовленную по разделу 6 лабораторную пробу соковой продукции объемом 25 см³ переносят в стакан, добавляют 1 см³ перекиси водорода, в раствор погружают электроды рХ-метра (иономера), включают мешалку и титруют раствором гидроокиси натрия, приготовленным по 8.2, до значения (8,1±0,1) ед. рН. Затем, не останавливая перемешивания в нем раствора, добавляют пипеткой 10 см³ раствора формалина и через минуту после окончания реакции продолжают титрование раствором гидроокиси натрия до значения (8,1±0,1) ед. рН.

Измеряют объем раствора гидроокиси натрия, пошедший на титрование после добавления формалина, отсчитывая показания по шкале микробюретки с точностью до 0,02 см³. Если общий объем раствора гидроокиси натрия, пошедший на титрование после добавления формалина превышает 20 см³, то титрование повторяют, используя свежую порцию пробы соковой продукции объемом 25 см³ и добавляя к ней 15 см³ раствора формалина.

После каждого измерения электроды промывают водой и протирают фильтровальной бумагой.

10 Обработка и оформление результатов измерений

10.1 Формольное число X , см³, раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ на 100 см³ пробы вычисляют по формуле

$$X = 4 \cdot V(\text{NaOH}) \cdot F, \quad (1)$$

где 4 - коэффициент пересчета объема пробы соковой продукции (см. раздел 9), взятого для титрования, на объем пробы 100 см³ ;

$V(\text{NaOH})$ - объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ , пошедший на титрование после добавления раствора формалина (см. раздел 9), см³ ;

F - фактор разведения пробы соковой продукции, подготовленной по разделу 6.

Все вычисления проводят до первого десятичного знака.

10.2 За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, если относительное расхождение между ними не превышает предела повторяемости , при доверительной вероятности $P=0,95$

$$2 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \leq 0,01 \cdot r_{\text{отн}}, \quad (2)$$

где X_1, X_2 - результаты параллельных измерений формольного числа, см³ ;

$r_{\text{отн}}$ - значение предела повторяемости (см. таблицу 1), %.

Таблица 1 - Значения пределов повторяемости, воспроизводимости и критического диапазона $CR_{0,95}(4)_{\text{отн}}$ при доверительной вероятности $P=0,95$

Диапазон измерений формольного числа, см ³ , раствора $c(\text{NaOH})=0,1$ моль/дм ³ на 100 см ³ пробы	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных измерений) , %	Критический диапазон (относительное значение допускаемого расхождения между четырьмя результатами параллельных измерений) $CR_{0,95}(4)_{\text{отн}}$, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях воспроизводимости) , %
От 1 до 10 включ.	11	14	42
Св. 10 до 30 включ.	6	7	14

10.3 Если условие (2) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с методом измерений, изложенным в настоящем стандарте. За

результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов четырех параллельных измерений, если относительное расхождение между ними при соблюдении условий согласно ГОСТ ISO 5725-6-2003 (раздел 5) не превышает значения критического диапазона $CR_{0,95}$ (4) (см. таблицу 1) при доверительной вероятности $P=0,95$.

10.4 Если расхождение полученных четырех результатов параллельных измерений больше $CR_{0,95}$ (4), измерения приостанавливают и выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в полном соответствии с настоящим стандартом.

10.5 Расхождение между двумя окончательными результатами измерений, полученными в двух лабораториях ($m=2$) при соблюдении условий воспроизводимости [ГОСТ ISO 5725-1-2003 (подраздел 3.18)] относительно их среднеарифметического значения не должно превышать предела воспроизводимости (см. таблицу 1). При выполнении этого условия приемлемы оба результата, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение.

При превышении предела воспроизводимости выполняют процедуры в соответствии с ГОСТ ISO 5725-6-2003 (пункты 5.3.3-5.3.4).

10.6 Окончательный результат измерения регистрируют в протоколе испытаний согласно [ГОСТ ИСО/МЭК 17025](#) с указанием настоящего стандарта в виде

$$\bar{X} \pm \Delta, \text{ при } P=0,95, \quad (3)$$

где \bar{X} - среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений формольного числа, выполненных в условиях повторяемости, см ;

Δ - границы абсолютной погрешности измерения, см , вычисляемые по формуле

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X}, \quad (4)$$

где δ - границы относительной погрешности измерения (см. таблицу 2), %.

Числовое значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границы абсолютной погрешности, выраженное числом, содержащим не более двух значащих цифр.

11 Метрологические характеристики

Настоящий метод обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 - Значения показателей повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности результатов измерений

Диапазон измерений формольного числа, см , раствора с(NaOH)=0,1 моль/дм на 100 см пробы	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при $P=0,95$) \pm , %
От 1 до 10 включ.	4	15	31
Св. 10 до 30 включ.	2	5	14

12 Контроль качества результатов измерений в лаборатории

12.1 Контроль качества результатов измерений предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки внутрилабораторной прецизионности и погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений [на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной (промежуточной) прецизионности, погрешности].

Организацию и оценку результатов контроля осуществляют в соответствии с рекомендациями [2].

12.2 Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют по ГОСТ ISO 5725-6 и [2], используя методы контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности и погрешности по ГОСТ ISO 5725-6 с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с [ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009](#) (пункт 4.2).

13 Требования безопасности

13.1 Условия безопасного проведения работ

При выполнении измерений необходимо соблюдать правила техники безопасности: при работе в лаборатории по [ГОСТ 12.1.007](#), требования электробезопасности при работе с электроустановками - по [ГОСТ 12.1.019](#) и в соответствии с требованиями, изложенными в инструкциях по эксплуатации оборудования.

13.2 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений, обработке и оформлению результатов допускаются инженеры-химики и лаборанты, имеющие образование не ниже среднего-специального, изучившие инструкции по работе с потенциометрическим титратором и владеющие данным методом.

Библиография

- [1] [ТР ТС 023/2011](#) Технический регламент Таможенного союза "Технический регламент на соковую продукцию из фруктов и овощей"
- [2] [РМГ 76-2004](#) Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

Практическое занятие
Определение массовой доли ортофосфорной кислоты. ГОСТ 6552-80
Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия.

ГОСТ 6552-80

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Реактивы

КИСЛОТА ОРТОФOSФОРНАЯ

Технические условия

Дата введения 1982-01-01

Настоящий стандарт распространяется на ортофосфорную кислоту (кислота фосфорная), которая представляет собой бесцветную жидкость, не имеющую запаха (или прозрачные бесцветные кристаллы, расплывающиеся на воздухе).

Формула H_3PO_4 .

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) - 97,99.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2).

1.ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Ортофосфорная кислота должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям ортофосфорная кислота должна соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице.

Наименование показателя	Норма		
	Химически чистый (х.ч.) ОКП 26 1213 0023 08	Чистый для анализа (ч.д.а.) ОКП 26 1213 0022 09	Чистый (ч.) ОКП 26 1213 0021 10
1. Внешний вид и цвет	Должен выдерживать испытание по п.4.2		
2. Массовая доля ортофосфорной кислоты (H_3PO_4), %, не менее	87	85	85
3. Плотность , г/см , не менее	1,71	1,69	1,69

(Измененная редакция, Изм. N 1).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Ортофосфорная кислота по степени воздействия на организм человека относится к веществам 2-го класса опасности по [ГОСТ 12.1.005](#). Предельно допустимая концентрация продукта (по фосфорному ангидриду) в воздухе рабочей зоны производственных помещений составляет 1 мг/м . При увеличении концентрации пары ортофосфорной кислоты вызывают атрофические процессы слизистых оболочек и крошение зубов, а также воспалительные заболевания кожи.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

2.2. При работе с препаратом следует применять индивидуальные средства защиты (респиратор, резиновые перчатки, защитные очки), а также соблюдать правила личной гигиены.

2.3. Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной вентиляцией. Анализ препарата следует проводить в вытяжном шкафу лаборатории.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

2.4. При проведении анализа препарата с использованием горючего газа следует соблюдать меры противопожарной безопасности.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1а. Общие указания по проведению анализа - по [ГОСТ 27025](#).

При взвешивании применяют лабораторные весы общего назначения типов ВЛР-200 г и ВЛКТ-500 г-М или ВЛЭ-200 г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

(Введен дополнительно, Изм. N 2).

4.1. Пробы отбирают по [ГОСТ 3885](#). Масса средней пробы должна быть не менее 1800 г.

Объем ортофосфорной кислоты, необходимый для анализа, отбирают пипеткой с резиновой грушей или цилиндром с погрешностью не более 1%.

(Измененная редакция, Изм. N 2).

4.3. Определение массовой доли ортофосфорной кислоты

4.3.1. Реактивы, растворы, аппаратура и посуда

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](#).

Натрия гидроокись по [ГОСТ 4328](#), раствор концентрации $c(\text{NaOH})=0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят по [ГОСТ 25794.1](#); при определении коэффициента поправки используют смешанный индикатор метиловый красный - метиленовый голубой, который готовят по [ГОСТ 4919.1](#).

Иономер универсальный ЭВ-74 или другой прибор с пределом допускаемой основной погрешности $\pm 0,05$ pH.

Бюретка 1(3)-2-50-0,1 по [ГОСТ 29251](#).

Колба 2-250-2 по [ГОСТ 1770](#).

Пипетка 2-2-25 по [ГОСТ 29227](#).

Стакан Н-2-150 ТХС по [ГОСТ 25336](#).

Стаканчик СН-34/12 по [ГОСТ 25336](#).

Цилиндр 1(3)-100 по [ГОСТ 1770](#).

4.3.2. Проведение анализа

Около 2,5000 г (1,5 см³) препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

25 см³ полученного раствора помещают пипеткой в стакан, прибавляют 75 см³ воды и титруют из бюретки при перемешивании раствора магнитной мешалкой раствором гидроокиси натрия до pH 4,6, используя в качестве измерительного электрода - стеклянный, в качестве электрода сравнения - хлорсеребряный или насыщенный каломельный.

4.3.3. Обработка результатов

Массовую долю ортофосфорной кислоты X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,009799 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где V - объем раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³,

израсходованный на титрование, см³;

m - масса навески препарата, г;

0,009799 - масса ортофосфорной кислоты, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,3%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,5\%$ при доверительной вероятности $\alpha = 0,95$.

Модуль 4. Фотометрические методы анализа

Практическое занятие

Определение массовой концентрации меди. ГОСТ 4388-72 Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации меди.

ГОСТ 4388-72

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения массовой концентрации меди

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает колориметрические методы определения массовой концентрации меди.

Определение меди в питьевой воде проводят:

при массовой концентрации меди от 0,02 до 0,5 мг/дм³ с реактивом диэтилдитиокарбаматом натрия (определение меди в ионной форме);

при массовой концентрации меди от 0,002 до 0,06 мг/дм³ с реактивом диэтилдитиокарбаматом свинца (определение общей массовой концентрации меди);

при массовой концентрации меди от 0,1 до 1,2 мг/дм³ с реактивом пикрамин-эпсилон (определение общей массовой концентрации меди).

(Измененная редакция, Изм. N 1).

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.2. Объем пробы воды для определения меди должен быть не менее 250 см³.

1.3. Пробы воды, если они не могут быть проанализированы сразу, консервируют

добавлением 3 см³ концентрированной соляной кислоты на 1 дм³ воды.

Определение проводят не позднее чем через 3 сут.

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МЕДИ С РЕАГЕНТОМ ПИКРАМИН-ЭПСИЛОН

4.1. Сущность метода

Фотометрический метод основан на образовании в кислой среде (раствор концентрации 0,2 моль/дм³ по соляной кислоте) комплекса иона меди с реагентом

пикрамин-эпсилон (2,4-динитрофенол-(6-азо-2)-1-нафтол-3,8-дисульфокислота), окрашенного в красно-фиолетовый цвет. Определению не мешает ни один из всех возможных компонентов питьевых вод.

4.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Фотоколориметр любой марки ($\lambda = 540-550$ нм).

Кюветы стеклянные с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм.

Весы лабораторные по [ГОСТ 24104*](#), 1-го и 2-го классов точности.

Колбы мерные по [ГОСТ 1770](#), вместимостью 25, 100, 250 и 1000 см³.

Пипетки мерные по [ГОСТ 29227](#), вместимостью 1, 2, 5, 10 и 20 см³.

Стаканы стеклянные лабораторные по [ГОСТ 25336](#), вместимостью 50 см³.

Медь сернокислая по [ГОСТ 4165](#), х.ч.

Пикрамин-эпсилон, ч.д.а.

Кислота соляная по [ГОСТ 3118](#), х.ч. или ч.д.а.

Кислота аскорбиновая.

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](#).

4.3. Подготовка к анализу

4.3.1. Дистиллированную воду дополнительно перегоняют в стеклянном приборе.

4.3.2. Приготовление основного стандартного раствора сернокислой меди - по п.2.3.5.

4.3.3. Приготовление рабочего стандартного раствора сернокислой меди

Рабочий стандартный раствор готовят разбавлением основного стандартного

раствора в 50 раз дистиллированной водой. 1 см³ раствора содержит 0,002 мг.

Применяют свежеприготовленный раствор.

4.3.4. Приготовление раствора пикрамин-эпсилона

250 мг пикрамин-эпсилон помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 50-100 см³ дистиллированной воды и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в склянке из темного стекла. Срок хранения раствора реагента не более 6 мес.

4.3.5. Приготовление раствора соляной кислоты (1:1)

50 см³ концентрированной соляной кислоты помещают в мерную колбу

вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Раствор перемешивают.

4.3.6. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 25 см³ приливают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 и 13,0 см³ рабочего стандартного раствора, что соответствует 0; 2; 4; 8; 12; 16; 20 и 26 мкг меди. Далее в колбы добавляют по 10 см³ дистиллированной воды, 0,8 см³ раствора соляной кислоты (1:1), 15-20 мг аскорбиновой кислоты и все перемешивают.

Приливают 1 см³ раствора пикрамин-эпсилон, дистиллированной водой доводят объем раствора до метки, перемешивают и через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм при длине волны 540-550 нм относительно раствора холостого опыта. В качестве раствора холостого опыта используют раствор, в который медь не вводили.

Для построения градуировочного графика анализа повторяют два-три раза и вычисляют средние значения оптической плотности для каждой точки градуировочного графика. Далее строят градуировочный график зависимости средних значений оптической плотности растворов от количества меди, откладывая

по оси абсцисс количество меди в микрограммах, а по оси ординат - значения оптической плотности, либо рассчитывают уравнение регрессии. Построение градуировочного графика или расчет уравнения регрессии следует повторять для каждой новой партии всех используемых реагентов не реже одного раза в месяц.

4.4. Проведение анализа

В мерную колбу вместимостью 25 см помещают 20 см анализируемой воды, приливают 0,8 см соляной кислоты (1:1), добавляют 15-20 мг аскорбиновой кислоты, 1 см раствора пикрамин-эпсилона. Раствор перемешивают и через 5 мин измеряют оптическую плотность раствора, как указано в п.4.3.6.

Количество меди в пробе воды в микрограммах находят по градуировочному графику или по уравнению регрессии.

4.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию меди () в питьевой воде в миллиграммах на кубический дециметр вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V \cdot 1000} = \frac{C}{V},$$

где - количество меди, найденное по градуировочному графику или рассчитанное по уравнению регрессии, мкг;

1000 - коэффициент пересчета микрограммов в миллиграммы;

- объем пробы, взятый для анализа, см ;

1000 - коэффициент пересчета кубических сантиметров в кубические дециметры.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, расхождения (сходимость) между которыми не должны превышать $\pm 5\%$.

Допускаемые расхождения результатов () в процентах вычисляют по формуле

$$A = \frac{2(F_1 - F_2)}{F_1 + F_2} \cdot 100,$$

где - больший результат из двух параллельных определений;

- меньший результат из двух параллельных определений.

Суммарная погрешность определения меди не превышает $\pm 5\%$ при доверительной вероятности 0,95.

Практическое занятие
Определение массовой концентрации общего железа. ГОСТ 4011-72 с изм. №
1,2 Вода питьевая «Метод измерения массовой концентрации общего
железа».

ГОСТ 4011-72

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
ВОДА ПИТЬЕВАЯ
Методы измерения массовой концентрации общего железа

Дата введения 1974-01-01

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

- 1.1. Пробы воды отбирают по [ГОСТ 2874*](#) и [ГОСТ 24481**](#).
- 1.2. Объем пробы воды для измерения массовой концентрации железа должен быть не менее 200 см³.
- 1.3. Способы консервирования, сроки и условия хранения проб воды, предназначенных для измерения массовой концентрации общего железа, - по [ГОСТ 24481](#).

2. ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ

2.1. Сущность метода

Метод основан на взаимодействии ионов железа в щелочной среде с сульфосалициловой кислотой с образованием окрашенного в желтый цвет комплексного соединения. Интенсивность окраски, пропорциональную массовой концентрации железа, измеряют при длине волны 400-430 нм. Диапазон измерения массовой концентрации общего железа без разбавления пробы 0,10-2,00 мг/дм³. В этом интервале суммарная погрешность измерения с вероятностью $\alpha=0,95$ находится в пределах 0,01-0,03 мг/дм³.

2.2. Аппаратура, реактивы

Фотокolorиметр любого типа с фиолетовым светофильтром ($\lambda = 400-430$ нм).
Кюветы с толщиной рабочего слоя 2-5 см.

Весы аналитические лабораторные, класс точности 1, 2 по [ГОСТ 24104*](#).

Колбы мерные 2-го класса, вместимостью 50, 100, 1000 см³ по [ГОСТ 1770](#).

Пипетки мерные без делений вместимостью 50 см³ и пипетки мерные с ценой наименьшего деления 0,1-0,05 см³, вместимостью 1, 5 и 10 см³, 2-го класса по [ГОСТ 29169](#) и [ГОСТ 29227](#).

Колбы стеклянные лабораторные конические номинальной вместимостью 100 см³, типа Кн по [ГОСТ 25336](#).

Аммоний хлористый по [ГОСТ 3773](#).

Аммиак водный по [ГОСТ 3760](#), 25%-ный раствор.

Квасцы железоаммонийные по нормативно-техническому документу.

Кислота соляная по [ГОСТ 3118](#).

Кислота сульфосалициловая по [ГОСТ 4478](#).

Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](#).

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации химически чистые (х.ч.) или чистые для анализа (ч.д.а).

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Приготовление основного стандартного раствора железо-аммонийных квасцов

0,8636 г железоаммонийных квасцов $\text{FeNH}(\text{SO}_4) \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ взвешивают с точностью, не превышающей 0,0002 г по шкале весов, растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³ в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют 2,00 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ и доводят до метки дистиллированной водой. 1 см³ раствора содержит 0,1 мг железа.

Срок и условия хранения раствора - по [ГОСТ 4212](#).

2.3.2. Приготовление рабочего стандартного раствора железоаммонийных квасцов

Рабочий раствор готовят в день проведения анализа разбавлением основного раствора в 20 раз. 1 см³ раствора содержит 0,005 мг железа.

2.3.3. Приготовление раствора сульфосалициловой кислоты

20 г сульфосалициловой кислоты растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см³ в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят этой водой до метки.

2.3.4. Приготовление раствора хлористого аммония молярной концентрации 2 моль/дм³

107 г NH_4Cl растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³ в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят этой водой до метки.

2.3.5. Приготовление раствора аммиака (1:1)

100 см³ 25%-ного раствора аммиака приливают к 100 см³ дистиллированной воды и перемешивают.

2.4. Проведение анализа

При массовой концентрации общего железа не более 2,00 мг/дм³ отбирают 50 см³ исследуемой воды (при большей массовой концентрации железа пробу разбавляют дистиллированной водой) и помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³. Если пробу при отборе не консервировали кислотой, то к 50 см³ добавляют 0,20 см³ соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³. Пробу воды нагревают до кипения и упаривают до объема 35-40 см³. Раствор охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, ополаскивают 2-3 раза по 1 см³

дистиллированной водой, сливая эти порции в ту же мерную колбу. Затем к полученному раствору прибавляют 1,00 см хлористого аммония, 1,00 см сульфосалициловой кислоты, 1,00 см раствора аммиака (1:1), тщательно перемешивая после добавления каждого реактива. По индикаторной бумаге определяют значение pH раствора, которое должно быть 9. Если pH менее 9, то прибавляют еще 1-2 капли раствора аммиака (1:1) до pH 9.

Объем раствора в мерной колбе доводят до метки дистиллированной водой, оставляют стоять 5 мин для развития окраски. Измеряют оптическую плотность окрашенных растворов, используя фиолетовый светофильтр (400-430 нм) и кюветы с толщиной оптического слоя 2, 3 или 5 см, по отношению к 50 см дистиллированной воды, в которую добавлены те же реактивы. Массовую концентрацию общего железа находят по градуировочному графику.

Для построения градуировочного графика в ряд мерных колб вместимостью 50 см наливают 0,0; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 см рабочего стандартного раствора, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и анализируют, как исследуемую воду. Получают шкалу растворов, соответствующих массовым концентрациям железа 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мг/дм³.

Строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию железа, а по оси ординат - соответствующие значения оптической плотности. Построение градуировочного графика повторяют для каждой партии реактивов и не реже одного раза в квартал.

2.5. Обработка результатов

Массовую концентрацию железа (X) в анализируемой пробе, мг/дм³, с учетом разбавления вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot 50}{V},$$

где c - концентрация железа, найденная по градуировочному графику, мг/дм³;

V - объем воды, взятый для анализа, см³;

50 - объем, до которого разбавлена проба, см³.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных измерений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 25% при массовой концентрации железа на уровне предельно допустимой. Результат округляют до двух значащих цифр.

Сходимость результатов анализа (S) в процентах вычисляют по формуле

$$A = \frac{2(P_1 - P_2)}{P_1 + P_2} \cdot 100$$

где P_1 - больший результат из двух параллельных измерений;

P_2 - меньший результат из двух параллельных измерений.

Практическое занятие
Определение содержания алюминия ГОСТ 18165-2014 Вода. Методы
определения содержания алюминия.

ГОСТ 18165-2014

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
ВОДА

Методы определения содержания алюминия

Дата введения 2016-01-01

Настоящий стандарт распространяется на питьевую, в том числе расфасованную в емкости, природную и сточную воду и устанавливает следующие методы определения содержания алюминия:

- фотометрический метод с использованием пирокатахинового фиолетового в диапазоне массовой концентрации алюминия от 0,01 до 0,50 мг/дм³ в питьевой и природной воде (метод А);
- фотометрический метод с использованием алюминона в диапазоне массовой концентрации алюминия от 0,04 до 0,56 мг/дм³ в питьевой и природной воде (метод Б);
- флуориметрический метод с использованием люмогаллиона в диапазоне массовой концентрации алюминия от 0,01 до 0,50 мг/дм³ в питьевой и природной воде (метод В);
- метод атомно-абсорбционной спектроскопии с электротермической атомизацией в диапазоне массовой концентрации алюминия от 0,01 до 0,10 мг/дм³ в природной и сточной воде, в том числе очищенной (метод Г);
- метод атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой в диапазоне массовой концентрации алюминия от 0,01 до 50 мг/дм³ в природной и сточной воде, в том числе очищенной (метод Д).

Если массовая концентрация алюминия в пробе превышает верхнюю границу диапазона измерений для соответствующего метода, то пробу после обработки по 3.2 разбавляют дистиллированной водой, но не более чем в 100 раз.

Метод А может быть использован для определения растворенных форм алюминия в морской воде.

Настоящий стандарт не распространяется на определение алюминия, входящего в состав нерастворимых в воде соединений, не разрушаемых соляной или азотной кислотой (например, оксид алюминия, многие алюмосиликаты).

В мерную колбу вместимостью 1000 см³, заполненную бидистиллированной водой (см. 5.2) примерно наполовину, вносят дозатором или мерным цилиндром 4 см³ азотной кислоты и доводят до метки бидистиллированной водой.

Срок хранения приготовленного раствора - не более 6 месяцев.

5.3.5 Приготовление исходного раствора алюминия массовой концентрации 10

мг/дм³ В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят пипеткой 1 см³ стандартного образца состава раствора ионов алюминия и доводят до метки раствором азотной кислоты (5.3.4).

Срок хранения приготовленного раствора - не более 1 месяца.

5.3.6 Приготовление промежуточного раствора алюминия массовой концентрации 1 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят пипеткой 10 см³ исходного раствора алюминия (5.3.5) и доводят до метки раствором азотной кислоты (5.3.4).

Срок хранения приготовленного раствора - не более 14 суток.

5.3.7 Приготовление раствора смешанного реагента

В емкость из полимерного материала вместимостью 200 см³ вносят 70 см³ бидистиллированной воды (см. 5.2), добавляют пипеткой 1,0 см³ концентрированной азотной кислоты, затем добавляют 25,0 г сернокислого магния (см. 5.2), 5 г аскорбиновой кислоты, 0,25 г 1,10-фенатролинмоногидрата и 5 см³ исходного раствора алюминия (5.3.5). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки бидистиллированной водой.

Срок хранения приготовленного раствора - не более 1 месяца.

Примечание - Добавление точного объема исходного раствора алюминия существенно для достижения линейности градуировочной характеристики.

5.3.8 Приготовление раствора бикарбоната натрия молярной концентрации 2 моль/дм³

В мерной колбе вместимостью 500 см³ растворяют 85 г бикарбоната натрия примерно в 400 см³ бидистиллированной воды (см. 5.2) и доводят до метки бидистиллированной водой.

Срок хранения приготовленного раствора - не более 3 месяцев.

Примечание - Раствор бикарбоната натрия применяют для увеличения рН пробы. Для этой цели не следует применять гидроокись натрия, т.к. она обычно сильно загрязнена алюминием.

5.3.9 Приготовление градуировочных растворов

Для диапазона высоких значений массовой концентрации алюминия (например, от 0,05 до 0,50 мг/дм³) готовят градуировочные растворы следующим образом. В ряд мерных колб вместимостью 100 см³ вносят градуированной пипеткой 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ исходного раствора алюминия массовой концентрации 10 мг/дм³ (5.3.5) и доводят до метки раствором азотной кислоты (5.3.4). Массовая концентрация алюминия в приготовленных растворах составляет 0,00; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 и 0,50 мг/дм³ соответственно. Градуировочный раствор, не содержащий алюминия, является холостой пробой для градуировки.

Для диапазона низких значений массовой концентрации алюминия (например, от 0,01 до 0,05 мг/дм³) готовят градуировочные растворы следующим образом. В серию мерных колб вместимостью 100 см³ вносят пипеткой 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ промежуточного раствора алюминия массовой концентрации 1 мг/дм³ (5.3.6) и доводят до метки раствором азотной кислоты (5.3.4). Массовая концентрация алюминия в приготовленных растворах составляет 0,00; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг/дм³ соответственно. Градуировочный раствор, не содержащий алюминия, является холостой пробой для градуировки.

Градуировочные растворы готовят в день использования.

5.3.10 Приготовление окрашенных растворов

Из каждого градуировочного раствора, включая холостую пробу для градуировки (см. 5.3.9), готовят окрашенные растворы.

Для этого в емкость из полимерного материала вместимостью 100 см³ пипеткой вносят 25 см³ соответствующего градуировочного раствора, добавляют пипеткой или дозатором при перемешивании 1,0 см³ раствора смешанного реагента (5.3.7), 1,0 см³ раствора пирокатехинового фиолетового (5.3.2) и 5,0 см³ раствора уротропина (5.3.3). Каждый приготовленный раствор выдерживают перед измерением не менее 15 мин при комнатной температуре. Измерение проводят до истечения 60 мин с момента добавления раствора уротропина. Значение рН приготовленных растворов должно быть (5,9±0,1). При невыполнении этого условия

находят и устраняют причины несоответствия, после чего растворы готовят заново. Порцию раствора, в которой измеряли значение рН, для измерений оптической плотности не используют.

5.3.11 Подготовка прибора

Подготовку прибора к работе проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора. При использовании прибора, снабженного монохроматором, устанавливают рабочую длину волны 580 нм, при использовании фильтровых приборов выбирают светофильтр, имеющий максимум поглощения, максимально близкий к этому значению.

5.3.12 Градуировка прибора

5.3.12.1 Измеряют три раза оптическую плотность подготовленных по 5.3.10 градуировочных растворов и холостой пробы для градуировки при длине волны 580 нм в оптической кювете с необходимой толщиной поглощающего свет слоя, используя в качестве раствора сравнения бидистиллированную воду (см. 5.2).

Используют два диапазона измерений:

- с кюветой с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм - для диапазона массовой концентрации алюминия в пробе воды от 0,01 до 0,05 мг/дм³ ;
- с кюветой с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм - для диапазона массовой концентрации алюминия в пробе воды от 0,05 до 0,50 мг/дм³ .

Для каждого градуировочного раствора рассчитывают среднеарифметическое значение полученных значений оптической плотности.

5.3.12.2 Устанавливают градуировочную характеристику в виде зависимости среднеарифметических значений оптической плотности градуировочных растворов за вычетом оптической плотности холостой пробы для градуировки от массовой концентрации алюминия.

При этом:

- если прибор снабжен компьютерной (микропроцессорной) системой сбора и обработки информации, то градуировочную характеристику устанавливают в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора;
- если прибор не предусматривает проведения автоматизированной градуировки, то полученные градуировочные характеристики обрабатывают методом линейной регрессии с использованием предназначенного для этих целей программного обеспечения. При отсутствии такой возможности рассчитывают угловой коэффициент градуировочной характеристики b , единицы оптической плотности·дм⁻¹·мг⁻¹, по формуле

$$b = \frac{\sum_{i=1}^l C_i A_i}{\sum_{i=1}^l (C_i)^2}, \quad (1)$$

где l - число градуировочных растворов;

C_i - массовая концентрация алюминия в i -м градуировочном растворе, мг/дм³ ;

A_i - среднеарифметическое значение оптической плотности i -го градуировочного раствора за вычетом оптической плотности холостой пробы для градуировки, единицы оптической плотности.

Примечание - Программное обеспечение к некоторым приборам позволяет вычислять градуировочный коэффициент K , равный $1/b$.

5.3.12.3 Проверка приемлемости градуировочной характеристики

Проверку приемлемости градуировочной характеристики с использованием компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

Если прибор не имеет программного обеспечения, предусматривающего проведение автоматизированной градуировки, то для каждого градуировочного раствора рассчитывают значение углового коэффициента градуировочной характеристики b_i , единицы оптической плотности·дм³·мг⁻¹, по формуле

$$b_i = \frac{A_i}{C_i}, \quad (2)$$

где A_i - среднеарифметическое значение оптической плотности i -го градуировочного раствора за вычетом среднеарифметического значения оптической плотности холостой пробы для градуировки, единицы оптической плотности;

C_i - массовая концентрация алюминия в i -м градуировочном растворе, мг/дм³ .

Градуировочную характеристику признают приемлемой при выполнении в каждой градуировочной точке условия

$$100 \frac{|b_i - b|}{b} \leq G_0, \quad (3)$$

где G_0 - значение устойчивого коэффициента градуировочной характеристики, вычисляемое по формуле (2), единицы оптической плотности·дм³ /мг;

- значение углового коэффициента градуировочной характеристики, вычисленное по формуле (1) (см. 5.3.12.2), единицы оптической плотности·дм /мг;

- норматив контроля приемлемости градуировочной характеристики, %, равный:

- 13% - для диапазона массовой концентрации алюминия от 0,01 до 0,05 мг/дм включительно;

- 10% - для диапазона массовой концентрации алюминия свыше 0,05 до 0,50 мг/дм включительно.

Если это условие не выполняется, то установление градуировочной характеристики повторяют.

5.3.12.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Стабильность градуировочной характеристики контролируют в каждом диапазоне (5.3.12) ежемесячно, а также при замене реактивов, после длительного простоя или ремонта прибора. Для контроля используют один или два заново приготовленных градуировочных раствора по 5.3.9, обработанных по 5.3.10.

Проводят измерение контрольных растворов по 5.3.12.1.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении условия

$$100 \frac{|X_{гр} - C|}{C} \leq G_{гр}, \quad (4)$$

где $X_{гр}$ - массовая концентрация алюминия в градуировочном растворе, полученная при контрольном измерении, мг/дм ;

C - массовая концентрация алюминия в градуировочном растворе по процедуре приготовления, мг/дм ;

$G_{гр}$ - норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, установленный в лаборатории при реализации метода, %, равный:

- 15% - для диапазона массовой концентрации алюминия от 0,01 до 0,10 мг/дм включительно;

- 12% - для диапазона массовой концентрации алюминия свыше 0,10 до 0,50 мг/дм включительно.

Если условие (4) не выполняется, то проводят повторное измерение для этого градуировочного раствора (свежеприготовленного). Если градуировочная характеристика вновь нестабильна, выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют контроль с использованием не менее двух других свежеприготовленных градуировочных растворов. При повторном обнаружении нестабильности устанавливают новую градуировочную характеристику.

Если контроль стабильности градуировочной характеристики проводят после смены реактивов, то обязательно готовят холостую пробу для градуировки и сопоставляют ее значение со значением, полученным с предыдущей партией реактивов. Это особенно важно при определении низкого содержания алюминия в пробе (в диапазоне до 0,05 мг/дм³). Если наблюдаемое изменение оптической плотности соответствует значению массовой концентрации алюминия не более $\pm 0,005$ мг/дм³, то делают вывод о том, что смена партии реактивов не оказывает значимого влияния на результаты измерений. При получении больших по абсолютной величине отрицательных значений градуировочную характеристику устанавливают заново. При получении больших по абсолютной величине положительных значений делают вывод о недостаточной чистоте реактивов новой партии, находят и устраняют причины загрязнений и заново устанавливают градуировочную характеристику.

5.3.13 Подготовка пробы воды

В емкость из полимерного материала вместимостью 100 см³ вносят пипеткой аликвоту 25 см³ пробы анализируемой воды, подготовленной по 3.2 или 3.3. Перед отбором аликвоты пробу, подготовленную по 3.2 или 3.3, фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм, если она содержит видимый невооруженным глазом осадок или взвесь.

К отобранной аликвоте добавляют при перемешивании 1,0 см³ раствора смешанного реагента (см. 5.3.7), 1,0 см³ раствора пирокатехинового фиолетового (см. 5.3.2) и 5,0 см³ раствора уротропина (см. 5.3.3), используя пипетки или дозаторы.

Аналогично подготавливают холостую пробу, заменяя пробу анализируемой воды раствором азотной кислоты по 5.3.4. Если пробу воды подвергали минерализации (см. 5.1.1), то вместо раствора азотной кислоты используют бидистиллированную воду (см. 5.2), которую проводят через все процедуры на стадии минерализации.

Примечание - Если рН приготовленного раствора отличается от значения $5,9 \pm 0,1$, то следует убедиться в том, что значение рН анализируемой пробы, подготовленной по 3.2 или 3.3, составляет от 1,2 до 1,5, и при необходимости доводят рН пробы до указанных значений при помощи раствора бикарбоната натрия по 5.3.8. При вычислении результатов измерений (5.5) вносят поправку на изменение объема пробы, если оно превышает 5%. Особое внимание следует обратить на необходимость коррекции рН проб после минерализации (5.1.1). Пробу выдерживают перед измерением не менее 15 мин. Измерение проводят до истечения 60 мин с момента добавления раствора уротропина.

5.4 Порядок проведения измерений

Проводят не менее трех раз измерение оптической плотности пробы анализируемой воды и холостой пробы, подготовленных по 5.3.13, относительно бидистиллированной воды. Кювету выбирают в зависимости от диапазона измеряемых концентраций (см. 5.3.12.1).

Рассчитывают среднеарифметическое значение полученных значений.

Если значение оптической плотности подготовленной пробы выходит за верхний предел диапазона градуировочной характеристики, то пробу воды, законсервированную по 3.2, разбавляют раствором азотной кислоты (5.3.4) с использованием мерной колбы и проводят операции по 5.3.13 с разбавленной пробой.

Коэффициент разбавления f рассчитывают по формуле

$$f = \frac{V_{\text{к}}}{V_{\text{а}}}, \quad (5)$$

где $V_{\text{к}}$ - объем мерной колбы, использованный для разбавления пробы, см³;

$V_{\text{а}}$ - объем аликвоты пробы, отобранный для разбавления, см³.

5.5 Обработка результатов измерений

5.5.1 При наличии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации порядок обработки результатов определяется руководством (инструкцией) по эксплуатации.

5.5.2 При отсутствии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации массовую концентрацию алюминия в пробе анализируемой воды X , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(A_1 - A_0)f}{b}, \quad (6)$$

где A_1 - оптическая плотность (среднеарифметическое значение) пробы воды по 5.4, единицы оптической плотности;

A_0 - оптическая плотность (среднеарифметическое значение) холостой пробы по 5.4, единицы оптической плотности;

f - коэффициент разбавления (5.4). Если пробу не разбавляли, то $f = 1$;

b - угловой коэффициент градуировочной характеристики, рассчитанный по формуле (1), единицы оптической плотности·дм³·мг⁻¹.

5.5.3 За результат измерений массовой концентрации алюминия принимают среднеарифметическое значение результатов измерений X_1 и X_2 , полученных в условиях повторяемости, при выполнении условия

$$200|X_1 - X_2| \leq r(X_1 + X_2), \quad (7)$$

где r - значение предела повторяемости по таблице 1.

При невыполнении условия (7) используют методы проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, и установления окончательного результата измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 5.2).

При получении результатов измерений в двух лабораториях за результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов измерений, полученных в двух лабораториях и при выполнении условия

$$200|\bar{X}_{1\text{лаб}} - \bar{X}_{2\text{лаб}}| \leq R(\bar{X}_{1\text{лаб}} + \bar{X}_{2\text{лаб}}), \quad (8)$$

где R - значение предела воспроизводимости по таблице 1.

При невыполнении условия (8) для проверки приемлемости в условиях воспроизводимости каждая лаборатория должна выполнить процедуры согласно ГОСТ ИСО 5725-6-2003, пункты 5.2.2, 5.3.2.2.

5.6 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерения с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 1, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 1 - Метрологические характеристики результатов измерений по методу А

Диапазон измерений массовой концентрации алюминия, мг/дм	Предел повторяемости (относительное значение допускаяемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях повторяемости при $P = 0,95$) r , %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаяемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 0,95$) R , %	Показатель точности (границы* относительной погрешности при $P = 0,95$) \pm , %
От 0,01 до 0,05 включ.	35	56	40
Св. 0,05 до 0,50 включ.	23	35	25
* Установленные числовые значения границ относительной погрешности соответствуют числовым значениям расширенной неопределенности (в относительных единицах) при коэффициенте охвата $k = 2$.			

5.7 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6-2003, раздел 6.

5.8 Оформление результатов измерений

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, который оформляют в соответствии с требованиями [ГОСТ ИСО/МЭК 17025](#). При этом протокол испытаний должен содержать ссылку на настоящий стандарт с указанием метода измерений.

Результаты измерений массовой концентрации алюминия , мг/дм , представляют в виде

$$\bar{X} \pm \Delta \text{ либо } \bar{X} \pm U, \quad (9)$$

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

$$\Delta = 0,018\bar{X}, \quad (10)$$

где - границы доверительного интервала относительной погрешности измерений массовой концентрации алюминия по таблице 1, %;

- расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$, мг/дм , рассчитываемая по формуле

$$U = 0,01U_{\text{отн}}\bar{X}, \quad (11)$$

где - относительная расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$ по таблице 1, %.

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и абсолютное значение характеристики погрешности измерений, выраженное в миллиграммах на кубический дециметр. Абсолютное значение характеристики погрешности измерений представляют двумя значащими цифрами, если первая цифра не превышает трех. В остальных случаях оставляют одну значащую цифру.

Практическое занятие
Определение содержания хрома (VI) и общего хрома ГОСТ 31956-2012 Вода.
Методы определения содержания хрома (VI) и общего хрома

ГОСТ 31956-2012
(ISO 9174:1998, ISO 11083:1994, ISO 18412:2005)*

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
ВОДА

Методы определения содержания хрома (VI) и общего хрома

Дата введения 2014-01-01

Настоящий стандарт распространяется на природную (*поверхностную и подземную*) воду, питьевую воду, *в том числе расфасованную в емкость*, и сточную воду и устанавливает следующие методы определения содержания хрома (VI) и общего хрома:

- фотометрические методы определения содержания:

а) хрома (VI) и общего хрома в природной и питьевой воде, в том числе расфасованной в емкости первой категории, сточных водах и очищенных сточных водах при массовой концентрации хрома (VI) и общего хрома от 0,025 до 25 мг/дм (метод А);

б) хрома (VI) в воде любого типа при массовой концентрации от 0,05 до 3 мг/дм (метод Б);

в) хрома (VI) в питьевой воде, в том числе расфасованной в емкости высшей категории, при массовой концентрации от 0,005 до 0,05 мг/дм (метод В). Метод В допускается применять для анализа слабо загрязненных поверхностных и подземных вод, если матрица пробы не содержит мешающих восстановителей;

- методы атомной спектроскопии:

а) метод определения содержания общего хрома в природных и питьевых водах при массовой концентрации от 0,02 до 10 мг/дм , сточных и очищенных сточных водах при массовой концентрации от 0,5 до 20 мг/дм с использованием пламенной атомной абсорбции (метод Г);

б) метод определения содержания общего хрома в питьевых, природных, сточных и очищенных сточных водах при массовой концентрации от 0,002 до 10 мг/дм с использованием атомной абсорбции с электротермической атомизацией (метод Д). При этом определение содержания общего хрома в питьевых водах проводят по [ГОСТ 31870](#);

в) метод определения содержания общего хрома в питьевых, природных, сточных и очищенных сточных водах при массовой концентрации от 0,001 до 50 мг/дм с использованием атомной эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (метод Е). При этом определение содержания общего хрома в питьевых водах проводят по [ГОСТ 31870](#).

Пробы воды с более высоким содержанием хрома перед анализом допускается разбавлять, но не более чем в 100 раз.

При невозможности устранения мешающих влияний при проведении испытаний методами А-В проводят определение только общего хрома методами атомной спектроскопии.

Арбитражными методами являются:

- метод А - для определения хрома (VI);

- метод Е - для определения общего хрома, при этом для питьевой воды - метод 2 по [ГОСТ 31870](#).

4.4.11 Приготовление градуировочных растворов для определения общего хрома

В восемь термостойких стаканов или конических колб вместимостью 250-300 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 (см. 4.4.9), в одну колбу раствор хрома (VI) не вносят, затем в каждую колбу прибавляют 5 см³ раствора азотнокислого серебра (см. 4.4.7), 5 см³ раствора аммония надсернического массовой доли 25% (см. 4.4.5) и прибавляют дистиллированную воду, чтобы общий объем составил около 100 см³. Растворы кипятят, упаривая до объема приблизительно 50 см³, охлаждают и количественно переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³. Затем в каждую колбу вносят 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 (4.4.6), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация общего хрома 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. Растворы готовят в день применения.

4.4.12 Подготовка прибора к измерениям

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

4.4.14 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.

4.4.15 Подготовка пробы анализируемой воды

4.4.15.1 Подготовка пробы анализируемой воды при определении содержания хрома (VI)

Если проба анализируемой воды содержит видимый осадок, то его отфильтровывают через фильтр "белая лента" или через мембранный фильтр с порами размером 0,45 мкм, подготовленный в соответствии с инструкцией изготовителя. При фильтровании первые порции фильтрата (20-25 см³) отбрасывают.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят аликвоту пробы анализируемой воды (если пробу фильтровали, то используют аликвоту фильтрата пробы), и при необходимости добавляют раствор серной кислоты (см. 4.4.3) или гидроксида натрия (см. 4.4.4) до достижения значения рН 4 (контроль по универсальной индикаторной бумаге). Затем в колбу вносят 1 см³ раствора серной кислоты (см. 4.4.2), 0,3 см³ ортофосфорной кислоты (см. 4.3), 2 см³ раствора 1,5-дифенилкарбазида массовой концентрации 5 г/дм³ (см. 4.4.6), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

4.4.15.2 Подготовка пробы анализируемой воды при определении содержания общего хрома

Пробу анализируемой воды обрабатывают раствором серной кислоты (см. 4.4.3) или гидроксида натрия (см. 4.4.4) до достижения значения рН 4 (контроль по индикаторной бумаге).

В термостойкую колбу (стакан) вместимостью 250-300 см³ вносят аликвоту обработанной пробы анализируемой воды, прибавляют дистиллированную воду так, чтобы общий объем составил 100 см³, затем вносят 2-3 капли раствора серной кислоты (см. 4.4.3), 5 см³ раствора азотнокислого серебра (см. 4.4.7), 5 см³ раствора аммония надсерноокислого массовой доли 25% (см. 4.4.5), после чего содержимое кипятят на песчаной бане или электрической плитке с закрытой спиралью, не допуская сильного кипения, упаривая до объема приблизительно 50 см³, и охлаждают. Если после упаривания образовался осадок, то пробу фильтруют через обеззоленный фильтр "белая лента". Содержимое количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, вносят 1 см³ раствора серной кислоты (см. 4.4.2), 0,3 см³ ортофосфорной кислоты (см. 4.3), 2 см³ раствора 1,5-дифенилкарбазида массовой концентрации 5 г/дм³ (см. 4.4.6), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

4.5 Порядок проведения измерений

4.5.1 Анализируют не менее двух аликвот пробы анализируемой воды (, см³), подготовленных по 4.4.15.

4.5.2 Выдерживают подготовленные для измерений пробы анализируемой воды (см. 4.4.15), холостую пробу для определения хрома (см. 4.4.14) в течение 15 мин после их подготовки, после чего не менее двух раз измеряют значения оптической плотности пробы анализируемой воды и холостой пробы для определения хрома 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.

4.5.3 Если измеренное значение оптической плотности холостой пробы для определения хрома (см. 4.4.14) существенно отличается от измеренного значения

холостой пробы при проведении градуировки (см. 4.4.13.1), выясняют причины несоответствия и при необходимости проводят контроль стабильности градуировочной характеристики.

4.6 Обработка результатов измерений

4.6.1 При наличии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации порядок обработки результатов измерений определяется руководством (инструкцией) по эксплуатации.

4.6.2 При отсутствии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации значение оптической плотности для хрома (VI) или общего хрома рассчитывают по формуле

$$A_x = A_s - A_0, \quad (5)$$

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

A_s - среднеарифметическое значение из измеренных значений оптической плотности холостой пробы для определения хрома.

4.6.3 Массовую концентрацию хрома (VI) (общего хрома) C_{xp} , мг/дм³, в аликвоте пробы анализируемой воды определяют по соответствующей градуировочной характеристике (см. 4.4.13.1), используя значение A_x , рассчитанное по формуле (5), либо рассчитывают по формуле

$$C_{xp} = \frac{A_x}{b}, \quad (6)$$

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

4.6.4 Если полученное значение массовой концентрации хрома (VI) (общего хрома), найденное по 4.6.3, превышает верхнюю границу диапазона градуировочной характеристики, то пробу анализируемой воды разбавляют так, чтобы значение массовой концентрации хрома в разбавленной пробе воды укладывалось в диапазон градуировочной характеристики, либо анализируют меньший объем пробы.

При разбавлении отбирают аликвоту пробы анализируемой воды (V_1 , см³), помещают ее в мерную колбу (V_2 , см³) и доводят до метки дистиллированной водой, затем подготавливают разбавленную пробу по 4.4.15 и проводят измерения оптической плотности по 4.5.2.

4.6.5 Массовую концентрацию хрома (VI) (общего хрома) в пробе анализируемой воды C_{xp} , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C_{\text{хр}} V_{\text{м.к.}} f}{V_{\text{пр}}}, \quad (7)$$

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

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

$V_{\text{пр}}$ - 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 (см. 4.6.4), то рассчитывают по формуле

$$f = \frac{V_{\text{к}}}{V_{\text{а}}}, \quad (8)$$

где $V_{\text{к}}$ - вместимость мерной колбы, использованной при разбавлении пробы анализируемой воды, см³ ;

$V_{\text{а}}$ - объем аликвоты пробы анализируемой воды, взятый для разбавления, см³ .

4.6.6 За результат измерений массовой концентрации хрома (VI) (общего хрома) принимают среднеарифметическое значение X_1 , мг/дм³, результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 при выполнении условия

$$|X_1 - X_2| \leq r, \quad (9)$$

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

При невыполнении условия (9) используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата измерений согласно [2, подраздел 5.2] или [3].

Примечание - Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях $X_{1\text{лаб}}$ и $X_{2\text{лаб}}$, мг/дм³, проверяют согласно [2, подраздел 5.3.] с использованием значений предела воспроизводимости, приведенных в таблице 1.

4.6.7 Массовую концентрацию хрома (III) $X_{\text{Cr(III)}}$, мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$X_{Cr(III)} = X_{общ} - X_{Cr(VI)}, \quad (10)$$

где $X_{общ}$ - массовая концентрация общего хрома, мг/дм³ ;

$X_{Cr(VI)}$ - массовая концентрация хрома (VI), мг/дм³ .

4.7 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерения с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 1, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 1

В миллиграммах на кубический дециметр (мг/дм³)

Диапазон измерений массовой концентрации хрома	Предел повторяемости (значение допускаемого расхождения между результатами параллельных определений при $P = 0,95$)	Предел воспроизводимости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости)	Показатель точности (границы допускаемой абсолютной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$)
Сточные и очищенные сточные воды, хром (VI), общий хром			
От 0,025 до 25 включ.	0,005+0,15X	0,011+0,28X	0,008+0,2X
Природные и питьевые воды, хром (VI)			
От 0,025 до 0,1 включ.	0,17X	0,31X	0,22X
Св. 0,1	0,11X	0,21X	0,15X
Природные и питьевые воды, общий хром			
От 0,025 до 0,1 включ.	0,20X	0,39X	0,28X
Св. 0,1	0,14X	0,28X	0,20X
Примечания			
1 Для сточных и очищенных сточных вод показатель точности для общего хрома во всем диапазоне измерений, а для хрома (VI) в диапазоне от 0,04 до 25 мг/дм ³ включительно не превышает норму погрешности по ГОСТ 27384 .			
2 - массовая концентрация хрома (VI) или общего хрома.			

3 Установленные численные значения границ допускаемой погрешности соответствуют численным значениям расширенной неопределенности при коэффициенте охвата $k=2$.

4.9 Оформление результатов измерений

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний в соответствии с требованиями [ГОСТ ИСО/МЭК 17025](#) с указанием метода испытаний по настоящему стандарту.

Результат измерения представляют в виде

$$\bar{X} \pm \Delta, \text{ мг/дм} \quad \text{или} \quad \bar{X} \pm U, \text{ мг/дм} , \quad (11)$$

где Δ - доверительные границы абсолютной погрешности измерений массовой концентрации хрома при доверительной вероятности $P = 0,95$, мг/дм (см. таблицу 1);

U - расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k=2$, мг/дм .

Допускается результат измерения представлять в виде

$$\bar{X} \pm \Delta_{\text{лаб}}, \text{ мг/дм} , \text{ при доверительной вероятности } P=0,95, \quad (12)$$

где $\Delta_{\text{лаб}}$ - показатель точности измерений (доверительные границы абсолютной погрешности измерений), установленный при реализации настоящего метода в лаборатории и обеспечиваемый контролем стабильности результатов измерений, мг/дм , при условии, что численные значения не превышают ;

$$\text{или} \quad \bar{X} \pm U_{\text{лаб}}, \text{ мг/дм} , \quad (13)$$

где $U_{\text{лаб}}$ - значение расширенной неопределенности, установленное с учетом при реализации настоящего метода в лаборатории, мг/дм , при условии, что численные значения не превышают.