

Министерство образования и науки Российской Федерации
Амурский государственный университет

В.И. Митрофанова

МЕТОДЫ АНАЛИЗА
И КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ТОВАРОВ

Учебное пособие

Благовещенск
Издательство АмГУ
2011

*Рекомендовано
учебно-методическим советом университета*

Рецензенты:

*Н.П. Кузьмина, ведущий науч. сотр. химического факультета МГУ,
д-р хим. наук;*

*Е.С. Новопашина, зав. кафедрой коммерции и товароведения АмГУ,
канд. техн. наук*

Митрофанова, В.И.

М 67 Методы анализа и контроля качества товаров / М.И. Митрофанова. – Благовещенск: Изд-во АмГУ, 2011. – 144 с.

Пособие включает три основные части. Первая часть представляет описание физико-химических констант и их практическое определение в четырех лабораторных работах.

Вторая часть включает лабораторные работы, посвященные установлению качества ряда товаров органолептическими, измерительными и аналитическими методами анализа.

Третья часть посвящена инструментальным физико-химическим методам анализа – хроматографическим, спектральным и электрохимическим методам. Приводится описание основ и техники выполнения девяти лабораторных работ с использованием различных приборов и аппаратуры.

Две последние части включают проведение итоговых контрольных практических работ на основе методик государственных нормативных документов с использованием конкретных товаров (изделий или материалов).

Пособие предназначено для студентов специальности «Товароведение и экспертиза товаров (по областям применения)» и основная его цель – приобретение теоретических и практических знаний и навыков, необходимых специалисту в практической работе, освоение студентами методик проведения физико-химических испытаний, контролирующих качество материалов и изделий, и установление их соответствия требованиям государственных стандартов.

ББК 65.290-80 я 73

ПРЕДИСЛОВИЕ

Цель данного учебного пособия – помочь студентам в усвоении ключевых разделов таких курсов как «Физико-химические свойства и методы контроля качества товаров» и «Физико-химические методы исследования», а также закрепить имеющиеся и освоить новые приемы лабораторных испытаний, необходимых эксперту для определения качества групп непродуктивных товаров. Для реализации данной цели учебное пособие представлено тремя разделами, включающими теоретическую и экспериментальную части, методики выполнения лабораторных работ, перечень необходимых реактивов и оборудования, контрольные вопросы.

Эксперимент предполагает выработать у студентов определенные навыки научной организации исследований, освоения проведения экспертизы по ГОСТам (и др. технической документации) и умений правильно оформлять испытания.

Лабораторные работы, как правило, содержат следующие структурные части:

- а) теоретическая часть, в которой кратко излагается теоретический материал, соответствующий опытам практической части;
- б) вопросы и задачи для контроля, которые позволяют сосредоточить внимание на основных аспектах лабораторного занятия и способствующие закреплению теоретического материала;
- в) практическая часть работы включает описание опытов;
- г) задания, помогающие более полно и правильно понять суть каждого опыта, осмыслить его назначение, а также оформить лабораторную работу и подготовиться к ее защите.

В первом разделе пособия рассматриваются физико-химические константы для определения качества товаров, в частности, температура плавления, температура кипения, давление насыщенного пара жидкости, вязкость и плотность веществ. Второй и третий раздел знакомит студентов с химическими и физико-химическими (инструментальными) методами определения

свойств ряда веществ, материалов, изделий и определение их соответствия нормативным показателям.

Для закрепления и контроля качества усвоения методики проведения испытаний, умения работать с нормативными документами и правильно формулировать выводы по определяемым параметрам, каждый раздел (II и III) заканчивается контрольным лабораторно-практическим занятием по индивидуальным заданиям преподавателя.

Итоговым завершением курса является выполнение курсовой работы с испытательной частью на конкретных образцах товаров по методикам государственных стандартов в следующем семестре.

Для успешного выполнения лабораторного практикума и его защиты, для подготовки к выполнению курсовой работы, в приложении предлагаются:

- основные правила безопасности и правила работы в физико-химической лаборатории;
- инструкции к подготовке и проведению работы на некоторых аппаратах;
- основная и дополнительная литература (студенты обязаны до выполнения лабораторной работы с такими источниками поработать);
- справочные таблицы для ряда лабораторных работ, кроме этого на соответствующие занятия студентам выдаются государственные нормативные документы, с которыми студенты также должны ознакомиться до начала выполнения работы.

Введение

Качество любого товара – это совокупность свойств продукции, обуславливающих пригодность удовлетворять определенные потребности в соответствии с ее назначением. Качественное состояние товара характеризуется показателями качества – количественной характеристикой одного или нескольких свойств продукции. Систематическое повышение качества продукции имеет важное социально-экономическое и политическое значение. Поэтому столь большую роль играет контроль качества товаров и соответствие принятым нормативным документам (ГОСТ, СанПин, ТУ и др.).

Испытание продукции – это экспериментальное определение значений параметров и показателей качества. Различают контрольные и исследовательские испытания.

Контрольные испытания проводят с целью контроля качества продукции, т.е. для проверки соответствия показателей свойств нормам, установленным в научно-технической документации.

Исследовательские испытания имеют целью изучение ее параметров и показателей качества. Предметом их являются изучение новых показателей качества, усовершенствование и создание методов испытания, изучение новых материалов и изделий новой конструкции. Исследовательские испытания охватывают более широкий круг вопросов, чем контрольные.

При оценке показателей качества наряду с органолептическим анализом, являющимся субъективным восприятием на основе органов чувств, большое значение имеют измерительные (инструментальные) методы анализа.

Эти методы позволяют определить химический состав, практическую ценность, физико-химические показатели качества, показатели безопасности материалов и изделий.

Строение материалов, их химический состав формируют потребительские свойства продукции (различных конструкций и предметов, изделий). На

технологические, эксплуатационные и потребительские свойства материалов и изделий оказывают влияние самые разнообразные факторы:

- химические (вода, окислители, восстановители, кислоты, щелочи и другие химические реагенты);
- физические (температура, нагревание, давление, свет и др. виды излучения);
- механические (различные виды деформации – давление, кручение, изгибы и пр., трение и т.д.);
- состояние окружающей среды (влажность, солнечное излучение, содержание химических веществ в воздухе) и многие другие.

Характеристика химического состава и строения материалов позволяет, в подавляющем большинстве случаев, оценить их товароведную значимость. Для оценки физико-химических свойств материалов и изделий определяют фактическое состояние вещества, его изотропность или анизотропность.

Определения химического состава по своему содержанию и объему могут быть различными, в зависимости от цели проводимого анализа. В частности, можно устанавливать соотношения составных частей, либо установить содержание конкретного вещества. Довольно часто такой вид анализа преследует более узкие цели, например, установление содержания вредных примесей (влаги и механических примесей в моторных маслах, тяжелых металлов в красителях для волос и декоративной косметике и т.п.) или химического изменения основообразующего вещества в процессах обработки; определение количества введенных веществ в материал (жира в коже, крахмала и хлоросодержащих веществ в тканях и пр.), или индивидуальных веществ в материалах и изделиях (карбонатов кальция и магния в зубных пастах, активного кислорода в отбеливателях, оксидов свинца, цинка и бария в стеклах и т.д.).

При проведении химического анализа широко используют общие методы качественного и количественного анализа (классические методы анализа), а в специальных случаях применяют инструментальные методы анализа.

В зависимости от того, какие свойства используют или какие процессы лежат в основе, измерительные методы классифицируют следующим образом: биологические, микробиологические, физиологические, товароведно-технологические, химические, физические и физико-химические. Физические и физико-химические часто называют измерительными (инструментальными), так как они обычно требуют применения специальных измерительных приборов.

В современных условиях проблемы определения качества, рационального использования, повышения практической ценности и конкурентоспособности непродовольственных товаров, а также проблема их безопасности для здоровья человека, решаются на основе глубокого исследования их состава, физико-химических и реологических свойств с использованием современных методов анализа. Комплексное исследование материалов и изделий на основе использования инструментальных методов исследования позволяет глубоко изучить структуру веществ, входящих в состав каждого исследуемого товара, и сделать объективную оценку его свойств, состава и безвредности.

При проведении экспертизы, сертификационных испытаний наиболее широко применяются хроматографические методы в различных модификациях от наиболее простых (хроматография бумажная и тонкослойная) до наиболее сложных автоматизированных (газовая и высокоэффективная хроматография).

Большое значение, широкую область применения и перспективы использования находят оптические методы и атомно-абсорбционный анализ, позволяющие с большой точностью определять количество макро- и микро-элементов, в том числе токсичных, а также концентрацию других веществ, обуславливающих потребительские свойства товаров.

Потребительские свойства ряда непродовольственных товаров тесно связаны с их консистенцией, обусловленной структурно-механическими свойствами, прочностью, упругостью, пластичностью, вязкостью и др. Для

многих товаров (топливо, растворители, парфюмерно-косметические, бытовая химия, материалы и изделия, изготовленные на основе ВМС и мн. др.) эти свойства являются решающими при оценке их потребительских свойств. И здесь неопределимы знания о физико-химических константах, несущих важную, а порой решающую, информацию о чистоте материала и, следовательно, о его качестве. Особое значение имеют реологические методы при исследовании сырья, материалов, полуфабрикатов, готовых изделий в процессе их технологической обработки.

Решая задачи научно-прикладного характера, в рамках дисциплин, имеющих в обязательном порядке лабораторный эксперимент, начиная с первых лабораторных работ, ставятся задачи вести конкретные исследования по тем или иным проблемам при определении физико-химических свойств материалов и изделий, а в итоге идентифицируется товар и устанавливается его качество на соответствие нормативам технической документации. Осваивая методики проведения испытаний и экспертизы, работы с приборами и оборудованием, вырабатываются навыки правильного определения не только целей и задач исследования, но и умения выстроить методическую последовательность проведения эксперимента, а также прогнозирования результатов работы. Очень важным этапом в таких исследованиях является выработка навыков делать объективные выводы и заключение о качестве и безопасности исследуемого объекта.

Таким образом, курс «Физико-химические свойства и методы контроля качества товаров» и «Физико-химические методы исследования» знакомит студентов не только с анализами, применяемыми при контрольных испытаниях, но и с более широким кругом лабораторных анализов, которые необходимы для проведения исследовательских испытаний в установлении комплекса характеризующих параметров и свойств. Студентам, как будущим специалистам - товароведом-экспертам, необходимы теоретические и практические знания для проведения анализов, контролирующих качество товаров.

ЧАСТЬ I

Физико-химические константы как показатели качества товаров

Чистота любого вещества оценивается по его физико-химическим свойствам, которые, в случае отсутствия примесей, имеют постоянные значения и поэтому называются *физико-химическими константами*. Важнейшими из них являются – *температура плавления, температура кипения, плотность, вязкость*.

1. Плотность вещества.

Плотность (ρ) – физическая величина, определяемая для однородного вещества его массой в единице объема (величина, обратная удельному объему вещества).

Отношение плотностей двух веществ, при определенных стандартных физических условиях, называется относительной плотностью.

Плотность неоднородного вещества это предел отношения массы и объема, когда последний, стягивается в точке, в которой измеряется плотность. Средняя плотность неоднородного вещества отношение есть отношение массы к объему.

Для жидких и твердых веществ ее измеряют при температуре (t), как правило, по отношению к плотности дистиллированной воды при $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ (d_4^t), для газов – по отношению к плотности сухого воздуха или водорода при нормальных условиях ($T = 273,15\text{ K}$, $p = 1,01 \times 10^5\text{ Па}$).

Для сыпучих и пористых веществ различают следующие плотности:

- истинную (масса единицы объема плотного материала, не содержащего пор);
- кажущуюся или объемную массу (масса единицы объема, пористого материала из зерен или гранул);
- насыпную (масса единицы объема слоя материала).

Одной из важнейших характеристик кристаллических веществ служит рентгеновская плотность, которая определяется рентгенографически. Она

представляет собой отношение массы атомов, находящихся в элементарной ячейке кристалла кристаллического вещества, к ее объему, и выражается в обычных единицах плотности.

Плотность веществ обычно уменьшается с ростом температуры (из-за теплового расширения тел) и увеличивается с повышением давления. При переходе из одного агрегатного состояния в другое плотность изменяется скачкообразно.

Единицей плотности в международной системе единиц служит кг/м^3 ; на практике чаще применяются следующие единицы: г/см^3 , г/мл , г/л , т/м^3 .

Плотность разных веществ и материалов изменяется в широком диапазоне значений (кг/м^3): для жидкостей – от 43,2 (для водорода при минус 240 °С) до 13395 (ртуть), для газов – от 0,0899 (водород) до 9,81 (радон), для твердых тел – от 240 (пробка) до 22610 (осмий).

Совокупность методов измерений относительной плотности жидкостей и твердых тел называется денсиметрией.

Относительную плотность измеряют ареометрами, пикнометрами и гидростатическими весами.

Стандартная температура, при которой измеряют плотность вещества, равна 20 °С. Для приведения к плотности при этой температуре плотности, определенной при любой температуре (t), используют формулу:

$$\rho_{20}(d_{20}^t) = \rho_t(d_t^t) [1 - \beta(20 - t)],$$

где β – средний коэффициент объемного теплового расширения.

Относительная плотность разных веществ при температуре 20 °С и соответствующие поправки находят в справочной литературе по таблицам или номограммам.

Для всех химически однородных веществ и растворов при данной температуре относительная плотность постоянна. Поэтому по значениям плотности можно судить о наличии примесей в веществах и о концентрации растворов. Характеристика материалов по плотности весьма важна не только для определения чистоты вещества, но и для суждения о массе готовых изделий,

расчетов некоторых механических свойств материалов, пористости, определения содержания спирта в целом ряду различных видов изделий и т.д. Это позволяет широко применять плотность в научных исследованиях и в различных отраслях народного хозяйства как средство для проведения различных анализов, для контроля технологических процессов и автоматизации управления ими, для правильной организации системы количественного учета материалов при их приемке, хранении, транспортировании и выдаче.

Вопросы для контроля знаний

1. Что такое плотность вещества?
2. Что называют относительной плотностью?
3. Какие виды плотности для сыпучих и пористых материалов вы знаете?
4. Что такое рентгеновская плотность?
5. Как зависит плотность от температуры и давления?
6. В каких единицах измеряют плотность?
7. При какой температуре измеряют плотность?
8. Как изменяется плотность однородных веществ?
9. Как можно измерять относительную плотность?
10. Что называется денсиметрией?
11. Какой метод измерения относительной плотности является наиболее точным? Какой наиболее быстрым?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

Определение относительной плотности жидких веществ

Цель работы – научиться измерять плотность вещества ареометром и с помощью пикнометра, рассчитывать «водное число» и относительную плотность жидкостей, устанавливать степень чистоты исследуемых веществ.

Оборудование: набор ареометров; пикнометры (емкостью 1 или 5 мл); мерные цилиндры емкостью 100 – 250 мл; термометры; фильтровальная бумага; мерные стаканы емкостью 100 мл; пипетки; кристаллизатор; аналити-

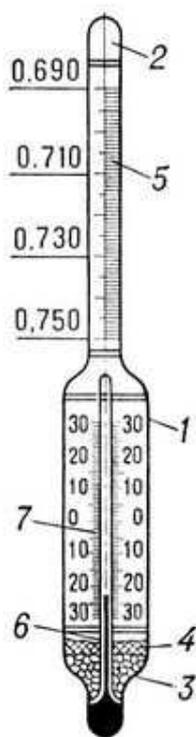
ческие весы; проволочные петли; полотенце или чистая тряпочка; термошкаф.

Реактивы: прокипяченная дистиллированная вода; этиленгликоль или другие исследуемые жидкости; спирт этиловый.

Ход работы:

Опыт 1. Определение плотности этиленгликоля ареометром.

Для быстрого определения плотности жидкости применяют ареометры (рис. 1.1 б). Принцип их устройства основан на законе Архимеда. Устройство ареометра показано на рис. 1.1а.



(а)

(б)

(в)

Рис. 1.1. Ареометр – денсиметр (стеклянный): (а) 1 — полый корпус; 2 — трубчатый стержень; 3 — балласт; 4 — связующее вещество; 5 — шкала плотности; 6 — встроенный термометр; 7 — шкала температуры; (б) – виды ареометров; (в) - ареометр, погруженный в цилиндр с исследуемой жидкостью (раствором).

Каждый ареометр изготавливается в расчете на определенный интервал плотностей.

Недостатком ареометра также является необходимость иметь в распоряжении большие количества жидкости.

Ареометр дает вполне верные показания, если он применяется при той температуре, при которой был градуирован, так как объем ареометра несколько изменяется с изменением температуры. Кроме того, на показания ареометра влияют капиллярные явления. Существуют формулы, позволяющие при точных измерениях учесть все перечисленные выше влияния и внести соответствующие поправки, которые могут доходить до нескольких единиц третьего знака после запятой. Обычно же поправки не превышают 1-2 единицы четвертого знака. При работе с ареометром надо соблюдать ряд предосторожностей. Прежде всего, ареометр должен быть чистым для обеспечения хорошего смачивания его поверхности испытуемой жидкостью. Для этого ареометр обмывают спиртом и обтирают чистым полотенцем. Погружение в жидкость следует производить медленно, держа ареометр в руке, и только последние 3-4 мм дать ему пройти под влиянием собственного веса. Отсчет по шкале ареометра производится, как правило, по нижнему краю мениска. Только при измерении плотности непрозрачных жидкостей отсчет производится по верхнему краю мениска (рис.1.1в).

Выполнение испытания. Заполняют на 4/5 мерный цилиндр исследуемой жидкостью. Подготавливают набор ареометров вышеуказанным способом. Закрепляют нитку на узкую часть ареометра для предотвращения утопления ареометра, если плотность ареометра будет выше плотности исследуемой жидкости. Отмечают температуру, при которой производят измерения, для дальнейшего учета ее влияния на изменение плотности. При установлении мениска жидкости на определенном значении шкалы ареометра, записывают показания в соответствующих единицах измерения.

Опыт 2. Определение плотности этиленгликоля при помощи пикнометра.

Плотность с очень большой точностью определяется при помощи пикнометра емкостью 1 или 5 мл с использованием аналитических весов, являющихся одним из самых точных приборов. При этом данный метод требует определенных затрат времени.

Пикнометром называется флакон, в который может быть налито вполне определенное по объему количество жидкости, уровень которой определяется меткой на горлышке. Существует несколько видов различных пикнометров (рис. 1.2).

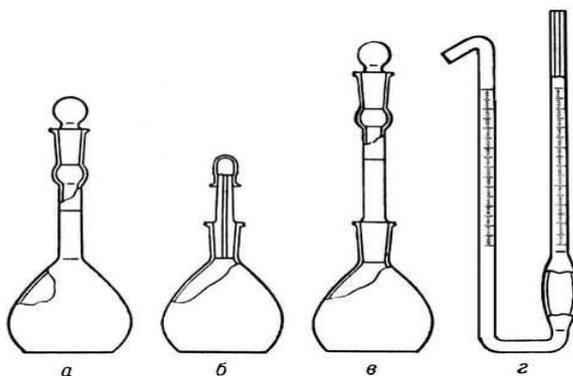


Рис. 1.2. Пикнометры по ГОСТу 7465—67: а — колбообразный с меткой и глухой притёртой пробкой (для жидкостей); б — колбообразный с капиллярным отверстием в пробке (для жидкостей); в — колбообразный со съёмной горловиной (для твёрдых веществ); г — U-образный капиллярный (для летучих жидкостей).

Сущность работы состоит в определении отношения массы испытуемой жидкости, наполняющей пикнометр, к массе воды в том же объеме. Чистый и сухой пикнометр взвешивают на аналитических весах. Далее определяют «водное число» пикнометра при $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ (температура максимальной плотности воды). Дистиллированную воду нужно прокипятить предварительно в стакане (для удаления воздуха) и охладить.

Выполнение испытания.

А. Определение «водного числа» пикнометра.

Пикнометр должен быть тщательно вымыт хромой смесью, затем водой, высушен и взвешен на аналитических весах. Затем заполняют пикно-

метр подготовленной дистиллированной водой и погружают в термостат с водой, закрепив с помощью проволочной петли так, чтобы метка находилась под водой. Температуру воды поддерживают постоянной – 20 °С в продолжение 20-30 мин. Когда вода в пикнометре приобретет температуру воды в термостате, устанавливают уровень воды в пикнометре точно по метке (по нижнему мениску), отбирая лишнюю воду с помощью капилляра или тонкой полоски фильтровальной бумаги. Затем пикнометр закрывают пробкой, вынимают из воды, тщательно вытирают чистой тряпочкой и взвешивают. Удаляют воду из пикнометра, промывают его несколько раз спиртом, сушат в струе теплого воздуха или в термическом шкафу, дают охладиться и снова взвешивают.

«Водное число» пикнометра (N) рассчитывают по формуле:

$$N = \text{масса 1 мл воды при } 20^{\circ}\text{C} / \text{масса 1 мл воды при } 4^{\circ}\text{C},$$

учитывая, что масса 1 мл воды при 4 °С равна 0,997 г, а массу воды при 20 °С находят как разность масс пикнометра с водой и пустого (с воздухом).

Для данного пикнометра «водное число» является величиной постоянной.

Б. Определение плотности испытуемого вещества.

Чистый сухой пикнометр заполняют испытуемым веществом как это представлено в пункте А для воды. Все последующие операции аналогичны вышеописанным. После окончания работы пикнометры тщательно моют и сушат.

Разность масс пикнометра с веществом и пустого дает массу вещества в объеме пикнометра при 20 °С (m). Определяется плотность жидкости при 20 °С по отношению к воде при 4 °С, что обозначается символом d_4^{20} .

Относительную плотность вещества рассчитывают по формуле:

$$d_4^{20} = m / N + 0,0012$$

Например. А. Масса пикнометра с водой – 5,5052 г

Масса пикнометра с воздухом – 3,5021 г

«Водное число» $N = (5,5052 - 3,5021) / 0,9970 = 2,0091$

Б. Масса пикнометра с веществом – 5,2595 г

Масса вещества в объеме пикнометра, г:

$$m = 5,2595 - 3,5021 = 1,7574$$

Относительная плотность вещества:

$$d_4^{20} = 1,7574 / 2,0091 + 0,0012 = 0,8759.$$

По окончании работы сравнивают данные, полученные в опыте 1 и 2. Насколько эти данные различаются?

Находят в справочной таблице (приложение Г, табл. 1) значение плотности для исследуемого вещества, сравнивают полученное значение и справочное, делают вывод о наличии или отсутствии примесей (о чистоте вещества), а также общий вывод по выполненной работе.

2. Вязкость веществ.

Вязкость – это свойство газов и жидкостей оказывать сопротивление необратимому перемещению одной их части относительно другой при сдвиге, растяжении и других видах деформации. Вязкость характеризуют интенсивностью работы, затрачиваемой на осуществление течения газа или жидкости с определенной скоростью. При ламинарном сдвиговом течении жидкости между двумя плоскопараллельными пластинами верхняя пластина движется с постоянной скоростью (v) под действием силы (F), а нижняя неподвижна, слои жидкости перемещаются с разными скоростями – от максимальной у верхней пластины до нуля у нижней (рис. 1.3).

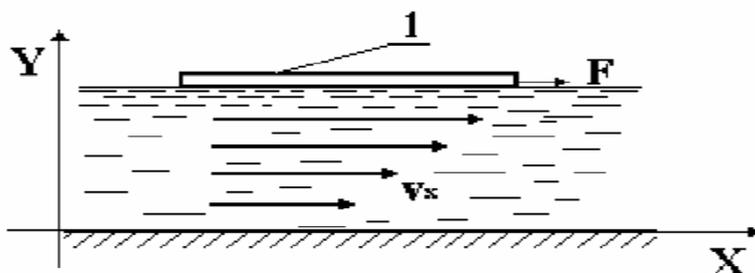


Рис. 1.3. Схема распределения скоростей движения слоев жидкости:

1 – подвижная пластина, F – сила трения, V_x – проекция скорости на ось x .

При этом касательное напряжение (τ)

$$\tau = F / S,$$

а скорость деформации (γ)

$$\gamma = v / H,$$

где S – площадь пластинок; H – расстояние между пластинами.

Отношение касательного напряжения к скорости деформации (τ/γ) называют динамической вязкостью (η), или коэффициентом вязкости.

Динамическая вязкость (или просто вязкость) служит мерой сопротивления жидкости течению.

В системе СИ значение динамической вязкости (η) выражают в Па·с (паскаль-секунда) или мПа·с = 10^{-3} Па·с; в СГС единицей вязкости является Пуаз (П) – 1 Пуаз = 0,1 Па·с, либо в сто раз меньшее значение сантипуаз (сП = мПа·с).

Величину, равную отношению динамической вязкости вещества к его плотности, называют кинематической вязкостью (ν).

Кинематическая вязкость служит мерой сопротивления жидкости течению под влиянием гравитационных сил.

На практике кинематическая вязкость нефтепродуктов определяется в $\text{мм}^2/\text{с}$ (в системе СИ) по формуле $\nu = c \cdot t'$ или $\text{м}^2/\text{с}$, где c – постоянная вискозиметра ($\text{мм}^2/\text{с}^2$), t' – среднее арифметическое время истечения нефтепродукта в вискозиметре (секунды). Кроме того, кинематическая вязкость определяется в стоксах и сантистоксах в секунду (Ст/с или сСт/с; 1 сСт = $1 \text{ мм}^2/\text{с}$).

Величина обратная вязкости называется текучестью.

Если между касательным напряжением и скоростью деформации имеется линейная зависимость, жидкость называется ньютоновской. В общем случае пространственного течения для ньютоновских жидкостей имеет место линейная зависимость между тензорами напряжений и скоростью деформа-

ции. Жидкости, для которых указанные зависимости не являются линейными, называются неньютоновскими.

Для газов вязкость (η) составляет обычно от 1 до 100 мкПа·с, для воды при 20 °С – 1 МПа·с, для большинства низкомолекулярных жидкостей – до 10 Па·с. Расплавленные металлы по порядку величины η близки к обычным жидкостям.

Вязкость низкомолекулярных жидкостей, относящихся к одному гомологическому ряду, растет примерно линейно с увеличением молекулярной массы вещества. Вязкость также увеличивается с введением в молекулу циклов или полярных групп.

Вязкость разбавленных суспензий и эмульсий линейно возрастает с увеличением относительного объема дисперсной фазы. Вязкость растворов и расплавов полимеров достигает 0,1 МПа·с, каучуков и резиновых смесей, битумов и асфальтов – 100 МПа·с. В отличие от низкомолекулярных гомологов вязкость полимеров растет пропорционально их молекулярной массе не линейно, а в степени 3,5, т.е. гораздо сильнее.

С повышением температуры вязкость газов увеличивается, поскольку она обусловлена интенсивностью теплового движения. С повышением давления вязкость всегда возрастает.

Для многих расплавов и растворов полимеров и коллоидных систем, в отличие от низкомолекулярных жидкостей, вязкость зависит от режима течения (т.е. от τ и γ). Поэтому при характеристике таких сред необходимо указывать условия измерения вязкости (значения τ и γ). Таким образом, различают:

- наибольшую ньютоновскую вязкость (или вязкость неразрешенной структуры), отвечающую предельно низким значениям τ ;
- эффективную вязкость (или структурную), зависящую от уровня действующих в среде напряжений;
- наименьшую ньютоновскую вязкость (или вязкость предельно раз-

рушенной структуры), измеряемую при наиболее интенсивном режиме деформирования, когда вязкость перестает зависеть от τ . Значением вязкости характеризуют переход от некристаллизующихся (переохлажденных) жидкостей из текучего в стеклообразное состояние при охлаждении. Температуру, при которой вязкость достигает $10^{11} - 10^{12}$ Па·с, условно принимают за температуру стеклования. Свойства разбавленных растворов полимеров оценивают так называемой характеристической вязкостью $[\eta]$ («предельным числом вязкости»), которая определяется как

$$[\eta] = \lim [(\eta - \eta_s) / \eta_s \cdot C]$$

при $C \rightarrow 0$, η_s – вязкость растворителя, а C – концентрация раствора. Величина характеристической вязкости $[\eta]$ связана с размерами и формой макромолекул в растворе и используется для их определения.

Вследствие высокой чувствительности вязкости жидкостей к молекулярной массе и строению молекул ее измерения служат основой физико-химических методов анализа и контроля технологических процессов. Температурная зависимость вязкости – важнейшая характеристика нефтепродуктов, особенно смазочных материалов.

Вопросы для контроля знаний

1. Что такое вязкость?
2. Чем характеризуют вязкость?
3. Какую жидкость называют ньютоновской? Какую неньютоновской?
4. Что называют динамической вязкостью?
5. Что называют кинематической вязкостью?
6. Что такое текучесть?
7. В каких единицах измеряют вязкость?
8. Как в лабораторных условиях измерить вязкость? Какие требования предъявляются к таким измерениям?
9. Как зависит вязкость от природы вещества?
10. Как влияют температура и давление на вязкость вещества?
11. От чего зависит вязкость растворов и расплавов полимеров?

12. Что такое характеристическая вязкость?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

Определение вязкости при помощи капиллярного вискозиметра

Цель работы – научиться определять вязкость жидкости капиллярным вискозиметром, рассчитывать вязкость по формуле с учетом относительной плотности стандартной и исследуемой жидкости, устанавливать степень чистоты исследуемых веществ.

Оборудование: капиллярные вискозиметры; металлические штативы; мерные стаканы емкостью 100 мл; пипетки; резиновые груши; термошкаф.

Реактивы: дистиллированная вода; этиленгликоль или другие исследуемые жидкости; спирт этиловый.

Ход работы:

Определение вязкости можно производить по скорости истечения жидкости через капилляр.

Прибором для измерения относительной вязкости может служить капиллярный вискозиметр (рис. 1.4), который представляет собой сообщающиеся стеклянные трубки 1 и 2. Трубка 1 имеет расширение А, переходящее в капилляр bc. Через трубку 2 исследуемая жидкость протекает под влиянием собственной тяжести в трубку 1. Выше и ниже расширения А на трубке 1 имеются метки а и b. Объем расширенной части трубки обычно равен 3-4 мм.

Рис. 1.4. Капиллярный вискозиметр Оствальда –

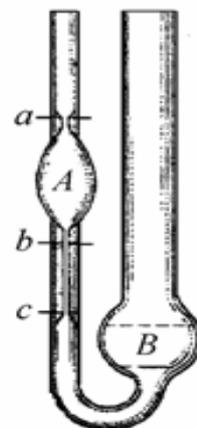
Пинкевича, где:

А – расширение первой трубки

В – расширение второй трубки

а и b - верхняя и нижняя метки

bc - капилляр



В цилиндрических капиллярах для ламинарного протекания жидкости существует зависимость, эмпирически установленная Пуазейлем:

$$V = (\pi r^4 \cdot F / 8 \cdot \eta \cdot l) \cdot t \quad (1)$$

где V – объем жидкости, вытекающей из капилляра, м^3 ; r – радиус капилляра, мм ; F – сила, под действием которой движется жидкость, Н ; t – время протекания, сек. ; l – длина капилляра, мм .

Отсюда

$$\eta = (\pi r^4 \cdot F \cdot t) / (8 \cdot V \cdot l) \quad \text{и} \quad t = (8 \cdot \eta \cdot l \cdot V) / (\pi r^4 \cdot F) \quad (2)$$

Относительную вязкость можно определить по времени протекания одинаковых объемов испытуемой и стандартной жидкостей через один и тот же капилляр. В качестве стандартной жидкости для вязких растворов обычно принимают воду. Метод измерения относительной вязкости основан на том, что при соблюдении указанных выше условий V , r , l представляют собой постоянные величины, т.е.

$$\pi r^4 / 8 \cdot V \cdot l = K,$$

где K – постоянная величина.

Отсюда формула (2) принимает вид

$$\eta = K \cdot F \cdot t,$$

и для относительной вязкости получают:

$$\eta / \eta_{\text{H}_2\text{O}} = K \cdot F \cdot t / K \cdot F_{\text{H}_2\text{O}} \cdot t_{\text{H}_2\text{O}} = F \cdot t / F_{\text{H}_2\text{O}} \cdot t_{\text{H}_2\text{O}},$$

где $\eta_{\text{H}_2\text{O}}$, $F_{\text{H}_2\text{O}}$, $t_{\text{H}_2\text{O}}$ относятся к воде, а η , F , t – к испытуемой жидкости.

Если жидкости вытекают под влиянием собственной тяжести при разных высотах столба жидкости, то отношение давлений можно заменить отношением плотностей:

$$F / F_{\text{H}_2\text{O}} = \rho / \rho_{\text{H}_2\text{O}}$$

Следовательно,

$$\eta / \eta_{\text{H}_2\text{O}} = \rho \cdot t / \rho_{\text{H}_2\text{O}} \cdot t_{\text{H}_2\text{O}},$$

откуда

$$\eta = \eta_{\text{H}_2\text{O}} / [(\rho \cdot t) / (\rho_{\text{H}_2\text{O}} \cdot t_{\text{H}_2\text{O}})],$$

или, принимая коэффициент вязкости воды за 1 сантипуаз (СП), получают: $\eta = \rho \cdot t / \rho_{H_2O} \cdot t_{H_2O}$ (3)

Установив время истечения некоторого объема воды (по секундомеру) и такого же объема исследуемой жидкости и зная ее плотность (плотность воды можно принять за единицу), определяют по формуле (3) коэффициент вязкости (относительную вязкость) исследуемой жидкости.

Выполнение опыта.

а) Студенты получают следующее задание: приготовить раствор заданного вещества и определить его вязкость. Относительную плотность вещества, необходимую для расчета вязкости, определяют в лабораторной работе № 1, используют тот же самый раствор;

б) Перед работой вискозиметр необходимо промыть хромовой месью и дистиллированной водой, а затем просушить в сушильном шкафу. Вискозиметр укрепляют вертикально в термостате, в котором вода нагрета до определенной температуры, и наливают пипеткой несколько миллилитров исследуемой жидкости в трубку 2.

Когда жидкость нагреется до желаемой температуры, ее засасывают вверх по узкой трубке точно до метки 5. Время, необходимое для понижения уровня жидкости от метки 5 до метки 6, измеряют секундомером.

Затем жидкость снова «засасывают» вверх по узкой трубке и повторяют определение, делая это до тех пор, пока не будут получаться близкие значения (не менее трех раз). Так находят сначала время истечения воды по капилляру (при определенной температуре), затем время истечения исследуемой жидкости.

Все данные заносят в таблицу по форме:

Данные наблюдений при определении относительной вязкости

Название жидкости	Время протекания, сек	Плотность жидкости, г/см ³	Относительная вязкость (η), сП
1	2	3	4
Вода	1.		
	2.		
	3.		
	Среднее		

1	2	3	4
Исследуемое вещество	1.		
	2.		
	3.		
	Среднее		

По формуле (3) $\eta = \rho \cdot t_{(средн.)} / \rho_{H_2O} \cdot t_{H_2O(средн.)}$ с использованием полученных данных рассчитывают относительную вязкость (в Сп). Находят в справочной таблице (приложение Г, табл. 1) значение вязкости для исследуемого вещества, сравнивают полученное значение и справочное, делают вывод о наличии или отсутствии примесей (о чистоте вещества), а также общий вывод по выполненной работе.

в) При определении кинематической вязкости нефтепродукта время истечения определяют не менее трех раз (время истечения должно быть не менее 200 секунд). Кинематическую вязкость ν (мм²/с) испытуемого нефтепродукта определяют по формуле:

$$\nu = c \cdot t',$$

где c – постоянная вискозиметра, взятая из аннотации к вискозиметру (мм²/с²), t' - среднее арифметическое время истечения нефтепродукта в вискозиметре, с.

3. Температура плавления.

Плавление – это переход вещества из твердого кристаллического состояния в жидкое при нагревании. Плавление – фазовый переход первого рода, происходящий с поглощением теплоты. Если состав плавящегося вещества не изменяется, плавление называют конгруэнтным, если изменяется – инконгруэнтным.

Плавлению предшествует интенсивное разупорядочивание кристаллов вещества (так называемое предплавление), проявление жидких микроучастков на поверхности кристаллов и вблизи межкристаллических границ. По мере нагревания микроучастки укрупняются и сливаются, формируя жидкую фазу, а кристаллы рассыпаются на фрагменты и веществу при уменьша-

ются в размерах, до полного исчезновения. Теплота, подводимая при плавлении, расходуется в основном на разрыв межатомных связей, а не на его нагревание. Поэтому плавление для чистых веществ совершается при постоянной температуре, которая называется *температурой плавления*.

Температурой плавления считают температуру, при которой вещество переходит в условиях равновесия в жидкое состояние ($T_{пл.}$).

Температура плавления определяется природой вещества и зависит от внешнего давления. Она является характеристикой тел, находящихся только в твердом состоянии и для высокомолекулярных соединений.

Плавление сопровождается поглощением тепла, таким образом, теплотой плавления ($L_{пл.}$) называется количество энергии, необходимое для плавления вещества при постоянной температуре, - как правило, ее относят к одному молу вещества. Зависимость температуры плавления от давления (P) определяется уравнением Клайперона-Клаузиуса:

$$\frac{dT}{dP} = \frac{T_0(V_{жс} - V_{тл})}{L_{пл.}},$$

где T_0 – температура плавления при нормальном атмосферном давлении;

$V_{ж}$ – удельный объем жидкости;

$V_{т}$ – удельный объем твёрдого тела.

Из этого уравнения следует, что если $V_{ж} > V_{т}$, то с ростом давления температура плавления повышается, а при $V_{ж} < V_{т}$ температура плавления понижается. Рост удельного объема при плавлении ($V_{ж} > V_{т}$) характерен для большинства твердых тел, тогда как уменьшение удельного объема ($V_{ж} < V_{т}$) свойственно лишь некоторым твердым телам. К числу которых относятся обычный лед, магний, висмут, сурьма, галлий и некоторые сплавы, например, некоторые марки чугуна. Для таких тел с ростом давления температура плавления увеличивается.

Для чистого кристаллического вещества температурный интервал от момента начала плавления до полного расплавления обычно не превышает

0,5 °С. Вещества, содержащие примеси, не обладают резкой температурой плавления и обычно плавятся в пределах нескольких градусов. Поэтому по температуре плавления можно судить о чистоте вещества. Это неприменимо к полимерам. Кристаллические полимеры плавятся в интервале температур, который определяется молекулярно-массовым распределением и размерами кристаллитов полимеров.

Неорганические простые вещества плавятся при температурах от минус 271 °С (гелий) до плюс 3380 °С (вольфрам).

Органические вещества плавятся при температурах от минус 190 °С до плюс 280 °С.

Наиболее низкой температурой плавления обладают вещества, имеющие молекулярную кристаллическую решетку, так как связь между этими частицами наиболее слабая (водород – минус 259 °С, вода – 0 °С, аммиак – плюс 78 °С, серная кислота – плюс 10,3 °С). Таким образом, молекулярные кристаллы с температурой плавления выше 300 °С почти отсутствуют. У веществ, имеющих кристаллическую решетку, обусловленную ионной или ковалентной связью, как правило, нет температур плавления ниже 300 °С (хлорид серебра – плюс 455 °С, оксид магния – плюс 2825 °С и т.д.).

В молекулярных кристаллах неполярных веществ температура плавления, в общем, повышается с увеличением размера молекул, хотя и не всегда плавно. С увеличением полярности молекул, а в особенности с образованием водородной связи в кристаллах температура плавления повышается. Ионные кристаллы, состоящие из двухзарядных ионов, обладают более высокой температурой плавления (Ca^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{2+}), чем кристаллы, состоящие из однозарядных ионов (Na^+ , K^+ , Cu^+).

Наиболее высокими температурами плавления обладают некоторые группы соединений с атомной кристаллической решеткой (алмаз – 3500 °С, карбиды металлов, например, карбид гафния 3890 °С; нитриды, например, нитрид титана 3220 °С; бориды d-металлов не имеют температур плавления ниже 2000 °С).

Большинство металлов обладает высокими температурами плавления (кальций – 849 °С, железо – 1536 °С, калий – 63,2 °С, натрий – 97,8 °С, магний – 651 °С и т.д.). Плавление металлов всегда происходит при той температуре, при которой тепловое движение частиц усиливается, т.е. температуры плавления металлов сильно различаются в значениях и коррелируются с их способностью расширяться при нагревании.

Следует сказать, что не все модификации кристаллических веществ могут переходить в жидкое состояние. Известен ряд веществ, которые ни при каких условиях не удастся нагреть до температуры плавления, вследствие их разложения при более низких температурах.

Вопросы для контроля знаний

1. Что называют плавлением?
2. Что такое температура плавления?
3. Что называется теплотой плавления?
4. На что расходуется теплота плавления?
5. Как зависит температура плавления от давления?
6. Как плавятся чистые кристаллические вещества?
7. Как плавятся кристаллические полимеры?
8. Как плавятся вещества в зависимости от типа кристаллической решетки?
9. Как плавятся неорганические и органические вещества?
10. Какое плавление называется конгруэнтным? Инконгруэнтным?
11. Что такое возгонка?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

Определение температуры плавления

Цель работы – научиться определять температуру плавления твердых веществ в капилляре, устанавливать степень чистоты исследуемых веществ по определяемой константе.

Оборудование: электроплиты с асбестовыми сетками; круглые колбы

(либо круглодонные с удлинненным горлом), наполненные глицерином; металлические штативы; термометры ($0^{\circ}\text{C} - 300^{\circ}\text{C}$), вставленные в пробки с прорезями; большие пробирки; капилляры.

Реактивы: бензойная и малоновая кислота, нафталин или другие кристаллические вещества по выбору преподавателя.

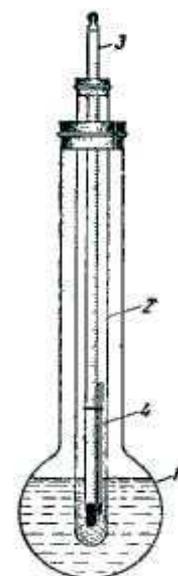
Ход работы:

Температуру плавления кристаллического вещества обычно определяют в капилляре, который вытягивают из тщательно вымытой и высушенной тонкостенной стеклянной трубки диаметром около 10 мм. Внутренний диаметр капилляра должен быть около 1 мм, длина 40-50 мм. Капилляры запаивают с одного конца.

Исследуемое вещество растирают в ступке в тонкий порошок. Для заполнения капилляра его открытый конец погружают в кучку порошка, при этом некоторое количество вещества попадает в верхнюю часть капилляра. Далее переворачивают капилляр открытым концом вверх, берут узкую длинную стеклянную трубку (длиной 30 - 40 см), ставят вертикально на стол и опускают капилляр в ее верхнее отверстие. В результате удара капилляра заполненным концом о стол вещество уплотняется. Повторяя этот прием несколько раз, добиваются получения плотного слоя вещества на дне капилляра. Высота плотного слоя должна быть 2-3 мм. Следует наполнить два капилляра. Капилляр прикрепляют к термометру колечком из резиновой трубки (шириной 1-2 мм) – так, чтобы столбик вещества находился на уровне середины ртутного шарика термометра.

Определение температуры плавления производят в приборе (рис. 1.5).

Рис. 1.5. Прибор для определения температуры плавления



Прибор состоит из круглой колбы с глицерином (1), пробирки, вставленной в колбу (2), термометра, укрепленного в пробирке при помощи пробки с прорезом (3) и капилляра, закрепленного резиновым кольцом на ртутной части термометра (4).

Нагревание ведут обязательно на асбестовой сетке так, чтобы температура повышалась медленно.

Перед плавлением вещество обычно «сжеживается», отстав от стенок капилляра, а затем в самом низу последнего появляется капля жидкости. В этот момент следует отметить на термометре температуру плавления. Первый капилляр употребляют для ориентировочного опыта. Положим, что при этом температура плавления была отмечена в пределах $75 - 80^{\circ}\text{C}$.

После охлаждения прибора укрепляют второй капилляр, нагревают до 65°C , а затем уменьшают нагрев так, чтобы скорость нагрева не превышала одного градуса в минуту. Отмечают температуру начала плавления вещества.

По заданию преподавателя студент получает неизвестное кристаллическое вещество, определяет его температуру плавления и в справочной таблице (приложение Г, табл. 1) определяет, какое именно это вещество. При установлении вида вещества делает вывод о его чистоте, а также общий вывод по выполненной работе.

4. Температура кипения.

Кипение – переход жидкости пар, образующий в ее объеме структурные элементы (паровые пузыри, пленки, струи). Кипение – фазовый переход 1-го рода. На границе раздела пар–жидкость, фазовый переход при кипении осуществляется путем испарения. Паровые пузырьки растут вследствие испарения в них жидкости, всплывают, и содержащийся в них насыщенный пар переходит в паровую фазу над жидкостью. Кипение – одно из фундаментальных физических явлений, используемое в многочисленных процессах химической технологии. Так, оно широко используется в растворах и смесях различных веществ.

Местами, в которых возникают зародыши паровой фазы, могут быть газообразные включения, твердые частицы, находящиеся в жидкости, микровпадины на поверхности нагрева и др. На абсолютно смачиваемой поверхности стенок сосуда также образуются сферические пузырьки (формируя паровые «пятна»), как и в объеме жидкости.

С понижением давления уменьшается плотность пара, возрастает минимальный радиус образования зародышей, поверхность нагрева обедняется центрами генерации паровых пузырей. Это приводит к нестабильному кипению, при котором происходит конвективное движение перегретой жидкости, сменяемое бурным вскипанием, инициированным одной или несколькими микровпадинами подходящего радиуса.

С понижением температуры при вскипании жидкости эти микровпадины «выключаются», и снова повторяется цикл перегрева движущейся конвективно жидкости.

Температурой кипения называется температура, при которой происходит кипение жидкости, находящейся под постоянным давлением ($T_{\text{кип}}$).

В качестве температуры кипения принимают температуру насыщенного пара над плоской поверхностью жидкости, кипящей при данном давлении. Температура кипения при атмосферном давлении приводится обычно как одна из основных физико-химических характеристик химически чистого вещества, т.е. постоянство температуры кипения жидкости может служить критерием ее чистоты. С возрастанием давления температура кипения увеличивается согласно уравнению Клайперона-Клаузиуса:

$$dP / dT = L / T\Delta V,$$

где ΔV – изменение объема системы при фазовом переходе;

L – теплота перехода.

Понижение температуры кипения с уменьшением внешнего давления лежит в основе определения барометрического давления.

Различают объемное и поверхностное кипение. Объемное кипение – образование паровых пузырей внутри массы жидкости, поверхностное – парообразование на поверхности нагрева.

Испарение жидкости с той или иной скоростью происходит при всех температурах, кипение – только при температуре, при которой давление насыщенного пара достигает величины внешнего давления (или несколько превосходит его).

Давление насыщенного пара жидкости. Испарение (парообразование) – переход вещества из конденсированной (твердой или жидкой) фазы в газообразную фазу (пар) на свободной поверхности. Испарение – это фазовый переход 1-го рода. Переход твердого тела в газообразное, минуя жидкую фазу, называется возгонкой, а последующее осаждение его (также минуя жидкую фазу) в твердой форме называют сублимацией. Обычно под испарением понимают парообразование на свободной поверхности жидкости в результате теплового движения ее молекул при температуре ниже точки кипения, соответствующей давлению газовой среды, расположенной над указанной поверхностью.

В жидкости, находящейся в открытом сосуде, молекулы непрерывно движутся. Каждая из молекул. Расположенных во внутренних слоях жидкости, движется беспорядочно во всех направлениях, так как испытывает со стороны окружающих молекул притяжение, в среднем одинаковое со всех сторон.

В отличие от этого молекулы, расположенные в поверхностном слое жидкости, испытывают большее притяжение со стороны молекул, расположенных во внутренних слоях жидкости, чем со стороны молекул воздуха (хотя бы из-за меньшей концентрации). При движении в направлении от жидкости к воздуху скорость молекул будет уменьшаться, так как их кинетическая энергия расходуется на преодоление сил притяжения со стороны молекул, расположенных во внутренних слоях жидкости. Количество энергии, необходимое для полного преодоления этих сил, т.е. для отрыва молекулы от

жидкости, при комнатной температуре в несколько раз (в 5-15 раз) превосходит среднюю кинетическую энергию, которой молекулы обладают в таких условиях. В результате подавляющее большинство молекул не может преодолеть этих сил, и только те из них, которые обладают в данный момент энергией, значительно большей, чем средняя для данной температуры, будут в состоянии вылетать из жидкости. Такие молекулы всегда составляют лишь малую долю общего числа молекул (иначе жидкость испарялась бы практически мгновенно, и вещество находилось бы в данных условиях не в жидком, а в газообразном состоянии).

Процесс испарения сопровождается охлаждением, так как молекулы попадают в воздух, потеряв большую часть кинетической энергии своего поступательного движения, и жидкость, теряя наиболее «горячие» молекулы, тоже охлаждается. Поэтому для поддержания начальной температуры необходимо подводить в систему тепло извне. В естественных условиях потеря энергии, происходящая при испарении жидкости, постепенно компенсируется путем притока теплоты от окружающей среды. В результате, если жидкость находится в открытом сосуде, такой процесс приведет к полному ее испарению.

Если жидкость находится в закрытом сосуде, то испарившимся молекулам некуда вылетать, и они постепенно накапливаются в газовом слое. Для большей простоты предположим, что в сосуде отсутствует воздух или другие посторонние вещества, т.е. испарение происходит в вакууме. Молекулы пара, передвигаясь в объеме парообразного слоя, ударяются о стенки сосуда или о поверхность жидкости. Они могут поглотиться жидкостью, т.е. произойдет процесс, обратный испарению – конденсация пара в жидкость. Число молекул, поглощенных жидкостью за данный промежуток времени, будет тем больше, чем больше молекул содержится в единице объема пара. В начальный момент испарения, когда концентрация пара мала, процесс конденсации происходит в слабой степени. Но по мере возрастания концентрации пара увеличивается и число конденсирующихся молекул. В результате скорость

процесса конденсации увеличивается и становится равной скорости испарения. Устанавливается состояние равновесия.

Пар, находящийся в равновесии с жидкостью. Называется насыщенным, а жидкость, равновесную с ее паром, иногда называют насыщенной жидкостью. Состоянию равновесия отвечает определенная для данной температуры концентрация пара. Давление пара, находящегося в равновесии с жидкостью (или твердым телом), называется давлением насыщенного пара (раньше использовали термин «упругость насыщенного пара»).

Давление насыщенного пара не зависит от количества взятой жидкости, от количества пара, от наличия и концентрации воздуха или другого газа, инертного по отношению к данному пару.

На давление насыщенного пара оказывают влияние температура, форма (кривизна) поверхности жидкости и наличие в ней электрического заряда. При рассмотрении процесса испарения принимали, что поверхность жидкости является плоской и не обладает зарядом по отношению к окружающей среде. Для этих условий давление насыщенного пара данного вещества при неизменной температуре является величиной постоянной и характерной для него.

Давление насыщенного пара может измеряться в любых единицах давления (*мм рт. ст.*, *бар*, *Н/м²* и др.).

Если пар не соприкасается с жидкостью, но обладает давлением, равным тому, которое он при этой температуре должен иметь при равновесии с жидкостью, то его тоже называют насыщенным.

Давление насыщенного пара с повышением температуры всегда возрастает.

Вопросы для контроля знаний

1. Что называют кипением?
2. Что такое температура кипения?
3. Когда закипает любая жидкость?
4. Как зависит температура кипения от давления?

5. Какие виды кипения различают?
6. Чем отличается процесс испарения от кипения?
7. Что называется испарением?
8. Какой процесс называют возгонкой (сублимацией)?
9. Что называется насыщенным паром?
10. Что называется давлением насыщенного пара?
11. От чего зависит давление насыщенного пара?
12. От чего зависит температура кипения растворов?
13. Чем может служить постоянство температуры кипения жидкостей?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

Определение температуры кипения

Цель работы – научиться определять температуру кипения жидкостей разными методами, устанавливать степень чистоты исследуемых веществ по определяемой константе.

Оборудование: электроплиты с асбестовыми сетками, либо водяные бани; круглодонные колбы; большие пробирки; металлические штативы; термометры ($0\text{ }^{\circ}\text{C} - 100\text{ }^{\circ}\text{C}$), вставленные в пробки с прорезями; термометры ($0\text{ }^{\circ}\text{C} - 100\text{ }^{\circ}\text{C}$), вставленные в пробки с прорезями и с отводной трубкой; спиртовки; кипятильные камешки.

Реактивы: дистиллированная вода; этиловый спирт двух разных концентраций; четыреххлористый углерод; хлороформ или другие жидкие вещества по выбору преподавателя.

Ход работы:

Температуру кипения вещества ($T_{\text{кип}}$) можно определить путем его перегонки. Если высушенная жидкость при определенном давлении (нормальном или пониженном) полностью перегоняется при температуре, указанной в справочнике, то с известным основанием можно утверждать, что она является химически чистой. В противном случае жидкость чем-то загрязнена.

Не используя более трудоемкий способ перегонки жидкости, можно определить температуру кипения (для объема жидкости не менее 50 мл и для объема жидкости от 1 до 5 мл) следующими способами.

Опыт 1. Определение температуры кипения воды и этилового спирта.

Помещают в большую пробирку от 1 до 5 мл вещества и кипяtilьный камешек. Вставляют термометр на корковой пробке с вырезом против его шкалы; термометр устанавливают так. Чтобы его резервуар был выше уровня жидкости на 4-5 см и не касался стенок пробирки. Укрепив пробирку слегка наклонно в лапке штатива (рис. 1.6), осторожно нагревают самую нижнюю часть ее дна очень маленьким пламенем горелки, постепенно доводя жидкость до равномерного кипения.

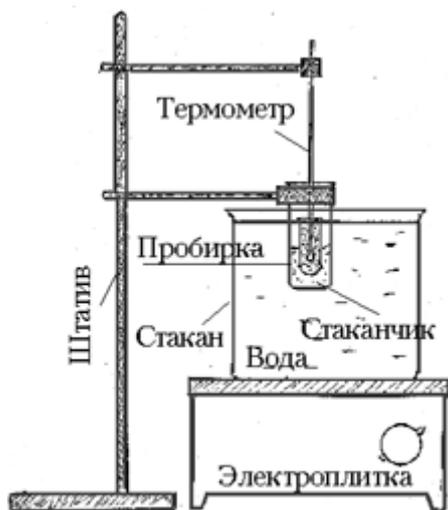


Рис. 1.6. Прибор для определения температуры кипения

Удобно под пробирку подвести на кольце штатива асбестированную сетку с небольшим отверстием (меньше, чем диаметр пробирки) так, чтобы дно пробирки опиралось на края отверстия. Пары кипящей жидкости охлаждаются и конденсируются на термометре и на стенках пробирки. Нагревание регулируют так, чтобы видимое кольцо конденсата поднялось немного выше верха резервуара термометра и капли жидкости стекали с конца термометра непрерывно, но не быстрее, чем 1 капля в 2 – 3 секунды. Когда это достигнуто, столбик ртути в термометре перестанет подниматься.

Если взята чистая жидкость, постоянная температура кипения устанавливается быстро; если же жидкость содержит какие-либо примеси, температура кипения будет изменяться.

Записав показания термометра, прекращают нагревание, дают ртутному столбику термометра снизиться на 10 – 20 °С и повторяют опыт еще два раза для проверки полученной температуры кипения исследуемого вещества и установления среднеарифметического значения. Данные заносят в таблицу.

Взять соответствующие объемы дистиллированной воды, этилового спирта двух неизвестных концентраций I и II и определить их температуры кипения. Сравнить полученные данные со справочными значениями (см. химический справочник). Дополнительно по справочнику определить концентрацию образцов этилового спирта (по температуре кипения ряда спиртов, в том числе и этилового, устанавливают его концентрацию). Полученные результаты занесите в таблицу по форме:

Данные наблюдений при определении температуры кипения

Название исследуемой жидкости	Температура кипения, °С	Температура кипения по справочнику, °С	Концентрация растворенного вещества, % (по справочнику)
Вода дистиллированная	1.		
	2...		
	Среднее		
Этиловый спирт I	1.		
	2...		
	Среднее		
Этиловый спирт II	1.		
	2...		
	Среднее		

Опыт 2. Определение температуры кипения четыреххлористого углерода и хлороформа.

Определение температуры кипения четыреххлористого углерода и хлороформа проводят с помощью прибора, состоящего из круглодонной колбы, имеющей широкое горло. Последнее закрывают пробкой, в которую вставлен термометр и согнутая трубка. Емкость колбы должна быть не менее 50

мл. Жидкость, температуру кипения которой нужно определить, наливают в количестве, равном приблизительно $\frac{1}{4}$ объема колбы. При определении температуры кипения чистой жидкости резервуар термометра находится на небольшом расстоянии от поверхности жидкости и не должен ее касаться. Образующиеся пары жидкости уходят через изогнутую трубку.

Если температура кипения жидкости не выше 90°C , то нагревать ее лучше всего на водяной бане.

Заполнить колбу исследуемой жидкостью на $\frac{1}{4}$ ее объема, закрыть пробкой с термометром и трубкой. Закрепить в лапке штатива и поместить в водяную баню для нагревания. Наблюдения за показаниями термометра следует вести в течение не менее 15 мин считать температурой кипения ту, которую будет показывать установившийся столбик ртути. Данные занести в таблицу по форме:

Данные наблюдений при определении температуры кипения

Название исследуемой жидкости	Температура кипения, $^{\circ}\text{C}$	Температура кипения по справочнику, $^{\circ}\text{C}$
Четыреххлористый углерод		
Хлороформ		

По результатам опытов сделать вывод о чистоте исследуемых жидкостей, соответствии полученных показателей справочным данным (приложение Г, табл. 1) и общий вывод по выполненной работе.

ЧАСТЬ II

Классические органолептические, измерительные и аналитические методы определения показателей качества товаров

Любой материал и изделие (товар) должен иметь определенные физико-механические, физико-химические и гигиенические показатели и соответствовать требованиям нормативных документов (ГОСТов, ТУ и др.). Можно выделить несколько основных групп материалов, используемых для изготовления непродовольственных товаров. К ним можно отнести: пластмассы, целлюлозно-бумажные, различные кожи, силикатные (стекло, фарфор, керамика), моющие средства и мн. др. Требования к каждой группе товаров определяются условиями их использования и эксплуатации. В ряде случаев необходимы влаго-, свето-, термо-, кислото-, щелочестойкость и пр., или же чувствительность к определенным физическим, механическим или химическим воздействиям. Для оценки качества товаров применяются две группы показателей:

1 группа – органолептические, являющиеся субъективными;

2 группа – объективные, т.е. классические количественные и качественные методы без использования специальных приборов, а также измерительные – с использованием измерительной аппаратуры.

Органолептическими методами определяются внешний вид, цвет, запах, консистенция, структура, форма и пр. Объективные показатели устанавливаются путем испытаний по государственным нормативным методикам.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

Определение показателей качества бумаги и картона.

Цель работы – научиться практически, с помощью органолептических, химических и физико-химических методов, определять показатели качества бумаги и картона.

Оборудование: сушильный шкаф, аналитические весы, микроскопы, стаканы на 100 мл, пипетки, стеклянные палочки, предметные и покровные стекла, препарировальные иглы и копыя, фильтровальная бумага, бюксы, напильники, секундомер или песочные часы, фарфоровые чашки для выпаривания, держалки, спиртовки.

Реактивы и материалы: дистиллированная вода; раствор хлорцинка; 1%-ный раствор едкого натрия; 2%-ный раствор малахитовой зелени, подкисленный несколькими каплями уксусной кислоты; фуксин основной 1%-ный раствор; соляная кислота 1%-ный раствор. Комплект образцов бумаги (туалетная, писчая, для принтеров и пр., картон).

Бумага. Целлюлозно-бумажное производство относится к крупнейшей области химической переработки целлюлозы. Для выделения целлюлозы и получения бумаги используют в основном древесину, очень редко – солому, камыш и другие материалы, в том числе вторсырье.

Бумагой и картоном называют материалы, изготовленные преимущественно из специально обработанных растительных волокон, связанных между собой силами поверхностного сцепления в листовую форму.

Бумага (от итал. *bambagia* – хлопок) представляет собой тонколистовой материал, состоящий из растительных полуфабрикатов: целлюлозы, проволочнистой термомеханической древесной массы, объединяемых силами поверхностного сцепления. Кроме того, в ней могут содержаться проклеивающие вещества, минеральные наполнители, пигменты, красители и т.д., ее поверхность имеет покрытия, она может дублироваться с другими материалами (фольгой, полимерными пленками и др.).

В мире имеется порядка 5000 сортов либо типов бумаги, которые в свою очередь подразделяются на три основных класса:

1 класс – бумага общего назначения (массовая и немассовая) и специальная;

2 класс – картон (для изготовления бумажной тары и др. изделий);

3 класс – строительный картон.

Ассортиментная (видовая) принадлежность бумаги подразделяется по следующим признакам:

- по назначению бумага классифицируется на 10 групп.

1-я группа: для печати (газетная, офсетная, типографская, тикетная, картографическая и др.);

2-я группа: для письма, машинописи, принтеров, черчения и рисования;

3-я группа: декоративная (оберточная и упаковочная, перламутровая, цветная глянцевая, имитирующая бархат, полотно, кожу и пр.);

4-я группа: специальная (фильтровальная, хроматографическая, пергаментная, туалетная и пр.);

с 5-й по 10-ю группу бумага относится к видам промышленного назначения и в розничную торговлю не поступает.

- по оформлению – в виде рулонов, одинарных и двойных листов, наборов;

- по формату – по длине и ширине в миллиметрах;

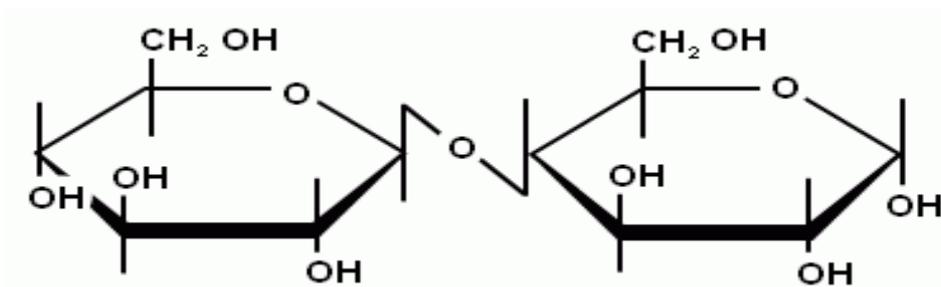
- по волокнистому составу – из целлюлозы древесной (хвойной, лиственной), из одревесневшей массы (коры деревьев, соломенной массы), из семенных и лубяных текстильных волокон, из волокон минерального происхождения или синтетических, из искусственных волокон, из волокон животного происхождения и по другим признакам.

По показателю массы 1 м^2 бумага подразделяется на собственно бумагу и картон. Если масса 1 м^2 бумаги более 250 г – это картон.

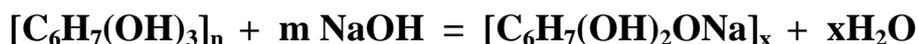
Целлюлоза, или клетчатка, $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_x$ – основообразующая часть бумаги – это полисахарид, из которого строятся стенки растительных клеток (в виде волокон – микрофибрилл). Обычно клетчатке в древесине сопутствуют так называемые *гемицеллюлозы* (полуклетчатка) – полисахариды, образованные пентозами. Кроме того, в древесине имеется *лигнин* – очень сложное вещество, экстрактивные вещества и смолы. Древесина содержит 40-50%

целлюлозы, 15-20% гемицеллюлозы, 25-35% лигнина. Потребительские свойства бумаги и картона зависят от вида и свойств исходного сырья и формируются в процессе производства.

Молекулы целлюлозы построены из остатков β, D – глюкозы. Основным структурным звеном целлюлозы является дисахарид – *целлобиоза*:



Макромолекула содержит порядка 1,5 тысяч моносахаридных остатков. Объединяясь, макромолекулы образуют волокно, которое не растворяется в воде. Целлюлоза сравнительно устойчива к действию щелочей. При обработке концентрированным раствором NaOH она набухает, образуя так называемую *алкалицеллюлозу*, или щелочную целлюлозу (соединение типа сахаратов):



Водой *алкалицеллюлоза* разлагается с образованием щелочи и так называемой *гидратцеллюлозы* (или *регенирированной целлюлозы*). Гидратцеллюлоза более гигроскопична, хорошо окрашивается и легче гидролизуется. Обработку целлюлозы щелочью с последующей отмывкой водой называют *мерсеризацией*.

Основные стадии производства бумаги: измельчение исходного материала, варка, откидывание на сетку и прессование.

В промышленности применяется три способа получения бумаги: сульфитный, сульфатный и экологически наиболее перспективный – этилацетатный.

Сульфитный способ основан на нагревании паром при 135 – 150⁰С и давлении 4 – 5 МПа в течение 10-16 часов очищенной от коры и измельченной древесины с раствором бисульфата кальция $\text{Ca}(\text{HSO}_3)_2$. В результате «варки» бисульфит кальция разрушает связи лигнина с целлюлозой и сам лигнин. Освобожденную целлюлозу промывают многократно водой, отбеливают хлором и хлорной известью $\text{Ca}(\text{ClO})(\text{OH})$, прессуют, сушат.

Сульфатный способ заключается в том, что измельченную древесину нагревают при 170-175⁰С и давлении 7-8 МПа в течение 4-6 часов в растворе 2% сульфида натрия (Na_2S) и 6% NaOH . В щелочной среде гидролиза целлюлозы не происходит, поэтому получаемая бумага как материал в этом случае обладает более высокой прочностью, хотя она окрашена в коричневый цвет. Такая бумага используется для изготовления упаковочных материалов (бумажные мешки, например). Этилацетатный способ заключается в нагревании материала, содержащего целлюлозу в смеси этилацетата ($\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$) и уксусной кислоты, что позволяет выделить 93% волокна. Это в 6-7 раз быстрее по сравнению с рассмотренными способами. Потребление воды при использовании этого метода резко уменьшается и, как было сказано выше, метод является наиболее перспективным и экологически успешным.

Показано, что качество бумаги и картона характеризуется потребительскими свойствами, показатели которых регламентируются нормативно-технической документацией. Идентификация бумаги – это установление соответствия сорта, состава по виду волокнистых полуфабрикатов и его количественного соотношения, массы 1м^2 , толщины и объемной массы, влажности, сорности, белизны, плотности, степени проклейки и других качественных характеристик бумаги или картона требованиям стандартов.

Вопросы для контроля знаний

1. С химической точки зрения поясните состав и структуру бумаги?

2. Запишите структурное звено целлюлозы. Каким образом объединяются мономеры при формировании волокна?
3. Какие химические реакции лежат в основе растворения целлюлозы?
4. В чем сущность процесса набухания целлюлозы?
5. В чем отличие сульфатного и сульфитного способов получения бумаги?
6. В чем сущность и перспективность этилацетатного способа получения бумаги?
7. Что представляют собой наполнители? Какое влияние они оказывают на свойства бумаги?
8. Какое влияние оказывают на свойства бумаги проклеивающие вещества, что это за вещества?
9. Для чего вводят в бумажную массу красители, чем они являются?
10. Как классифицируют бумагу по назначению, по оформлению, по формату?
11. Перечислите основные потребительские свойства бумаги и картона и им соответствующие показатели оценки качества.
12. Какие существуют методы контроля и оценки качества бумаги, по каким показателям?

Ход работы:

Опыт 1. Определение волокнистого состава бумаги.

Идентификация волокнистого состава бумаги – это установление соответствия качественного и количественного состава волокон бумаги ГОСТ ИСО 9706-2000, ГОСТ Р ИСО 9001-2001.

Волокнистый состав бумаги определяют путем наблюдения окраски волокон под микроскопом специально приготовленных препаратов расщепленной на волокна бумаги и обработанной последовательно специальными реактивами.

Количественный состав бумаги определяют путем подсчета количества волокон в препарате при передвижении предметного стекла. Для этих целей выбирают два образца (не менее чем 300 волокон в каждом образце). После этого определяют процентное соотношение доли каждого компонента в образце.

Выполнение испытания:

- из листов бумаги различных образцов вырезать 3 – 5 небольших полосок (10×30 мм, для опыта выбрать не менее 2-х образцов);

- опустить образцы бумаги в 1% раствор щелочи на 3 – 5 мин. (для удаления клеящих веществ, которые затрудняют определение волокнистых компонентов), а затем в дистиллированную воду; процедуру повторить 4-6 раз, меняя дистиллированную воду, до полного удаления щелочи. Подготовленные таким образом образцы, легко разделить на отдельные волокна с помощью препарировальных игл;

- промытую бумагу перенести на предметное стекло;

- в 2-3-х каплях воды пучок волокон разделить на отдельные волокна (оставьте часть волокон для опыта № 3);

- удалить излишки воды фильтровальной бумагой и нанести 2-3 капли реактива для окрашивания – хлор-цинк-йод (реактив берут в избытке);

- подготовленный препарат накрыть покровным стеклом и осторожно надавить иглой, удаляя избыточное количество реактива фильтровальной бумагой; волокна должны быть равномерно распределены под покровным стеклом;

- препарат рассмотреть под микроскопом через 15 мин. после приготовления, отмечая цвет волокон в поле окуляра;

- перемещая предметное стекло, подсчитайте число волокон каждого цвета для количественного расчета содержания тех или иных волокон.

После просмотра и подсчета различных видов волокон, используя данные таблицы 2.1, определить качественное содержание волокон в исследуе-

мых образцах бумаги, а затем произвести расчет по их количественному содержанию в процентах.

Таблица 2.1

Результаты определения волокнистого состава бумаги

Цвет волокон	Вид волокна
Сине-фиолетовый	Целлюлоза древесная (хвойная, лиственная), целлюлоза однолетних растений (соломенная, тростниковая).
Желто-фиолетовый (смешанный)	Полуцеллюлоза, полученная из тех же растений.
Желтый	Одревесневшая масса – кора деревьев, соломенная масса.
Винно-красный	Семенные и лубяные текстильные волокна.
Бесцветный	Волокна минерального происхождения, а также синтетические.
Темно-синий	Волокна искусственные.
Цвет не меняется	Волокна животного происхождения.

По окончании опыта сделать вывод по качественному и количественному содержанию волокнистого состава исследуемых образцов бумаги. Какие свойства бумаги определяет волокнистый состав?

Опыт 2. Определение влажности бумаги.

Качественная идентификация бумаги предполагает установление соответствия влажности бумаги требованиям ГОСТ Р ИСО 9706-2001, ГОСТ Р ИСО 9001-2001.

Оптимальное значение влажности не более 4,5%, что обеспечивает необходимое электрическое сопротивление и снижает скручивание, влияет на прочность и впитывание краски при печатании, письме.

Сущность метода заключается в определении потери массы образца при высушивании до постоянной массы в условиях, установленных вышеуказанными стандартами. Влажность выражается в процентах от исходной массы влажного или воздушно-сухого образца в момент отбора проб.

Выполнение испытания:

- из листов бумаги отобранных образцов бумаги вырезать навески массой 5 г;

- каждый образец быстро поместить в бюксу, закрыть крышкой и взвесить с погрешностью не более 0,01 г;

- открытую бюксу с испытуемым образцом и крышкой поместить в сушильный шкаф и высушить при температуре 105 °С (±2 °С) в течение 30 минут;

- по окончании высушивания бюксу закрыть крышкой в сушильном шкафу, перенести в эксикатор, охладить до комнатной температуры и взвесить;

- постоянство массы считается достигнутым, если после повторных высушиваний в течение 30 минут разность масс при взвешивании не будет превышать 0,1% от первоначальной навески.

Влажность бумаги (W) в процентах вычислить по формуле:

$$W = [(m_1 - m_2) / (m_1 - m)] \cdot 100\%$$

где m – масса бюксы, г;

m_1 – масса бюксы с навеской до высушивания, г;

m_2 – масса бюксы с навеской после высушивания, г.

По окончании опыта сделать вывод о состоянии влажности испытуемых образцов и соответствии нормативным требованиям.

Опыт 3. Определение волокон беленой и небеленой сульфитной целлюлозы.

Качественная идентификация бумаги предполагает установление соответствия волокон беленой и небеленой сульфитной целлюлозы требованиям ГОСТ Р ИСО 9706-2001, ГОСТ Р ИСО 9001-2001.

Метод основан на окрашивании волокон красителями малахитовой зелени и основного фуксина.

Выполнение испытания:

- волокна бумаги, подготовленные в опыте № 1, поместить в фарфоровую чашку для выпаривания и, прилив несколько капель раствора малахито-

вой зелени, нагреть, помешивая стеклянной палочкой, над маленьким пламенем горелки почти до полного испарения раствора красителя;

- волокна несколько раз промыть дистиллированной водой на предметном стекле до удаления избытка красителя. Подсушить на воздухе;

- осушенные волокна окрасить на холоде раствором фуксина при тщательном перемешивании в течение одной минуты;

- избыток красителя отмыть раствором соляной кислоты до полного удаления следов красителя, затем промыть два раза дистиллированной водой;

- волокна, после распределения в 1-3 каплях воды, накрыть покровным стеклом. Лишнюю выступающую воду удалить фильтровальной бумагой;

- подготовленный препарат рассмотреть под микроскопом.

Различные волокна после указанной обработки принимают следующую окраску:

- хорошо беленая сульфитная целлюлоза – не окрашивается;

- полубеленая сульфитная целлюлоза – слабо-розовую;

- небеленая сульфитная целлюлоза – бледно-красную, иногда с фиолетовым оттенком;

- древесная масса – сине-зеленую.

О степени отбеливания целлюлозы судят по интенсивности окраски волокон.

Наличие в препарате неокрашенных волокон в количестве менее 10% не может служить доказательством присутствия беленой целлюлозы, так как очень мягкая небеленая целлюлоза может дать некоторое количество неокрашенных волокон. В присутствии большого количества беленых волокон определение может произведено с точностью до 15%.

По окончании опыта сделать вывод о наличии волокон беленой и небеленой сульфитной целлюлозы в испытуемых образцах бумаги.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

Определение показателей качества кожи и стекла.

Цель работы – научиться практически с помощью органолептических, химических и физико-химических методов, определять показатели качества кожи и стекла.

Оборудование: сушильный шкаф с терморегулятором; аналитические весы; стаканы на 50 и 100 мл; эксикаторы; стаканчики или бюксы с крышками для взвешивания; штатив с пробирками; пипетки; стеклянные палочки; фильтровальная бумага; напильники; держалки; спиртовки.

Реактивы и материалы: 20% и 2н. растворы уксусной кислоты; плавиковая кислота; раствор KI; дистиллированная вода. Набор образцов стекла (обыкновенное и хрустальное). Набор образцов натуральной кожи.

1. Кожа. Изделия из кожи являются товарами постоянного спроса, имеют большое значение для удовлетворения потребностей.

Ассортимент кож относится к группе сложных, так как включает многие классификационные признаки: вид сырья, метод дубления и отделки, назначение и др.

По составу различают следующие виды кож: натуральные, искусственные, синтетические.

По назначению различают обувные, технические, одежно-галантерейные и другие виды кож.

По цвету различают кожи натуральные, белые, цветные, черные, многоцветные, с металлизированным покрытием, яркие (синие, красные, зеленые и др.).

Натуральная кожа – природный белковый материал, который приобретает товарные качества в результате многостадийной обработки различными химическими реагентами. Натуральные кожи вырабатывают из шкур животных, которая состоит из эпидермиса (наружного слоя), дермы (среднего слоя) подкожной клетчатки (мездры) Для получения кожи шкуры подвергают подготовительной обработке, дублению и отделке. Подготовка устраняет загрязнения, увлажняет и размягчает исходный материал.

Дубление – это обработка голья (отдельная дерма) дубящими веществами для придания ему мягкости, эластичности, пластичности, прочности, упругости, стойкости к воздействию химических реагентов, бактерий и ферментов. Таким образом, голье при дублении превращается в собственно кожу.

В зависимости от природы и состава дубящих веществ различные типы дубления, представленные в следующей таблице:

Основа	Типы дубления
Неорганические вещества	Хромовое, циркониевое, титановое и пр.
Органические вещества	Жировое, таннидное, альдегидное и пр.
Неорганические и органические вещества	Комбинированное

Хромовое дубление состоит в обработке голья водными растворами основных солей трехвалентного хрома. Такие кожи имеют серую окраску, мягкие, эластичные, износоустойчивые, гигиеничные, но отличаются повышенной намокаемостью и пониженной пластичностью.

При комбинированном дублении обработка голья осуществляется двумя и более дубильными веществами. Обычно применяют хроморастворительное дубление (обрабатывают голье солями хрома и растительными дубильными веществами) или хроморастворительное с добавлением синтетических дубильных веществ (продуктов переработки нефти, угля, торфа и др.). Кожи после такого дубления плотные, приобретают окраску коричневого цвета, но в то же время пластичные, водостойкие. В случае добавления синтетических дубильных веществ кожи приобретают серый цвет, красивый внешний вид, но пониженную водостойкость.

Жировое дубление применяют для изготовления кожи, которая называется замшей. Голье обрабатывают жирами морских животных.

Искусственная кожа – это материал, представляющий собой основу из натуральных материалов (ткань, трикотажное или нетканое полотно), покрытый (или пропитанный) полимером или композицией полимеров.

Примером искусственной кожи являются обувные резины, пластиковые массы (полиуретан, полиамид, полиэтилен), обувные картоны, мягкие кожи, искусственная замша.

Синтетическая кожа имеет волокнистую основу с использованием синтетических волокон и пористое покрытие из полиуретана.

Таким образом, к искусственным и синтетическим козам относятся кожеподобные материалы, имитирующие натуральные кожи и обладающие необходимыми потребительскими свойствами.

Качество и оценка качества натуральной кожи. При химическом анализе натуральной кожи определяют содержание влаги, гольевого вещества, жировых и минеральных веществ (зольность), окиси хрома, вымываемых водой веществ, рН и т.д. При физическом анализе кожи учитывают толщину, площадь, массу, плотность, пористость, воздухо-, паро- и водопроницаемость, гигроскопичность, намокаемость, влагоемкость, термостойкость и пр.

Вопросы для контроля знаний

1. По каким признакам можно классифицировать кожу?
2. Дайте определение: что такое натуральная кожа?
3. Что такое искусственная и синтетическая кожа?
4. Какие методы дубления применяются в промышленности?
5. Какие вещества применяются при каждом виде дубления?
6. По каким показателям оценивается качество кожи?
7. На какие свойства кожи влияют такие показатели как влажность, зольность, содержание жировых веществ, водородный показатель и др.?

Ход работы:

Опыт 1. Определение продубленности кожи.

90% качества кожи зависит от степени продубленности кожи.

Выполнение испытания:

- приготовить вертикальный срез кожи (не менее двух разных образцов) толщиной 1,5 мм, длиной 20-30 мм;

- поместить подготовленные образцы в мерные стаканчики с 20%-ым раствором уксусной кислоты на 30 минут.

В нормально продубленных кожах не должно быть разбухшей или светлой полосы на срезе.

По окончании испытания сделайте соответствующий вывод о качестве продубленности образцов кожи.

Опыт 2. Определение содержания влаги.

Определение содержания влаги в натуральной коже – это установление соответствия количественного содержания влаги в соответствии с требованиями ГОСТ 938.1-67.

Влажность является одним из основных показателей. Избыточное содержание влаги – свыше 16% (норматив не более 16%) вызывает увеличение толщины кожи, изменяет предел прочности при растяжениях, создает благоприятные условия для развития микроорганизмов, плесени.

Выполнение испытания:

- отобрать из предложенных образцов кожи пробу, измельчить;
- бюксу с крышкой предварительно высушить в сушильном шкафу при 103 ± 2 °С, охладить и взвесить с точностью до 0,01 г;
- поместить в бюксу навеску образца кожи и взвесить около 2-х граммов (бюксу взвешивать вместе с крышкой);
- взвешенную бюксу поместить в сушильный шкаф, снять крышку и сушить при 128 ± 2 °С 30 минут;
- по окончании высушивания бюксу с образцом охладить в эксикаторе или на металлической плите и взвесить, проверочная сушка длится 15 минут.

Влажность кожи (H) в процентах вычислить по формуле:

$$H = (m - m_1) \cdot 100\%$$

где m – навеска кожи до сушки в г;

m_1 – масса кожи после сушки в г.

Результат определения подсчитывают с точностью до второго десятичного знака и затем округляют до первого десятичного знака.

По окончании опыта сделать вывод о состоянии влажности испытуемого образца и соответствии нормативным требованиям.

2. Стекло.

Стекло – твердый аморфный прозрачный материал, полученный при остывании расплава, содержащего оксиды кремния, алюминия, бора, фосфора и др. (стеклообразующие компоненты) и оксиды лития, калия, магния, свинца и др.

Материалы для производства стекла подразделяются на основные и вспомогательные.

Основные материалы служат основой для образования стекла и называются стеклообразующими. Как правило, состав стекла выражается процентным содержанием оксидов. Важнейшей частью стекла является кремнезем (кварцевый песок) – SiO_2 (его примерно от 60 до 80%). Остальную часть стекломассы составляют сульфат натрия, сода, поташ, мел, бура, свинцовый сурик, барит и др.

Каждый компонент вносит в стекломассу определенную функциональную составляющую.

Борный ангидрид – B_2O_3 , делает стекло более упругим и увеличивает показатель его преломления, с другой стороны ускоряет варку, понижает вязкость стекломассы, способствует быстрой ее очистке и уменьшает кристаллизационную способность.

Сульфат натрия (Na_2SO_4) и сода (Na_2CO_3) ускоряют стеклообразование и снижают температуру плавления кварцевого песка.

Оксид калия (K_2O) вводят с помощью поташа (K_2CO_3). В составе стекломассы оксид калия повышает прозрачность и блеск стекла.

Оксид кальция (CaO) – один из важнейших компонентов, придающих стеклу химическую устойчивость.

Оксид магния (MgO) снижает склонность стекол к кристаллизации и увеличивает скорость отверждения, а совместно с оксидом алюминия (Al_2O_3) повышает химическую стойкость.

Оксид бария (BaO) в основном вводят в состав оптических стекол и в состав стекол для высокосортных художественных изделий.

Оксид свинца (PbO) придает стеклу высокую плотность, повышает показатель преломления, придает характерный блеск и игру цветов (вводят в состав оптических стекол, хрусталь и др.).

Оксид цинка (ZnO) снижает коэффициент термического расширения стекол и повышает химическую стойкость.

К вспомогательным сырьевым материалам относят красители, обесцвечиватели, окислители, восстановители, глушители и осветлители.

Красителями являются такие вещества, которые при введении их в стекломассу окрашивают стекло в различные цвета. Такими красителями являются, как правило, соединения различных металлов. Например, соединения марганца окрашивают стекло в фиолетовый цвет; а кобальта – в синий; хрома – в зеленый; никеля – в красновато-фиолетовый или дымчатый; закись железа – в сине-зеленый; окись железа – в коричневый; селен – в красный и розовый цвета; золото – от темно-красного до розового; серебро придает стеклу золотисто-желтый цвет и т.д. Красители с редкоземельными металлами окрашивают стекла в нежные цвета – лимонно-желтый, светло-малиновый, голубой, фиолетово-сиреневый и пр.

Обесцвечиватели уничтожают нежелательную окраску, вызванную красящими примесями, попадающими в стекло в сырьевые материалы. Обесцвечивание может быть химическим (добавление сульфата натрия, оксида мышьяка и др.) и физическим (окрашивание в дополнительный цвет).

Глушители делают стекло непрозрачным – глухим. В качестве глушителей используют фтористые соединения, например, плавиковый шпат, соли кремнийфтористоводородной кислоты, криолит и др.

При изготовлении товаров применяют натрий-кальций-силикатное стекло ($\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{SiO}_3$), т.е. так называемое, *обыкновенное* – бесцветное и прозрачное. *Хрустальное стекло* (массовая доля оксидов свинца, бария, калия, цинка должна быть не менее 10%) – бесцветное, более прозрачное, бле-

стящее, с высокой лучепреломляемостью, но менее термически стойкое. *Боросиликатное* (жаростойкое) стекло – желтовато-зеленое, прозрачное, термически стойкое. Особый вид стекла – *ситаллы*, это стекло кристаллического строения, обычно белое, полупрозрачное, высокой прочности, твердости, химической и термической стойкости, применяется для изготовления посуды в строительстве (т.н. шлакосиликаты).

Стекло обладает комплексом разнообразных физико-механических и химических свойств, не присущих другим материалам, поэтому оно нашло столь широкое применение в жизнедеятельности человека. Такие свойства как светопропускание (прозрачность), лучепреломляемость, термостойкость, химическая стойкость, прочность, диэлектрические свойства, являются наиболее характерными. Термическая устойчивость стекла, его прочность и др. зависят от «термического прошлого стекла», т.е. от температурного режима варки стекла.

Главнейшие свойства стекол находятся в функциональной зависимости от их химического состава, а в зависимости от физико-механических и химических свойств, стекла классифицируются по назначению:

- стекла для изготовления изделий бытового назначения (стаканы, графины и т.д.);
- стеклотара (банки, бутылки и т.д.);
- стекла для изготовления изделий технического назначения (электроизоляция, лабораторная посуда, оптика и т.д.);
- стекла для изготовления изделий медицинского назначения (кюветы, дистилляторы, физиолампы и т.д.);
- стекла для изготовления изделий строительного назначения (оконное, зеркальное, стеклоблоки и т.д.);
- стекла для изготовления художественных изделий и имитации драгоценных камней.

Вопросы для контроля знаний

1. Что такое стекло?

2. Какие материалы, образующие стекло являются основными?
3. Какие материалы, образующие стекло являются вспомогательными?
4. От чего зависит твердость стекла и как ее можно повысить?
5. Назовите области применения известково-калиевых стекол?
6. Что представляют собой ситаллы?
7. Чем отличаются хрустальные стекла от обыкновенных, перечислите их свойства?
8. Чем обусловлен цвет стекла?
9. Какие компоненты придают стеклу химическую стойкость, а какие плотность?
10. Какими физико-механическими свойствами характеризуются стекла?
11. От чего зависят свойства стекол?
12. Как классифицируются стекла по назначению?
13. Какие еще вы могли бы предложить виды классификации стекол?

Ход работы:

Опыт 1. Определение наличия оксида калия в стекле.

Определение наличия оксида калия в стекле – это установление содержания определяемого оксида в соответствии с требованиями ГОСТ 26822-86.

Оксид калия вводят в состав стекла в виде поташа (в основном калицинированный поташ). Оксид калия придает изделиям блеск, прозрачность. Уменьшает вероятность кристаллизации. В основном его применяют для изготовления высококачественной посуды, хрустальных и цветных изделий, оптических стекол.

Общие требования к методам определения оксидов: образцы стекол не должны иметь инородных включений, должны быть очищены от механических загрязнений, промыты дистиллированной водой, протерты спиртом.

Выполнение испытания:

- сделать напильником надрез на образце (или на двух образцах разных видов стекла) изделия, нанести на него 2-3 капли воды;

- прокалить в пламени платиновую (или никелированную) проволоку, затем опустить ее конец в каплю воды на образце и внести в пламя грелки;

- рассмотреть пламя через фильтр (кобальтовую платину) – при наличии оксида калия (K_2O) пламя окрашивается в фиолетовый цвет.

По окончании опыта сделать вывод о наличии оксида калия в образцах стекла.

Опыт 2. Определение наличия свинца в стекле безсероводородным методом.

Определение наличия свинца в стекле – это установление содержания определяемого оксида в соответствии с требованиями ГОСТ 26822-86.

Значительное содержание оксида свинца в стекле (не менее 10%) говорит о принадлежности такого стекла к типу хрусталей. По составу стекло-массы хрустальные изделия делят на малосвинцовые (10 - 24% PbO), свинцовые (24-30% PbO), высокосвинцовые (30% и более PbO) и др. Хрустальное стекло обладает повышенной массой, прозрачностью, лучепреломляемостью и блеском, но меньшей термостойкостью по сравнению с другими видами стекол.

Выполнение испытания:

- сделать напильником надрез на одном из образцов стекла;
- нанести 2-3 капли 2н. плавиковой кислоты;
- смыть аккуратно в стаканчик концентрированный раствор фторида свинца (PbF_2) небольшим количеством воды, а затем перелить в пробирку;
- добавить в ту же пробирку по каплям раствор иодида калия (KI) до образования осадка;
- к осадку прилить 4-5 капель воды и столько же 2н. уксусной кислоты. Нагреть над пламенем спиртовки. При нагревании осадок йодистого свинца переходит в раствор;
- охладить раствор под струей холодной воды.

Что наблюдаете? Исследуйте полученный осадок (пластинки мелкие

золотистого цвета и т.д.). Запишите химические реакции, лежащие в основе получения характерного золотистого осадка.

По окончании опыта сделать вывод о наличии свинца в образцах стекла. Какие из исследуемых образцов можно отнести к типу хрустальных стекол?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

Определение показателей качества моющих средств.

Цель работы – научиться практически, с помощью органолептических, химических и физико-химических методов, определять показатели качества моющих средств.

Оборудование: теххимические весы; стаканы на 50-150 мл; штативы с пробирками; нож для разрезания; держалки; спиртовки; стеклянные палочки; универсальная индикаторная бумага.

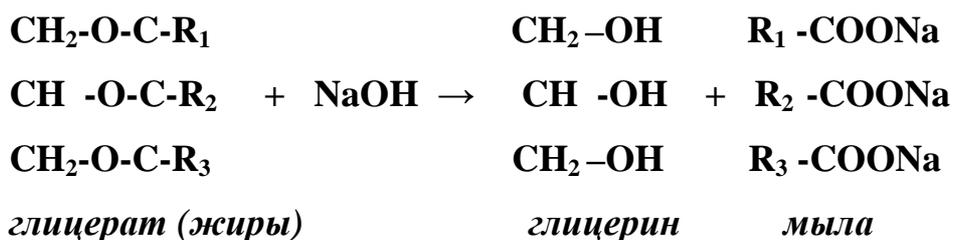
Реактивы и материалы: дистиллированная вода; растворы CaCl_2 и MgCl_2 ; растительное масло. Образцы туалетного и хозяйственного мыла, стиральных порошков (СМС).

Моющими средствами называют вещества, способные удалять с отмываемых поверхностей прилипшие частицы загрязнений и переводить их во взвешенное состояние в воде в виде эмульсии и суспензии. Затем эти частицы удаляются с водой.

Моющие средства – детергенты (от англ. – *очищающий*), относятся к группе бытовых химических товаров, а туалетное мыло также относится к парфюмерно-косметической группе как продукция для ухода за кожей лица и тела.

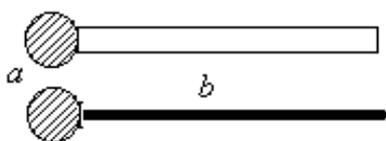
Основным компонентом моющих средств являются поверхностно-активные вещества (ПАВ), адсорбирующиеся на границе раздела жидкой (водный раствор) и твердой (частицы загрязнений, отмываемая поверхность) фаз. Они снижают поверхностное натяжение воды, обеспечивая хорошее смачивание частиц.

Мыла – соли высших карбоновых кислот. Получают мыла при взаимодействии жиров с едкими щелочами и таким образом представляют собой смесь натриевых и калиевых солей жирных кислот, главным образом, пальмитиновой, олеиновой, стеариновой и пр. При взаимодействии твердых жиров и их жирных кислот с натриевой щелочью получают твердые мыла, а при взаимодействии жидких жиров и их жирных кислот с калиевой щелочью – мазеобразные и жидкие мыла.



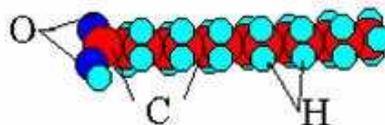
где R_1, R_2, R_3 – углеводородные радикалы жирных кислот.

Моющим действием в мылах и СМС обладают растворимые в воде натриевые и калиевые соли (в сущности в мылах это и есть поверхностно-активная частица – ПАЧ, а в СМС поверхностно-активными веществами являются соли органических сульфокислот $R\text{-SO}_2\text{ONa}$ или алкилсерных кислот $R\text{-O-SO}_3\text{Na}$). Молекулу мыла, например, твердого стеарата натрия $C_{17}H_{35}COONa$, можно представить состоящей из углеводородного радикала $C_{17}H_{35}$ (неполярная часть) и полярной группы – $COONa$. Углеводородная часть молекулы *гидрофобна* и выталкивается из воды, полярная группа – *гидрофильна* и активно взаимодействует с водой (рис. 2.1).



(1)

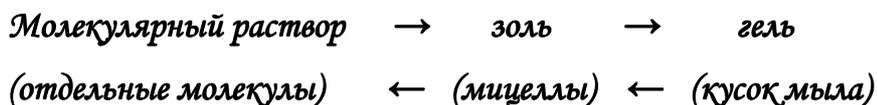
гидрофильная часть – а
гидрофобная часть – б



(2)

Рис. 2.1. Строение молекулы ПАВ (1) и компьютерная модель молекулы $C_{12}H_{25}COOH$ (2).

В растворе мыла находятся как свободные молекулы ПАВ, так и коллоидные частицы – мицеллы. Моющий раствор представляет собой полукolloид – или лиофильный золь. В этой системе возможны взаимные переходы по следующей схеме:



Важное свойство ПАВ – *поверхностная активность* – способность молекул адсорбироваться на границе раздела фаз и понижать натяжение жидкости. В конечном результате концентрация молекул мыла на поверхности оказывается больше, чем в объеме, и таким образом, снижается поверхностное натяжение воды, мешающее полному смачиванию загрязненных поверхностей).

Проникая в зазор между частицами грязи и загрязненной поверхностью или волокнами ткани, вода с молекулами ПАВ отделяет частицы. Частицы, полностью покрытые молекулами ПАВ, препятствующими слипанию частиц, уходят в раствор, образуя эмульсии и суспензии, прилипают к пузырькам пены (рис. 2.2).

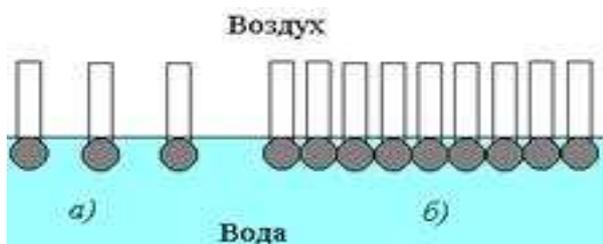


Рис. 2.2. Схема строения адсорбционного слоя молекул ПАВ на поверхности воды: а – ненасыщенный, б – насыщенный адсорбционный слой.

Моющее действие мыла является сложным физико-химическим процессом, исчерпывающее объяснение которого связано с значительными

трудностями. Во всяком случае, высказываемое иногда мнение, что моющее действие мыл связано с гидролизом их водных растворов, сопровождающимся образованием свободных щелочей, неправильно.

Моющее действие мыльных растворов заключается в эмульгировании жиров и масел и суспендировании мельчайших твердых частичек грязи (рис. 2.3). Очевидно, что моющее действие будет тем сильнее выражено, чем выше стойкость образующихся эмульсий или суспензий. Стойкость эмульсий зависит, главным образом, от величины поверхностного натяжения на границе масла и водного мыльного раствора. Вещества, адсорбирующиеся на поверхностях раздела двух жидкостей, понижают поверхностное натяжение и способствуют стабилизации эмульсий (и суспензий).

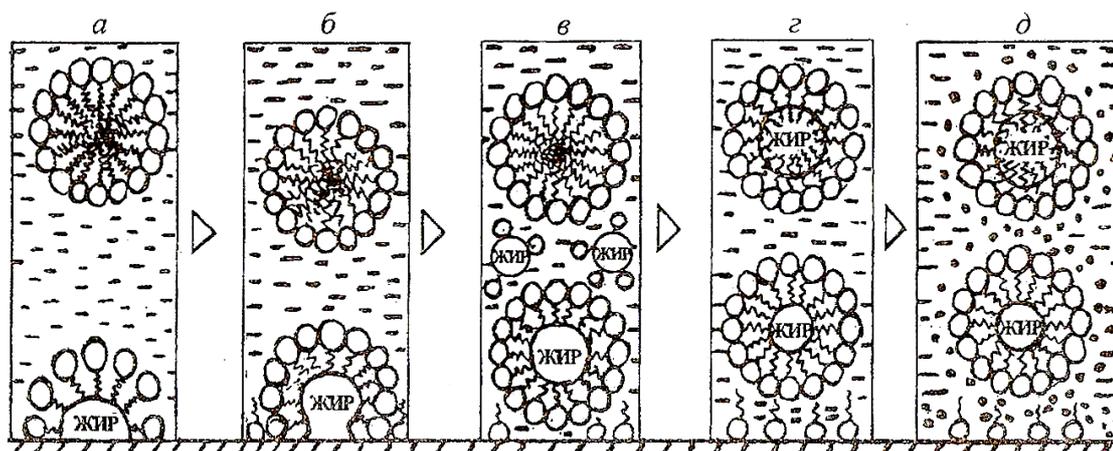


Рис. 2.3. Схема моющего действия растворов ПАВ:

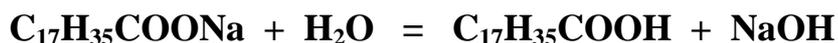
а, б – адсорбция ПАВ и отделение жира от ткани; *в, г* – диспергирование, эмульгирование и солубилизация жира в мицеллах ПАВ; *д* – стабилизация полиэлектролитом мицелл ПАВ с жиром и поверхности ткани (•••• – защитный слой полиэлектролита).

Моющее действие ПАВ обусловлено еще и тем, что детергенты образуют высокоустойчивые пены. Гидрофобные пузырьки пены флотируют частицы загрязнений.

Молекулы ПАВ играют также роль стабилизаторов, предотвращая коагуляцию и повторное осаждение загрязнения на ткани.

Свойством ПАВ, усиливающим их моющее действие, *является солюбилизация* – растворение нерастворимых в обычных условиях веществ путем включения их внутрь мицелл.

Мыла в воде частично гидролизуются, поэтому их растворы имеют щелочную реакцию:



В целом щелочная среда раствора мыла вредно действует на многие ткани при их стирке.

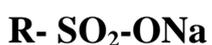
Существенным недостатком обычных мыл является их плохая моющая способность в жесткой воде. Жесткая вода, например, морская, содержит растворенные соли кальция и магния, которые вступают в обменную реакцию с молекулами мыла, образуя нерастворимые в воде кальциевые или магниевые соли высших карбоновых кислот (нерастворимые мыла), они выпадают в осадок в виде хлопьев. Хлопья нерастворимого мыла оседают на ткани, вызывая ее потемнение (т.н. серая стирка). Таким образом, моющая способность мыла в жесткой воде резко понижается.

Для предотвращения отрицательного действия «ионов жесткости» в моющие средства добавляют так называемые *мягчители*. Мягчителями являются различные полифосфаты натрия, полифосфорные кислоты и др., которые с ионами кальция и магния образуют растворимые комплексы.

Классификация ПАВ.

По заряду активной части молекулы различают следующие группы ПАВ: анионные, катионные, неионогенные и амфотерные (или амфолитные).

Анионоактивные ПАВ – это такие вещества, которые диссоциируют в водных растворах на длинноцепочечные анионы, обеспечивающие поверхностную активность этих растворов, и катионы, влияющие только на растворимость этих веществ. К ним относятся обычные мыла, алкилсульфонаты, алкиларилсульфонаты, алкилсульфаты и др., входящие в СМС:



алкилсульфонаты

алкилсульфаты

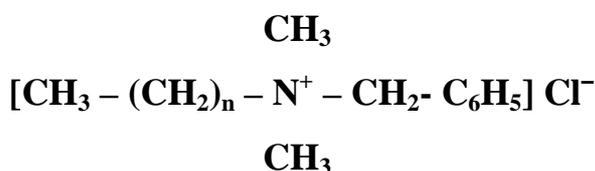
алкиларилсульфонаты

где R – углеводородный алкильный радикал $C_8 - C_{20}$. Все они обладают высокой эмульгирующей и смачивающей способностью в отличие от обычного мыла. Алкиларилсульфонаты лучше понижают поверхностное натяжение, чем их гомологи нормального строения, но при этом труднее подвергаются биологическому разложению, что ограничивает их производство и применение.

На основе анионоактивных ПАВ производят большинство СМС.

Катионоактивные ПАВ.

Катионоактивные ПАВ диссоциируют в водных растворах с образованием более объемного, чем у анионоактивных веществ, катиона, который обуславливает поверхностную активность растворов. К катионоактивным веществам относятся аминосоединения, аммониевые, сульфониновые и фосфониевые соединения:



Эта группа ПАВ по сравнению с анионоактивными и неионогенными выпускается промышленностью в меньшем количестве. Их используют как флотационные реагенты, добавки к СМС в комплексе с неионогенными ПАВ, проявляющими одновременно хороший моющий, дезинфицирующий и антистатический эффект.

Неионогенные ПАВ.

Неионогенные ПАВ в водных растворах не образуют ионов. Их растворимость в воде обусловлена функциональными группами, имеющими гидрофильный характер. В отличие от ионогенных ПАВ, в гомологических рядах этих соединений может изменяться не только гидрофобная, но и гидрофильная часть молекулы. Этим объясняется большое многообразие их свойств. Большинство неионогенных ПАВ получают взаимодействием оксида этилена

со спиртами, кислотами, аминами, тиолами, алкилфенолами и др., т.е. представлены в конечном итоге эфирами, карбоновыми кислотами, алкилнафтолами и др. соединениями.

Большинство неионогенных ПАВ хорошо разлагается не загрязняя окружающую среду. Они обладают высокой поверхностной активностью, а смачивающая способность повышается с увеличением полиоксиэтиленовой цепи.

Амфолитные (амфотерные) ПАВ.

Амфолиты содержат в качестве гидрофильных фрагментов одновременно катионные и анионные группы:



Амфолитные ПАВ чаще всего применяют при производстве шампуней для волос, гелей для душа, детских моющих средств.

Современные синтетические моющие средства (СМС) – это смеси веществ, их компонентами являются поверхностно-активные вещества, комплексообразователи, оптические осветлители, химические отбеливатели и различные вспомогательные вещества (ингибиторы посерения, стабилизаторы пены, биодобавки, душистые вещества – так называемые отдушки и мн. др.). Кроме того, современные СМС содержат до 30-50% различных фосфорных солей (пирофосфаты, триполифосфаты и пр.). Они прочно связывают двух- и трехзарядные ионы металлов, уменьшают жесткость воды и усиливают действие ПАВ, адсорбируясь на волокнах, молекулы полифосфатов отталкивают частицы грязи с поверхности ткани и, вследствие электростатического отталкивания, способствуют их распределению в моющем растворе. При этом из всех компонентов, входящих в состав СМС, наибольшее загрязнение окружающей среды вызывают именно полифосфаты. Попадая и накапливаясь в сточных водах, продукты гидролиза полифосфатов являются необходимым питательным компонентом растений, усиливая их рост и размножение. Таким образом, происходит заболачивание, резкое уменьшение кислорода и последующая гибель экосистем.

В современном производстве СМС идут поиски замены фосфорных соединений. В частности предлагаются конкурирующие соединения натриевой соли нитрилуксусной кислоты, оксикарбоновые кислоты, полиакрилаты и другие полимерные соединения.

Немаловажными изысканиями, связанными с совершенствованием стирки, относящейся к физико-химическим процессам, является увеличение доли химии и уменьшение других, более трудоемких факторов – температуры и времени.

Вопросы для контроля знаний

1. Что такое моющие средства?
2. Что такое ПАВ? Поясните на примере строение ПАВ.
3. Как осуществляется моющее действие ПАВ?
4. Как классифицируют виды ПАВ? Охарактеризуйте каждый из видов ПАВ?
5. Что такое мыла и каков их качественный состав?
6. К каким дисперсным системам относится раствор мыла (ПАВ)? Почему?
7. Почему раствор мыла в воде имеет щелочную среду?
8. Охарактеризуйте состав мыла. Определите функцию каждого из перечисленных вами компонентов мыла.
9. По каким органолептическим свойствам характеризуют мыло?
10. Охарактеризуйте состав синтетических моющих средств (стиральных порошков). Определите функцию каждого из перечисленных компонентов СМС.
11. По каким органолептическим свойствам характеризуют СМС?
12. Как влияет жесткость воды на моющую и пенообразующую способность мыла и СМС? Докажите это химическими реакциями.
13. Каков экологический аспект использования мыла и СМС?

Ход работы:

Опыт 1. Определение качества мыла органолептическим методом.

Определение качества мыла органолептическим методом – это установление соответствия полученных показателей ГОСТу 28546-2002.

К органолептическим показателям качества туалетного мыла относят внешний вид, форма, цвет, запах, консистенция, соответствие упаковки и маркировки нормативным требованиям.

Кусковое мыло должно быть твердым на ощупь, однородным в разрезе, без трещин, выпотов, полос, пятен; недопустимы неточный штамп и неровный срез. Поверхность мыла должна быть гладкой, форма куска правильной, с четким штампом, деформация формы не допускается. Цвет мыла должен быть равномерным, чистых тонов, неокрашенное мыло – от белого до кремового цвета; запах – приятным и не иметь посторонних запахов (плесени, прогорклости, затхлости и пр.). Цвет и запах должны быть свойственными изделию данного наименования. Допускаются по согласованию с потребителем трещины и разноотечность, приобретенные в результате размораживания мыла после воздействия температур ниже -5°C .

К органолептическим показателям СМС относят внешний вид, цвет и запах. Синтетическое моющее средство выпускается в определенной товарной форме (гранулированной, в виде мелкодисперсного порошка и пр.), с определенным размером частиц. Например, для хлопчатобумажных тканей выпускаемый порошок должен быть гранулированным с размером частиц не более 3 мм. Допускается присутствие гранул иного цвета (голубых, зеленых, розовых и пр.). В большинстве случаев СМС имеют белый, светло-кремовый или светло-желтый цвет. Он зависит от чистоты применяемого сырья. Запах имеет большое значение для СМС (может передаваться отстирываемому изделию) и соответственно свидетельствовать о некачественном составе. Не допускаются запахи, связанные с недостаточной очисткой компонентов СМС, в частности запах нефтепродуктов, запах прогорклости, затхлости. Как

правило, в современные СМС добавляются парфюмерные отдушки, содержание которых не превышает 0,1%, тогда запах должен быть приятным.

Выполнение испытания:

- согласно требований нормативного документа исследовать упаковку и маркировку испытуемого образца мыла и записать в рабочей тетради;
- вскрыть упаковку и взвесить образец на теххимических весах, сравнить номинальную массу куска и фактическую;
- осмотреть внешнее состояние мыла, форму и штамп, установить отклонения и внешние дефекты, если таковые имеются;
- на чистом листе бумаги разрезать образец мыла на четыре равные части по двум взаимно перпендикулярным направлениям;
- установить цвет, запах, консистенцию, липкость, наличие маслянистых выделений (выпотов);
- результаты испытания занести в таблицу по форме:

№	Вид мыла	Масса, г фактическая	Масса, г номинальная	Консистенция	Цвет	Запах	Форма

Проведите подобное испытание с образцом(ами) СМС. Описание упаковки и маркировки можно провести в домашних условиях. Полученные данные занести в таблицу по форме:

№	Название	Масса, г номинальная	Внешний вид	Цвет	Белизна	Запах

Сделать заключение по проведенным испытаниям на соответствии нормативным требованиям.

Опыт 2. Растворимость и обменные реакции мыла и СМС.

Определить растворимость и пенообразование мыла и СМС:

- а) в дистиллированной;

б) в обычной водопроводной воде (узнать у преподавателя жесткость местной водопроводной воды);

в) в воде с созданной жесткостью (с помощью растворов хлорида кальция и магния).

Выполнение испытания:

- в отдельные пробирки поместить по 0,1 – 0,2 г мыла и СМС;
- добавить в каждую пробирку 7-10 мл дистиллированной воды;
- смесь нагреть на спиртовке и встряхнуть до полного растворения;
- охладить под струей холодной воды.

Раствор мыла образует плотный студень, раствор СМС остается без изменений.

Загустевший раствор мыла снова нагреть до полного растворения. Затем растворы мыла и СМС разделить на 3 части и добавить к каждой соответственно такие же объемы:

- водопроводной воды;
- раствор хлорида кальция (CaCl_2);
- раствор хлорида магния (MgCl_2);
- встряхнуть растворы в пробирках, отметить в каких пробирках образуется пена, а в каких нет.

Результаты испытания занести в таблицу по форме:

Образцы	Водопроводная вода	Раствор CaCl_2	Раствор MgCl_2
Мыло			
СМС			

По окончании испытания сделать вывод о влиянии на пенообразование ионов кальция и магния.

Опыт 3. Качественная характеристика эмульгирующих свойств мыла и СМС.

Выполнение испытания:

- в три пробирки поместить по 2 капли растительного масла;
- в первую пробирку добавить 7-10 мл воды, во вторую – 1% раствор мыла, в третью – 1% раствор СМС;
- встряхнуть сильно содержимое до получения эмульсии масла в воде и поставить пробирки в штатив;
- через 10 минут сравнить вид эмульсии (устойчивость, цвет, наличие слоев, капель и т.д.).

Полученные результаты занести в таблицу по форме:

Реагент	Вода	Раствор мыла	Раствор СМС
Растительное масло			

По завершении испытания сделайте вывод об эмульгирующих свойствах мыла и СМС, сравните их.

Опыт 4. Определение среды (рН) раствора СМС универсальным индикатором.

Моющее средство. Предназначенное для стирки хлопчатобумажных тканей, должно иметь щелочную реакцию среды, а для шелковых и шерстяных – нейтральную. Определите с помощью универсального индикатора реакцию растворов мыла и нескольких образцов синтетических моющих средств.

Выполнение испытания:

- приготовить навески имеющихся образцов мыла и СМС по 1,5 г;
- нагреть в стаканах на 100-150 мл дистиллированной воды до 40 °С и растворить в них навески мыла и СМС;
- определить реакцию среды (рН) в полученных растворах с помощью полосок универсального индикатора;
- сравните результаты испытания с требованиями ГОСТа.

По окончании испытания сделайте вывод о значении среды растворов мыла и СМС и их влиянии на структуру различных видов тканей, на реакцию кожи рук.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

Средства бытовой химии: чистящие и дезинфицирующие.

Получение чистящей пасты «Хозяйственная» и определение ее качества.

Цель работы – ознакомиться с составом и ассортиментом чистящих средств; получить чистящую пасту, определить ее качество по массовой доле поверхностно-активного вещества.

Оборудование: теххимические весы; стаканы на 250 мл; термометры на 100 °С; мерные цилиндры на 25 мл; стеклянные палочки; штативы с кольцом; асбестовые сетки; фарфоровые ступки; электроплитки; бюретки на 25 мл; пипетки на 25 мл; воронки; конические колбы на 250 мл; бумага фильтровальная; терка.

Реактивы и материалы: мыло хозяйственное (60-72%); сода кальцинированная; силикат натрия гидрат; глицерин; песок кварцевый; дистиллированная вода; серная кислота концентрированная (пл. 1,84 г/см³); спиртовой раствор гидроксида натрия (0,2 н); соляная кислота 20%; спирт этиловый или пропиловый; раствор фенолфталеина 1%; универсальная индикаторная бумага.

Набор средств бытовой химии довольно разнообразен, они предназначены для мытья и чистки посуды, мытья и дезинфекции раковин, ванн, унитазов, кафеля. Все эти препараты абсолютно безвредны. Основное требование к чистящим средствам – элюируемость – способность полностью удаляться с поверхности при одно-, двукратном ополаскивании чистой водой.

Все чистящие средства можно классифицировать по содержанию или отсутствию в них абразивных веществ на две группы: абразивные и безабразивные.

Абразивные. Абразивы (от лат. *abrasion* – соскабливание) – естественные и искусственные полученные вещества высокой твердости. В качестве абразивов, входящих в состав чистящих средств, используют молотую пемзу, каолин и полевой шпат; мел; наждачный порошок – оксиды алюминия и хрома; известковые шлаки.

Чистящие средства также содержат следующие компоненты: поверхностно-активные вещества – мыло, сульфанола; в качестве пластификаторов входят многоатомные спирты (глицерин, этиленгликоль), они предотвращают высыхание и смягчают кожу рук; различные добавки в зависимости от назначения. Так, при добавлении щавелевой кислоты, чистящее средство приобретает функцию удаления ржавчины. Одновременно с щавелевой кислотой добавляют ингибиторы коррозии, например, слабые кислоты (фосфорную и сульфаниловую). Полифосфаты устраняют жесткость воды, силикат натрия дает щелочную реакцию и усиливает омыляющую способность, хлорная известь дезинфицирует, отдушки дезодорируют средства.

Безабразивные. Выпускаются такие средства в виде порошков или жидкостей. В состав безабразивных средств входят углеводородные растворители (уайт-спирит; олеиновая кислота; триэтиламин; карбоксиметилцеллюлоза). Они омыляют жиры, создают устойчивую эмульсию из компонентов средства и частиц загрязнителя. Часто в состав добавляют мягкие абразивы, такие как сода питьевая и кальцинированная, осажденный мел.

Ассортимент чистящих средств на современном рынке достаточно разнообразен: пасты – «Восточная», «Санита», «Хозяйственная», «Парма», «Суржа» и пр.; порошки – «Пемоксоль», «Светлый», «Блеск», «Пемолукс» и пр.; жидкости – «Золушка», «Жемчуг», «Dosia», «Fairu» и др.

Вопросы для контроля знаний

1. На какие группы делятся чистящие средства?
2. На чем основано чистящее действие безабразивных средств?
3. Какие абразивы входят в состав абразивных чистящих средств?
4. Для чего применяются пластификаторы в чистящих средствах?

5. По какому принципу применяют добавки в чистящих средствах, приведите примеры?
6. На чем основано дезинфицирующее действие средств бытовой химии? Какие вещества, обладающие дезинфицирующими свойствами, входят в состав этих препаратов?
7. Какова роль кальцинированной соды в чистящих средствах?
8. Классифицируйте чистящие средства по направлению их применения?

Ход работы:

1. Приготовление чистящей пасты «Хозяйственная»

(по методике литературного источника 12 основной литературы).

Процесс производства чистящей пасты «Хозяйственная» заключается в механическом смешивании сырьевых компонентов в рецептурном соотношении при атмосферном давлении. Технологический процесс на производстве складывается из следующих стадий: 1. Подготовка сырья. 2. Дозировка и смешивание компонентов. 3. Расфасовка, маркировка и упаковка готового продукта. Получение чистящей пасты в лаборатории включает первые две стадии.

Выполнение испытания:

1. В соответствии с представленным в табл. составом пасты определяют массу каждого компонента в расчете на 100 г смеси.
2. Готовят мыльную стружку.
3. Другие твердые компоненты измельчают в ступке.
4. Предварительно получают отдушку – сложный эфир карбоновых кислот и спиртов (можно использовать готовую отдушку).
5. Получают пасту по следующей технологии:

23 мл воды нагревают в химическом стакане до 70-80 °С и в нем растворяют при постоянном помешивании хозяйственное мыло. Загружают соду кальцинированную. Вводят силикат натрия, предварительно растворенный в 20 мл воды при температуре 65-75 °С. Загружают кварцевый песок в течение

3-5 минут, тщательно перемешивая. В последнюю очередь добавляют глицерин и отдушку. В таблице 2.2 представлен количественный состав компонентов для получения хозяйственной пасты.

Таблица 2.2

Состав пасты «Хозяйственная»

№ п/п	Название компонента	Массовая доля
1.	Мыло хозяйственное	7,7
2.	Сода кальцинированная	7,7
3.	Силикат натрия	15,4
4.	Глицерин	10,7
5.	Песок кварцевый	15,4
6.	Отдушка	0,1
7.	Вода	43,0

II. Определение массовой доли жирных кислот.

О качестве полученной пасты можно судить по массовой доле жирных кислот, так как одним из основных компонентов является поверхностно-активное вещество – мыло.

Метод основан на выделении жирных кислот путем кислотного гидролиза с последующим титрованием их спиртовым раствором гидроксида калия.

Выполнение испытания:

- взвешивают 5 г средства, затем навеску заливают 60-70 мл нагретой до кипения воды, перемешивают, добавляют 20 мл раствора соляной кислоты (20%) и охлаждают;

- выделившиеся жирные кислоты вместе с абразивом количественно переносят на фильтр и промывают теплой (40-50 °С) дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод по универсальной индикаторной бумаге;

- воронку вместе с промытым на фильтре осадком переносят на колбу (250 мл);

- жирные кислоты растворяют на фильтре 50 мл горячего (60-65 °С) спирта;

- стакан, в котором велось выделение жирных кислот, дважды промывают спиртом порциями по 10 мл, сливая промывную жидкость на фильтр;

- охлажденный до комнатной температуры спиртовой раствор жирных кислот в колбе оттитровывают раствором гидроксида калия в присутствии фенолфталеина до появления не исчезающей розовой окраски.

Массовую долю жирных кислот (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = (c \cdot V \cdot \text{Э} / 1000 \cdot m) \cdot 100,$$

где c – концентрация спиртового раствора гидроксида калия (0,2 н);

V – объем спиртового раствора гидроксида калия, израсходованного на титрование;

m – масса чистящего средства, г;

Э – средняя эквивалентная масса жирных кислот.

Экспериментально определенное значение средней эквивалентной массы жирных кислот в хозяйственном мыле равно 111 г/моль.

По окончании выполнения испытания сделайте вывод о соответствии полученного результата требованиям норматива.

Составьте инструкцию по применению чистящей пасты «Хозяйственная».

КОНТРОЛЬНОЕ ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 1.

Определение показателей качества товаров физико-химическими методами анализа (классическими) по методикам нормативных документов.

Цель работы – закрепить и усовершенствовать навыки проведения испытаний по определению показателей качества непродовольственных товаров на основе лабораторных методик государственных стандартов. Научить-

ся оформлять проведенное испытание на соответствие качественных показателей требованиям государственных нормативных стандартов.

Перечень групп товаров, предлагаемых для исследований и соответствующих испытаний (задания выдаются заранее вместе с государственным нормативным документом для подготовки к проведению испытания):

Кремы:

- а) Определение массовой доли глицерина;
- б) Определение массовой доли общей (свободной и связанной) щелочи.

Изделия парфюмерные жидкие (одеколоны, туалетная вода, духи):

- а) Определение массовой доли душистых веществ;
- б) Определение прозрачности, стойкости запаха и крепости.

Средства бытовой химии (СМС, чистящие, отбеливающие и пр.):

- а) Определение массовой доли активного кислорода;
- б) Определение содержания активного хлора;
- в) Определение массовой доли жирных кислот;
- г) Определение пенообразующей способности, устойчивости пены.

Средства гигиены – мыло туалетное и хозяйственное:

- а) Определение массовой доли щелочи;
- б) Определение массовой доли углекислого натрия;
- в) Определение массовой доли примесей не растворимых в воде;
- г) Определение массовой доли хлорида натрия.

Средства пеномоющие (шампунь, гель для душа и пр.):

- а) Определение содержания хлоридов;
- б) Определение пенообразующей способности, устойчивости пены.

Средства гигиены – зубные пасты:

- а) Определение массовой доли карбонатов кальция и магния;
- б) Определение массовой доли глицерина;
- в) Определение содержания фторидов;
- г) Определение массовой доли суммы тяжелых металлов визуально-колориметрическим методом.

Изделия декоративной косметики (порошкообразные и компактные):

- а) Определение массовой доли стеариновокислого цинка или магния;
- б) Определение массовой доли воды.

Хрустальные стекла:

- а) Определение содержания свинца комплексонометрическим методом;
- б) Определение содержания кадмия, цинка и др. металлов.

Топлива и смазочные материалы:

- а) Определение коррозионных свойств бензина;
- б) Определение содержания механических примесей;
- в) Определение содержания воды;
- г) Определение йодного числа и содержания непредельных углеводородов в дизельном топливе;
- д) Определение кинематической вязкости нефтепродуктов;
- е) Определение щелочного числа;
- ж) Определение температуры вспышки в открытом тигле и др.

Различные виды тканей и изделия из них:

- а) Определение массовой доли медных солей;
- б) Определение вида и массовой доли сырья;
- в) Определение массовой доли аппретов и др.

Бумага:

- а) Определение массовой доли медных солей;
- б) Определение волокнистого состава;
- в) Определение блененой и неблененой сульфитной целлюлозы;
- г) Определение влажности.

Кожа натуральная:

- а) Определение содержания золы;
- б) Определение содержания влаги;
- в) Определение продубленности.

Полимерные материалы и изделия:

- а) Определение плотности;
- б) Проба на плавление;
- в) Определение температуры размягчения и текучести;
- г) Проба на сгорание;
- д) Исследование продуктов разложения;
- е) Определение химической стойкости к агрессивным средам.

Подготовка отчета:

Составляется отчет по проведенному испытанию с полным выводом и пояснениями значения определяемого показателя для тех или иных свойств товара. Сдается в установленные сроки.

Отчет по контрольному практическому занятию должен включать следующие структурные части:

1. Тема (по названию испытания в ГОСТе или в другом нормативном документе).
2. Цель проводимого исследования.
3. Перечень реактивов, материалов и оборудования.
4. Товароведная краткая характеристика образцов материала или изделия, включающая описание упаковки, маркировки, сроков хранения, даты изготовления, типа укупорки.
5. Органолептические испытания (являющиеся субъективными).
6. Физико-химические испытания (описание процедуры испытания) с приведенными, где необходимо, расчетами. С указанием числа параллельных испытаний, расхождений между испытаниями, допустимых погрешностей.
7. Выводы с обоснованием полученных результатов.

ЧАСТЬ III

Инструментальные физико-химические методы определения качества товаров

1. ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Хроматография – это метод разделения и анализа смесей веществ, основанный на различном распределении их между двумя несмешивающимися фазами – подвижной и неподвижной. В качестве неподвижной фазы используют твердый сорбент или пленку жидкости, нанесенную на носитель. Подвижной фазой может быть газ или жидкость. Хроматографические методы классифицируют по различным признакам:

1. По агрегатному состоянию: газовая, жидкостная, газо-жидкостная.
2. По механизму разделения: комплексообразовательная, адсорбционно-распределительная, осадочная, окислительно-восстановительная, ионообменная.
3. По форме проведения: колоночная, капиллярная, плоскостная (бумажная, тонкослойная).

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1.

Разделение и обнаружение катионов методом одномерной бумажной хроматографии

Цель работы – приобрести навыки разделения смеси веществ с помощью восходящей одномерной бумажной хроматографии.

Оборудование: сосуд для хроматографии (это может быть цилиндр с притертой крышкой, к которой с помощью крючка крепится полоска хроматографической бумаги, или закрытая камера, так как необходимо избегать испарения растворителя с полоски бумаги); полоски хроматографической бумаги шириной 2 см и длиной 20 см; капилляры; песочная баня.

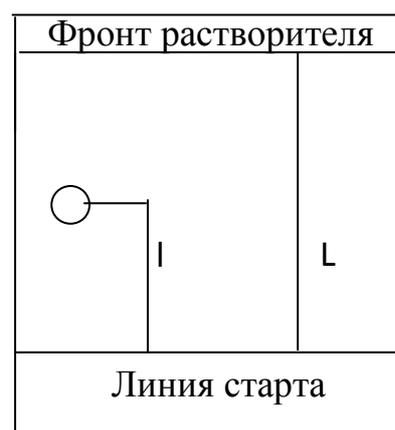
Реактивы: система растворителей (8 об. % конц. HCl, 5% воды, 87% ацетона); насыщенный раствор тиоцианата аммония; ацетон; диметил-

глиоксим; 1% раствор дитизона в четыреххлористом углероде; концентрированный аммиак; раствор иодида калия.

Для проведения бумажной хроматографии используют хроматографическую бумагу – это фильтровальная бумага особой плотности и чистоты. Преимуществом этого метода является простота аппаратуры; введение подвижной фазы осуществляется простым погружением полосы бумаги в сосуд с подвижной фазой. Неподвижной фазой чаще всего является вода. Подвижная жидкость поднимается по бумаге за счет капиллярных сил и одновременно происходит миграция компонентов исследуемой смеси.

Наиболее полного разделения веществ достигают, если их R_f значительно различаются. Максимальная длина хроматограмм обычно 30 см. Этот метод с успехом используют для разделения и обнаружения катионов в смесях.

Для определения положения каждого компонента на хроматограмме необходимо знать величину R_f , которая равна отношению расстояния, пройденного веществом, к расстоянию L , пройденному растворителем: $R_f = l/L$. Для системы растворителей *HCl* – *ацетон* (8 об. % конц. *HCl*, 5% воды, 87% ацетона) величины R_f приведены в таблице 3.



Вопросы для контроля знаний

1. В чем сущность хроматографического метода анализа?
2. Как классифицируют методы хроматографии?
3. Перечислите основные этапы проведения хроматографии на бумаге.
4. Почему при хроматографии на бумаге при переходе к каждому новому этапу методики следует высушивать полоску бумаги?
5. Почему полоску бумаги помещают в хроматографическую камеру таким образом, чтобы пятна нанесенных проб не погружались в жидкость?
6. Под действием каких сил перемещается подвижная фаза при хрома-

тографировании на бумаге?

7. Какие реакции лежат в основе «проявления» окраски пятен на хроматограмме?
8. Что определяет величина R_f ? С какими хроматографическими характеристиками она связана?
9. В чем достоинства и недостатки метода плоскостной хроматографии (тонкослойной и бумажной)?

Ход работы:

1. Нанесение образца на полоску хроматографической бумаги.

На расстоянии 2 см от края бумажной полоски карандашом проводят стартовую линию. Из капилляра в середине этой линии наносят каплю исследуемого раствора. При этом не следует раствор капать, а необходимо прижать капилляр к бумаге, т.е. наносить раствор так, чтобы капля не расплывалась (чем меньше размер, тем более четкой будет хроматограмма). Диаметр пятна обычно составляет 2-3 мм. Пятно обводят карандашом и высушивают над песочной баней. Эту операцию повторяют 2-3 раза.

2. Получение хроматограммы.

Полоску хроматографической бумаги с нанесенной каплей исследуемого раствора опускают в цилиндр так, чтобы ее конец был погружен в растворитель не более чем 0,5 см. Растворитель заранее вносят в цилиндр для насыщения атмосферы камеры парами растворителя. **Пятно не должно погружаться в растворитель.** Бумажная полоска не должна касаться стенок цилиндра. Время хроматографирования составляет 1-1,5 ч. Процесс прекращают, после того как растворитель пройдет от линии старта не менее 10 см. После этого бумажную полоску вынимают, отмечают положение фронта растворителя и тщательно высушивают полоску над песочной баней. Измеряют расстояние между стартовой линией и фронтом растворителя L . Затем по табличным R_f (таблица 3.1) и экспериментально найденной величине L вычисляют l – высоту подъема зоны каждого катиона из заданной смеси.

Таблица 3.1

Величины R_f некоторых катионов

Катион	R_f	Катион	R_f
Cr(III)	0,023	Cu(II)	0,7
Ni(II)	0,13	Zn(II)	0,94
Al(III)	0,15	Cd(II)	1,0
Mn(II)	0,25	Bi(III)	1,0
Co(II)	0,54	Fe(III)	1,0
Pb(II)	0,70		

3. Обнаружение катионов.

Большинство катионов образуют невидимые зоны, поэтому для их обнаружения хроматограмму обрабатывают растворами органических и неорганических реагентов-проявителей (таблица 3.2).

Таблица 3.2

Реагенты для обнаружения катионов на хроматограмме

Катион	Реагенты	Цвет зоны
Ni(II)	Диметилглиоксим, пары аммиака	Красный
Co(II)	Тиоцианат калия, насыщенный р-р	Синий
Pb(II)	Иодид калия	Желтый
Zn(II)	Дитизон в CCl_4	Красный

Капилляром с реагентом для обнаружения катионов прикасаются к участку хроматограммы на высоте размещения зоны данного компонента. Появление характерной окраски подтверждает присутствие катиона в исследуемом растворе.

При обнаружении ионов кобальта необходимо соблюдать следующие условия: комплекс $\text{Co}(\text{SCN})_4$ неустойчив, поэтому рекомендуется вводить большой избыток раствора тиоцианата. Для проявления зоны, содержащей кобальт, на определенный участок хроматографической полоски наносят каплю насыщенного раствора NH_4SCN и каплю ацетона. Образуется пятно синего цвета.

Полученную хроматограмму соответствующим образом оформить в рабочей тетради и сделать вывод по выполненному эксперименту.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2.

Определение меди в растворе сульфата меди методом колоночной ионообменной хроматографии

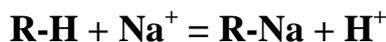
Цель работы – приобрести навыки разделения и определения вещества с помощью колоночной ионообменной хроматографии.

Оборудование: хроматографические колонки, заполненные катионитом КУ-1 в Н-форме; бюретки для титрования; колбы конические на 100 мл для титрования; воронки стеклянные; стаканы химические на 50 и 100 мл; пипетки на 10 мл; груши резиновые; стеклянные палочки; предметные стекла.

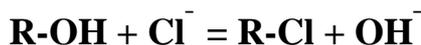
Реактивы: исследуемый раствор сульфата меди; 0,1н. раствор гидроксида натрия; 2М раствор соляной кислоты; фенолфталеин; метиловый оранжевый либо универсальный индикатор; дистиллированная вода.

Ионный обмен заключается в том, что некоторые вещества, ионообменники (иониты), при погружении в раствор электролита поглощают из него катионы или анионы, выделяя в раствор эквивалентное количество других ионов с зарядом того же знака. Катионообменники обмениваются с раствором катионами, а анионообменники – анионами. Катионообменники (катиониты) содержат в своем составе ионогенные группы кислотного характера: $-\text{SO}_3\text{H}$, $-\text{COOH}$, $-\text{OH}$ и другие. Химическую формулу катионообменника можно изобразить как R-H или R-Na , где R – полимерная матрица. В первом слу-

чае ионит находится в H-форме, во втором – в Na-форме. Обмен катионами происходит по реакции:



Анионообменники (аниониты) содержат в своей структуре ионогенные группы основного характера. Их химические формулы могут быть изображены как R-OH или R-Cl. В первом случае анионит находится в OH-форме, во втором – в Cl-форме. Обмен анионами происходит по реакции:



В качестве неподвижной фазы используют неорганические и органические ионообменные материалы, в качестве подвижной фазы – водные растворы.

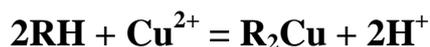
Для проведения ионообменной хроматографии используют хроматографическую колонку, представляющую собой стеклянную трубку длиной 20-50 см и диаметром 1 см. Колонку заполняют ионитом, предварительно промытым и находящимся в H-, OH- или солевой форме. Высота ионообменника в колонке должна быть 15-20 см, а слой воды над ионитом – 3-4 см. Подготовленную колонку можно использовать для многократных анализов, проводя после каждой работы регенерацию ионита.

Вопросы для контроля знаний

1. Сущность и особенности колоночной хроматографии?
2. В чем сущность ионообменной хроматографии?
3. Приведите примеры катионитов и анионитов. Где их используют?
4. С какой целью в лабораторной работе применяли сульфат меди?
5. Какой вид ионита использовали в экспериментальной колонке?
6. Как определяется количество ионов меди, поглощенных ионитом?
7. В чем преимущество ионообменной хроматографии в отличии от плоскостной (бумажной)?
8. Как восстановить (регенерировать) хроматографическую ионообменную колонку для работы?

Ход работы:

Хроматографическую колонку, заполненную катионитом в Н-форме, промывают дистиллированной водой несколько раз до нейтральной реакции по метиловому оранжевому. Пипеткой переносят 10 мл исследуемого раствора сульфата меди в колонку. При прохождении сульфата меди через катионит ионы меди(II) обмениваются на катионы водорода:



Колонку промывают дистиллированной водой и прошедший через колонку раствор собирают в коническую колбу, проверяя содержание кислоты индикатором метиловым оранжевым. Промывание заканчивают, когда вода будет свободна от кислоты. Все пробы собирают и титруют 0,1н. раствором гидроксида натрия в присутствии фенолфталеина до появления бледно-розовой окраски. Определяют содержание кислоты в растворе, которое эквивалентно содержанию ионов меди(II).

$$T(\text{NaOH}/\text{Cu}^{2+}) = \frac{C(\text{NaOH}) \cdot M_3(\text{Cu})}{1000};$$

$$m_{\text{II}}(\text{Cu}^{2+}) = T(\text{NaOH}/\text{Cu}^{2+}) \cdot V(\text{NaOH});$$

$$m_1(\text{Cu}^{2+}) = m_{\text{II}}(\text{Cu}^{2+}) \cdot \frac{1000}{V_{\text{II}}};$$

Объединяя три формулы, получим:

$$m_1(\text{Cu}^{2+}) = \frac{C(\text{NaOH}) \cdot M_3(\text{Cu}) \cdot V(\text{NaOH})}{V_{\text{II}}},$$

где $m_{\text{II}}(\text{Cu}^{2+})$ – масса меди в объеме пипетки, г;

$m_1(\text{Cu}^{2+})$ – масса меди в 1 л раствора, г;

$V(\text{NaOH})$ – объем раствора NaOH , израсходованный на титрование, мл;

$C(\text{NaOH})$ – эквивалентная концентрация раствора гидроксида натрия;

$M_3(\text{Cu})$ – молярная масса эквивалента меди г/моль;

$V_{\text{п}}$ – объем пипетки с раствором сульфата меди.

Рассчитать эквивалентную концентрацию сульфата меди в растворе. Сделайте соответствующий вывод по выполненному эксперименту.

2. СПЕКТРАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Спектральные методы анализа основаны на взаимодействии электромагнитного излучения с веществом. Это взаимодействие сопровождается явлениями, из которых наиболее важны испускание, поглощение и рассеяние излучения. Возникающие сигналы несут качественную и количественную информацию о веществе. Качественную информацию несет частота сигнала (интенсивное свойство), связанная с природой вещества, количественную – интенсивность сигнала (экстенсивное свойство), зависящая от его количества.

В зависимости от используемого диапазона электромагнитного излучения и соответствующего ему физического процесса, спектральные методы анализа классифицируют на следующие виды:

I. Радиочастотная спектроскопия (ЯМР, ЭПР – изменение спинов ядер и электронов соответственно) – $\lambda = 10^1 - 10^{-1}$ м;

II. Микроволновая спектроскопия (изменение вращательных состояний) – $\lambda = 10^{-1} - 10^{-3}$ м;

III. Оптическая спектроскопия (изменение состояний валентных электронов): ультрафиолетовая – $\lambda = 400 - 200$ нм, видимая – $\lambda = 750 - 400$ нм;

IV. Инфракрасная спектроскопия (ИК, КР – изменение колебательных состояний) – $\lambda = 10^{-3} - 10^{-6}$ м;

V. Рентгеновская спектроскопия (изменение состояний внутренних электронов) – $\lambda = 10^{-8} - 10^{-10}$ м;

VI. Спектроскопия гамма-излучения – ядерно-физические (ядерные реакции) – $\lambda = 10^{-10} - 10^{-13}$ м.

Совокупность всех частот (длин волн) электромагнитного излучения называют электромагнитным спектром. Поток фотонов с одинаковой частотой называют монохроматическим излучением, с разными частотами – полихроматическим.

Непосредственное отношение к спектроскопическим методам анализа имеет строение атомов и молекул.

Энергетическое состояние каждого электрона в атоме описывается набором четырех квантовых чисел: главного, побочного, магнитного и спинового. При изменении хотя бы одного квантового числа электрон, а, следовательно, и атом, получает или отдает энергию. Такое явление может произойти при взаимодействии атома с электромагнитным полем, при непосредственном обмене энергией с другими атомами или молекулами, например при столкновениях или при химических реакциях. В отсутствии внешних воздействий атом находится в основном состоянии, т.е. обладает наименьшей энергией. При получении энергии извне атом переходит в возбужденное состояние. Атом не может получить или отдать любое количество энергии. Энергетический обмен осуществляется только дискретно – конечными порциями, т.н. квантами электромагнитной энергии. Таким образом, атом может находиться только в определенных энергетических состояниях, отличающихся друг от друга на определенную величину (рис. 3.1).

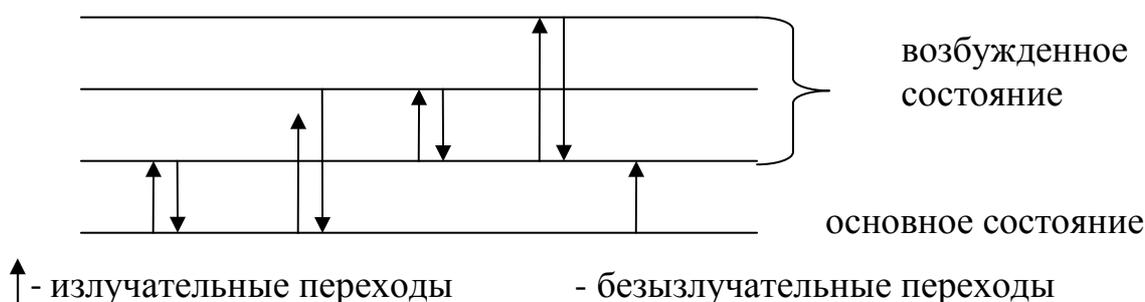


Рис. 3.1. Энергетические переходы в атоме.

Один атом за один акт поглощает или испускает только один фотон с определенной энергией (частотой). Вещество состоит из множества одинаковых атомов, способных переходить на разные энергетические уровни, испуская или поглощая фотоны разных частот. Совокупность всех фотонов одной и той же частоты составляет *спектральную линию*. Совокупность всех спектральных линий, принадлежащих данной частице, образует ее *спектр*. Если спектр обусловлен энергетическими переходами из состояния с меньшей энергией в состояние с большей энергией, то спектр называется *спектром поглощения (абсорбционным)*, а при переходе из состояния с большей энергией в состояние с меньшей энергией – *спектром испускания (эмиссионным)*. Спектр поглощения получают, помещая исследуемое вещество в поле электромагнитного излучения (например, на пути светового потока). Спектры испускания получают, предварительно переведя атомы вещества в возбужденное состояние, что достигается подведением какого-либо вида энергии. Если тепловой, то после возбуждения частицы возвращаются в основное состояние (через $10^{-9} - 10^{-7}$ с), испуская энергию в виде теплоты. В последнем случае переход будет *безызлучательным*. Спектры испускания нетермически возбужденных частиц (квантами света, электронами и др.) называются *спектрами люминесценции*. Последние разделяют на спектры флуоресценции и фосфоресценции. Быстрое спонтанное испускание фотонов возбужденной частицей (без изменения спина электронов) называется *флуоресценцией*, а замедленное (с изменением спина электронов) – *фосфоресценцией*.

Частота испускаемого или поглощаемого излучения определяется разностью энергии между электронными состояниями ΔE : $\nu = \Delta E / h$.

Наиболее вероятны переходы электрона с первого возбужденного уровня (E_1) на основной (E_0). Соответствующие им спектральные линии называют *резонансными*. Электрон может перейти и в более высокое энергетическое состояние (E_2 , E_3 и т.д.).

Методы анализа, основанные на изменениях энергетического состояния атомов веществ, входят в группу **атомно-спектроскопических методов**, различающихся по способу получения и регистрации сигнала.

- Оптические методы основаны на использовании энергетических переходов внешних (валентных) электронов. Общим для них является необходимость предварительной атомизации (разложение на атомы) вещества. К ним относят атомно-эмиссионную, атомно-флуоресцентную и атомно-абсорбционную спектроскопию.

- Рентгеновские методы основаны на энергетических переходах внутренних электронов атомов. В зависимости от способа получения и регистрации сигнала различают рентгеноэмиссионную, рентгено-абсорбционную и рентгенофлуоресцентную спектроскопию. Разновидности этих методов – оже-спектроскопию, рентгеновский электронно-зондовый анализ, электронная спектроскопия – используют, в основном, для исследования строения веществ. Рентгеновские методы не требуют атомизации вещества и позволяют исследовать твёрдые пробы без предварительной подготовки.

- Ядерные методы основаны на возбуждении ядер атомов.

Молекулярно-спектроскопические методы анализа основаны на регистрации энергетических состояний молекулы, которые сложнее, чем у атома. Кроме движения электронов в атомах происходят и колебательные движения самих атомов, и вращение молекулы как целого. Таким образом, в любом стационарном состоянии энергия молекулы складывается из электронной, колебательной и вращательной энергии: $E = E_{эл} + E_{кол} + E_{вр}$.

Наибольший вклад в полную энергию молекулы вносит энергия электронов, наименьший – энергия вращения молекулы, что соответствует следующей зависимости: $E_{эл} > E_{кол} > E_{вр}$.

Переходы между энергетическими уровнями с изменением главного квантового числа являются электронными, а между колебательными уровнями – колебательными (рис. 3.2), между вращательными уровнями – враща-

тельными (соответственно и спектры называются электронными, колебательными и вращательными).

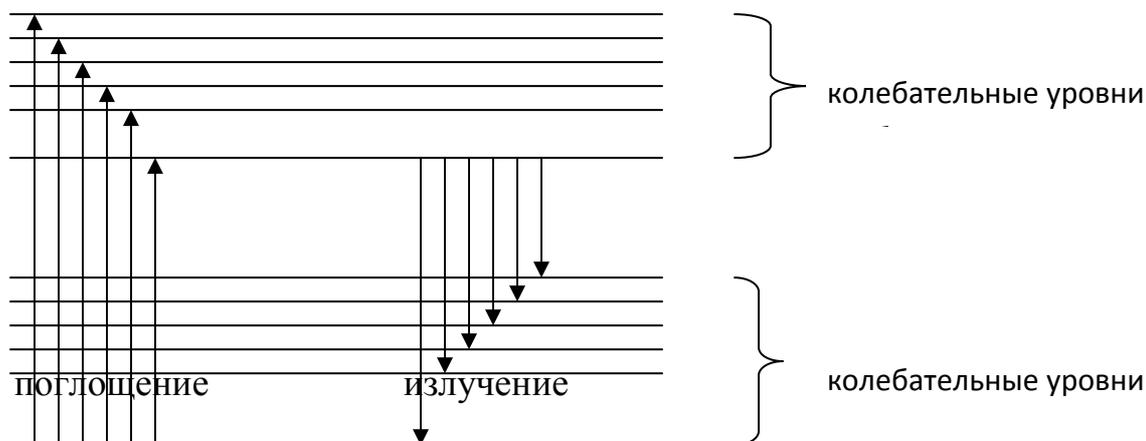


Рис. 3.2. Энергетические переходы в молекуле.

Вращение молекул проявляется только в газообразном состоянии, в конденсированном состоянии (жидком и твердом) вращение затруднено.

По происхождению аналитического сигнала выделяют несколько молекулярно-спектроскопических методов: абсорбционную молекулярную, инфракрасную, люминесцентную, магнитную резонансную, фотоакустическую, рентгеновскую спектроскопию.

Спектральные сигналы наблюдают и регистрируют (записывают, фотографируют, измеряют и т.д.) с помощью спектральных приборов.

Для аналитических целей наибольшее значение имеют спектроскопические методы, использующие оптический диапазон шкалы электромагнитных волн. Регистрация сигналов в ультрафиолетовой ($\lambda = 100 - 400$ нм) и видимой ($\lambda = 400 - 750$ нм) части спектра осуществляется фотометрическими методами, которые в зависимости от типа используемого прибора, подразделяются на спектрофотометрический и фотоэлектроколориметрический.

К оптическим методам не связанным с поглощением или излучением электромагнитного излучения относятся:

1. Рефрактометрия (метод, основанный на преломлении электромагнитного излучения, проходящего через границу раздела двух однородных просред).
2. Поляриметрия (метод, основанный на вращении плоскости поляризации линейно поляризованного света).
3. Рентгеновская дифракция (методы, основанные на получении пространственной структуры кристаллической решетки при прохождении рентгеновского излучения через кристалл).
4. Радиоспектроскопия (методы, основанные на взаимодействии магнитного момента электрона – ЭПР или ядра – ЯМР с магнитным полем) и многие другие методы.

2.1 ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРИЯ

Фотоколориметрический анализ основан на переведении определяемого компонента в окрашенное соединение и измерении оптической плотности, или светопоглощения, полученного раствора в видимой части спектра. Измеряют светопоглощение (оптическую плотность) путем сравнения интенсивностей света внешнего источника, падающего на образец и прошедшего сквозь него. Уменьшение интенсивности света при прохождении через образец может быть вызвано светопоглощением не только определяемого вещества, но и других компонентов (например, растворителя), а также рассеянием, отражением и т.д. Чтобы исключить влияние светорассеяния, фотометрируемый раствор должен быть прозрачным. Прочие эффекты можно скомпенсировать, используя раствор сравнения. В простейшем случае им является чистый растворитель или раствор контрольного опыта, содержащий все компоненты за исключением определяемого элемента.

При прохождении через слой вещества (в частности окрашенного раствора) светового потока интенсивностью I_0 , его интенсивность, вследствие поглощения в слое, уменьшается до значения I , что можно определить экспериментально (рис. 3.3).

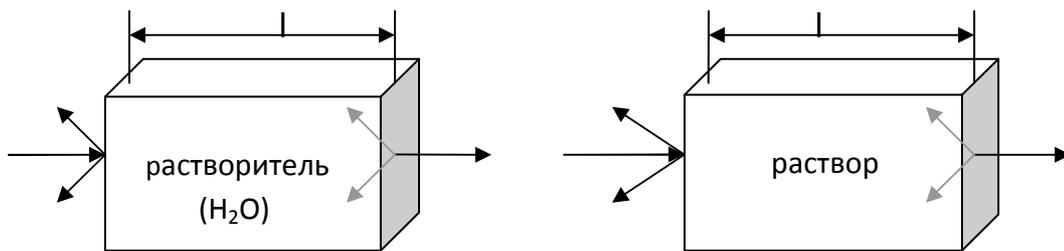


Рис. 3.3. Прохождение света через окрашенный раствор и растворитель, где: I_0 – интенсивность падающего света; I – интенсивность прошедшего через раствор света; l – толщина светопоглощающего слоя.

Связь между интенсивностями световых потоков I_0 и I , и толщиной раствора устанавливается законом Бугера-Ламберта:

Однородные слои одного и того же вещества одинаковой толщины поглощают одну и ту же долю падающей на них световой энергии (при постоянной концентрации растворенного вещества).

Это закон выражается уравнением экспоненциальной зависимости:

$$I = I_0 \cdot e^{-kl},$$

где: e – основание натурального логарифма; k – коэффициент поглощения; l – толщина поглощающего слоя.

Интенсивность окраски раствора можно охарактеризовать как отношение интенсивности I_0 падающего света к интенсивности I света, прошедшего через раствор. Уменьшение интенсивности света, прошедшего через раствор, характеризуется коэффициентом пропускания T (или просто пропусканием): $T = I/I_0$. Взятый с обратным знаком десятичный логарифм пропускания называется оптической плотностью (A):

$$-lgT = -lgI/I_0 = lg I_0/I = A$$

Связь между концентрацией поглощающего раствора и его оптической плотностью выражается законом Бера:

Оптическая плотность раствора прямо пропорциональна концентрации растворенного вещества при постоянной толщине слоя раствора

где k – коэффициент поглощения; c – концентрация раствора.

Зависимость интенсивности монохроматического светового потока, прошедшего через слой окрашенного раствора, от концентрации и толщины раствора определяется объединенным законом Бугера-Ламберта-Бера или как его называют основным законом светопоглощения:

Количество электромагнитного излучения, поглощенного раствором, пропорционально концентрации поглощающих частиц и толщине слоя раствора

Математическое выражение этого закона имеет вид:

$$I = I_0 \cdot 10^{-kcl},$$

где: k – коэффициент поглощения; l – толщина поглощающего слоя; c – концентрация раствора.

Если концентрация поглощающих частиц берется в моль/л, а толщина раствора – в сантиметрах, тогда коэффициент поглощения обозначается буквой ϵ , который носит название ***молярный коэффициент поглощения***. Тогда уравнение будет иметь вид $I = I_0 \cdot 10^{-\epsilon cl}$. При соблюдении основного закона светопоглощения оптическая плотность раствора прямо пропорциональна молярному коэффициенту поглощения, концентрации раствора и толщине слоя раствора:

$$A = \epsilon \cdot c \cdot l$$

Молярный коэффициент поглощения равен оптической плотности раствора с концентрацией 1 моль/л и толщиной оптического слоя 1 см и является основной характеристикой поглощения рассматриваемой системы при данной длине волны (частоте). Так как поглощение при различных длинах

волн (частотах) различно, то эта константа изменяется с длиной волны. Законы поглощения выполняются тогда, когда $\epsilon = \text{const}$ при данной длине волны для любой концентрации поглощающего вещества и толщины поглощающего слоя.

Линейная зависимость между оптической плотностью и толщиной слоя при данной концентрации является общим правилом, из которого нет исключения. Тогда как отклонения от линейной зависимости между оптической плотностью и концентрацией при постоянной толщине слоя встречаются довольно часто. Причины этих отклонений различны: инструментальные причины связаны со способом измерения оптической плотности; химические причины связаны с изменением концентрации; некоторые причины отклонений ограничивают закон.

Графически зависимость оптической плотности раствора от его концентрации выражается прямой, называемой градуировочным графиком (рис. 3.4):

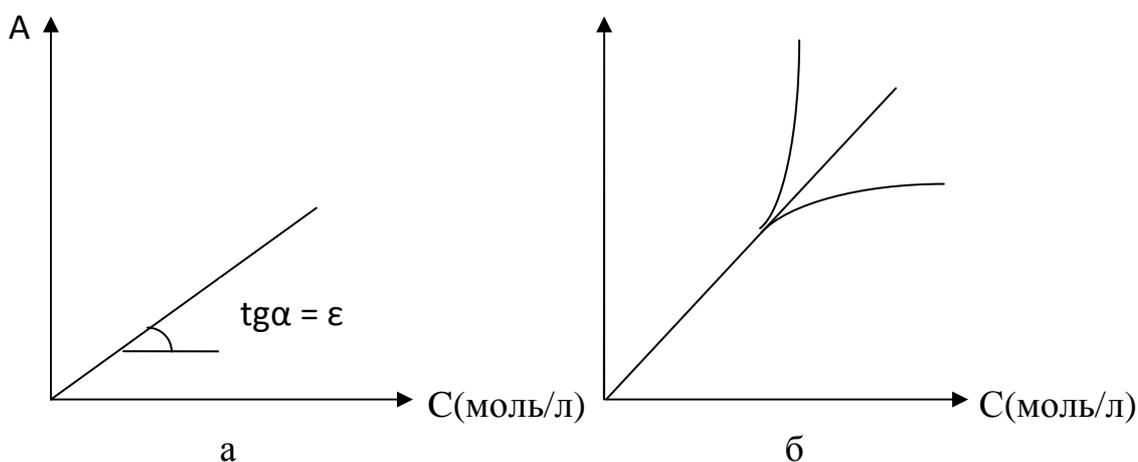


Рис. 3.4. а) градуировочный график; б) отклонение от закона Бугера-Ламберта-Бера.

Очевидно, что молярный коэффициент поглощения ϵ , при фиксированном значении l является тангенсом угла наклона этой прямой и, следовательно, характеристикой чувствительности метода (рис. 3.3 а).

Закон Бугера-Ламберта-Бера справедлив только для разбавленных растворов. На результат определения влияют температура, концентрация вещества, присутствие посторонних электролитов, среда раствора.

Необходимо отметить, что основной закон светопоглощения универсален, так как при его выводе не делали никаких предположений как ни о природе влияющего излучения, так и ни о природе поглощающей среды. Закон справедлив не только для спектрофотометрии, но и для других абсорбционных спектроскопических методов.

Прибор для измерения светопоглощения должен выполнять две основные задачи:

- 1) разложение полихроматического света и выделение нужного интервала длин волн;
- 2) измерение поглощения света веществом.

Фотоколориметрический анализ базируется на сравнении интенсивности окрасок исследуемого окрашенного и стандартного окрашенного (раствор сравнения) растворов определенной концентрации.

Каждый спектральный прибор включает: источник излучения, устройство для выделения нужного интервала длин волн (монохроматор или светофильтр), кюветное отделение, детектор, преобразователь сигнала, индикатор сигнала (шкалу или цифровой счетчик). Порядок расположения узлов может быть разным, на рис. 3.5 представлена наиболее типичная схема.

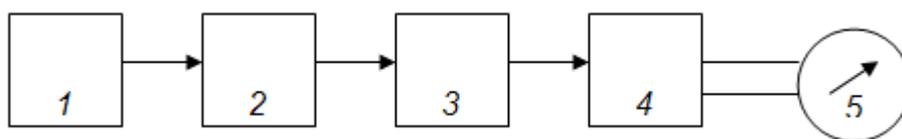


Рис . 3.5. Основные узлы приборов для измерения поглощения излучения: 1 - источник излучения; 2 - монохроматор; 3 - кюветы для растворов; 4 - преобразователь; 5 - индикатор сигнала.

В зависимости от способа измерения различают одно- и двухлучевые приборы; от способа монохроматизации – фотоэлектроколориметры и спек-

трофотометры; от способа регистрации – визуальные, регистрирующие и не-регистрирующие.

Современные модели фотоэлектроколориметров, как правило, с функцией диалога с оператором, предназначены для измерения не только пропускания и оптической плотности, но и для измерения скорости изменения оптической плотности и концентрации вещества в растворах после предварительной градуировки фотометра. В качестве монохроматизатора в таких приборах применяются дифракционные решетки, например, в КФК-3-01 с (функцией диалога с оператором), представленного на рис. 3.6.



Рис. 3.6. Фотоэлектроколориметр лабораторный КФК-3-01.

Фотоколориметры имеют простую конструкцию и пригодны для измерений в видимой и ближней (до 300 нм) УФ – области, оптические детали этих приборов изготовлены из стекла или просветленного стекла. Фотоэлектроколориметры используют чаще для проведения серийных определений концентраций веществ.

Колориметрические методы применяют для определения малых количеств веществ, при решении проблем технологического контроля, в санитарно-гигиеническом анализе, в диагностике заболеваний, в анализе воздуха, воды, почвы, для определения содержания тяжелых металлов, фосфатов в

продовольственных и непродовольственных товарах и во многих других областях.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

Определение содержания железа с сульфосалициловой кислотой.

Цель работы – приобрести навыки работы на фотоэлектроколориметре и освоить методику определения содержания железа в анализируемом растворе.

Принцип метода: метод основан на взаимодействии ионов железа в щелочной среде с сульфосалициловой кислотой с образованием комплексного соединения, окрашенного в желтый цвет. Интенсивность окраски пропорциональна содержанию железа.

Оборудование: фотоэлектроколориметр КФК-3-01 или любой другой; кюветы с толщиной оптического слоя 2 см; мерные колбы на 50 мл и 500 мл; воронки стеклянные; пипетки; груши резиновые; шпатели; марлевые салфетки; стаканы химические на 100 и 200 мл; аналитические весы; стаканчики для взвешивания.

Реактивы: 20% раствор сульфосалициловой кислоты; 2н. раствор хлорида аммония; 10% раствор аммиака; дистиллированная вода; стандартные растворы железа: а) ***основной раствор*** – в мерной колбе вместимостью 500 мл в дистиллированной воде растворяют 0,4318 г железоаммонийных квасцов $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$ или 0,4505 г железокалиевых квасцов $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$. После растворения добавляют 3 мл хлороводородной кислоты пл. $1,19 \text{ г/см}^3$ и доводят объем до метки дистиллированной водой. В 1 мл основного раствора содержится 0,1 мг железа; б) ***рабочий раствор*** готовят разбавлением основного дистиллированной водой в мерной колбе сначала в 20 раз. В 1 мл рабочего раствора содержится 0,005 мг железа. Применяют свежеприготовленным.

Ход работы:

Настройку фотоэлектроколориметра и его подготовку к работе проводят в соответствии с инструкцией к прибору (приложение Б).

Построение калибровочного графика. В ряд мерных колб вместимостью 50 мл вносят 0; 1,0; 3,0; 5,0 и 10,0 мл рабочего стандартного раствора, что соответствует содержанию железа 0-5-15-25-50 мкг. Затем прибавляют в каждую колбу по 1 мл 2н. раствора хлорида аммония, 1 мл 20% раствора сульфосалициловой кислоты, 1 мл 10% раствора аммиака и доводят объем до 25-30 мл дистиллированной водой, тщательно перемешивая при добавлении каждого раствора. Затем фотометрируют все растворы при выбранной длине волны в кюветах с толщиной слоя 2 см. Калибровочный график строят в координатах оптическая плотность (А) – содержание железа (С, мкг).

Раствор сравнения – дистиллированная вода.

Выбор светофильтра. Раствор, имеющий наиболее интенсивную окраску, фотометрируют относительно раствора сравнения в интервале длин волн от 400 до 430 нм, соответствующим фиолетовому светофильтру (согласуйте выбор светофильтра – длины волны по справочной табл. 2 приложения Г), записывая результаты в таблицу. Выбирают светофильтр (длину волны), соответствующий наибольшему поглощению исследуемого раствора.

Подготовка пробы исследуемого образца водопроводной воды. В мерную колбу на 50 мл отбирают 25 мл водопроводной воды, прибавляют 1 мл 2н. раствора хлорида аммония, 1 мл 20% раствора сульфосалициловой кислоты, 1 мл 10% раствора аммиака. После добавления каждого реактива содержимое перемешивают, затем доводят объем до метки дистиллированной водой, перемешивают. Окраска устойчива в течение одного месяца. Через 15 минут раствор фотометрируют с фиолетовым светофильтром при выбранной длине волны в кюветах с толщиной оптического слоя 2 см по отношению к дистиллированной воде, обработанной как проба. Содержание железа (мкг) находят по калибровочному графику. Концентрацию железа в анализируемой пробе рассчитывают по формуле: $X = C/V$, где С – содержание железа, най-

денное по калибровочному графику, мкг; V – объем пробы, взятой для анализа, мл.

По выполненному эксперименту делают соответствующий вывод.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

Экстракционно-фотометрическое определение анионных поверхностно-активных веществ (ПАВ)

Цель работы – закрепить навыки работы на фотоэлектроколориметре, приобрести навыки проведения процедуры экстракции и освоить методику определения содержания анионных ПАВ в анализируемом растворе.

Принцип метода: метод основан на взаимодействии катионов основного красителя – метиленового синего с анионами поверхностно-активного вещества – алкиларилсульфоната – с образованием растворимых в хлороформе ионных ассоциатов, имеющих синюю окраску. Ионные ассоциаты электронейтральны, поэтому менее гидратированы, чем образующие их ионы и таким образом хорошо экстрагируются. Применяют для экстракции апротонные растворители (например, хлороформ). Экстракцию анионов ПАВ проводят при pH водной фазы 3,8. Метиленовый синий хлороформом не экстрагируется и поэтому не мешает фотометрическому определению ПАВ.

Оборудование: фотоэлектроколориметр КФК-3-01 или любой другой; кюветы с толщиной оптического слоя 3 см; мерные колбы на 50 мл и 500 мл; делительные воронки на 250 мл; воронки стеклянные; мерные цилиндры на 50 мл; пипетки; груши резиновые; шпатели; марлевые салфетки; стаканы химические на 100 и 200 мл; аналитические весы; стаканчики для взвешивания; вата.

Реактивы: а) **рабочий раствор** ПАВ (например, сульфанола), с концентрацией ПАВ 0,01 мг/мл; б) ацетатный буферный раствор: к 421,5 мл 1 М раствора уксусной кислоты прибавляют 50 мл 1 М раствора едкого натра и разбавляют дистиллированной водой до 0,5 л; в) метиленовый синий: раство-

ряют 0,35 г метиленового синего в небольшом количестве воды и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 л; г) хлороформ чда;

Ход работы:

Настройку фотоэлектроколориметра и его подготовку к работе проводят в соответствии с инструкцией к прибору (приложение Б).

Подготовка метиленового синего к анализу. В делительную воронку вместимостью 250 мл вносят 50 мл дистиллированной воды, 10 мл ацетатного буферного раствора и 10 мл раствора метиленового синего, прибавляют 10 мл хлороформа, встряхивают 30 с и дают фазам расслоиться. Сливают хлороформный слой и ополаскивают водный слой 2-3 мл хлороформа, повторяют экстракцию до тех пор, пока слой органического растворителя не перестанет окрашиваться. При экстракции необходимо следить, чтобы носик воронки не смачивался водным слоем.

Приготовление стандартных растворов и построение калибровочного графика. В очищенные, как указано выше, растворы метиленового синего в пяти делительных воронках вместимостью 250 мл вносят по 100 мл водного раствора, содержащего, соответственно, 2,5; 5,0; 10,0; 15,0 и 20,0 мл рабочего раствора ПАВ, приливают по 15 мл хлороформа и осторожно встряхивают 1 мин (30-40 раз, желательно в горизонтальном положении). Дают возможность фазам хорошо разделиться и сливают хлороформный слой через воронку с ватой, промытой в хлороформе, в мерные колбы вместимостью 50 мл. Экстракцию повторяют еще раз, сливая хлороформный слой в те же мерные колбы. Растворы в колбах доводят хлороформом до метки, перемешивают. Затем фотометрируют все растворы при выбранной длине волны в кюветах с толщиной слоя 3 см.

Раствор сравнения – дистиллированная вода.

Выбор светофильтра. Раствор, имеющий наиболее интенсивную окраску, фотометрируют относительно раствора сравнения в интервале длин волн от 520 до 620 нм (согласуйте выбор светофильтра – длины волны по справочной табл. 2 приложения Г), записывая результаты в таблицу. Выбирают

светофильтр (длину волны), соответствующий наибольшему поглощению исследуемого раствора.

При выбранной длине волны фотометрируют все стандартные растворы относительно раствора сравнения. Затем строят калибровочный график в координатах поглощение – оптическая плотность (A) – содержание ПАВ (C , мг).

Определение ПАВ в анализируемом растворе. Очищенный раствор метиленового синего вносят в делительную воронку вместимостью 250 мл, наливают 100 мл анализируемого раствора, содержащего ПАВ, а затем проводят все операции как при приготовлении стандартных растворов. Подготовленный раствор фотометрируют относительно раствора сравнения при установленной рабочей длине волны. Пользуясь калибровочным графиком, находят содержание ПАВ в анализируемом растворе.

Концентрацию ПАВ в анализируемой пробе рассчитывают по формуле: $X = C/V$, где C – содержание ПАВ, найденное по калибровочному графику, мкг; V – объем пробы, взятой для анализа, мл.

По выполненному эксперименту делают соответствующий вывод.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5

Определение нитритов с реактивом Грисса.

Цель работы – закрепить навыки работы на фотоэлектроколориметре и освоить методику определения содержания нитритов в анализируемом растворе.

Принцип метода: метод основан на способности нитритных ионов давать интенсивно окрашенные диазосоединения с первичными ароматическими аминами. При определении используется реакция с сульфаниловой кислотой и альфа-нафтиламином (реактив Грисса) с образованием розовой окраски, интенсивность которой пропорциональна содержанию нитритов в воде.

Оборудование: фотоэлектроколориметр КФК-3-01 или любой другой; кюветы с длиной оптического слоя 2 см; мерные колбы на 50 мл и на 1 л; во-

ронки стеклянные; пипетки; груши резиновые; шпатели; марлевые салфетки; стаканы химические на 100 и 200 мл; аналитические весы; стаканчики для взвешивания; плитка электрическая; водяная баня.

Реактивы: дистиллированная вода; реактив Грисса сухой препарат; стандартные растворы нитрита натрия: а) *основной раствор* – в мерной колбе вместимостью 1 л в дистиллированной воде растворяют 1,497 г высушенного при 105 °С нитрита натрия и доводят до метки. В 1 мл содержится 1 мг NO^{2-} . Раствор консервируют, прибавляя 1-2 мл хлороформа; б) *рабочий раствор* готовят разбавлением основного дистиллированной водой в мерной колбе сначала в 100 раз, а затем полученный раствор еще в 10 раз. В 1 мл содержится 1 мкг NO^{2-} . Применяют свежеприготовленным.

Ход работы:

Настройку фотоэлектроколориметра и его подготовку к работе проводят в соответствии с инструкцией к прибору (приложение Б).

Построение калибровочного графика. В ряд мерных колб вместимостью 50 мл вносят рабочий стандартный раствор в количестве 0; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 и 15,0 мл, что соответствует содержанию 0-1-2-5-10-15 мкг NO^{2-} . В колбы доливают дистиллированную воду до метки и прибавляют реактивы: 0,1 г сухого реактива Грисса, перемешивают и через 40 мин фотометрируют в кюветах с толщиной оптического слоя 2 см с зеленым светофильтром ($\lambda = 530$ нм) по отношению к дистиллированной воде с добавлением реактива Грисса.

Строят калибровочный график в координатах оптическая плотность (А) – содержание нитритов (С, мкг).

Подготовка пробы исследуемого образца воды. В мерную колбу помещают 50 мл исследуемой воды, прибавляют 0,1 г сухого реактива Грисса и перемешивают. Окраска появляется через 40 мин (или через 10 мин при нагревании на водяной бане при 50 – 60°С) и сохраняется неизменной в течение 3 ч. Через 40 минут растворы фотометрируют как стандартные растворы в кюветах с толщиной оптического слоя 2 см также с зеленым светофильтром

($\lambda = 530$ нм) по отношению к дистиллированной воде с добавлением реактива Грисса.

Содержание нитритов (мкг) находят по калибровочному графику.

Концентрацию нитритов (мг/л) рассчитывают по формуле: $X = C/V$, где C – содержание нитритов, найденное по калибровочному графику, мкг; V – объем пробы, взятой для анализа, мл.

По выполненному эксперименту делают соответствующий вывод.

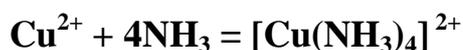
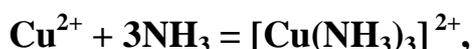
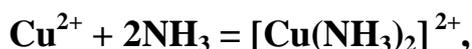
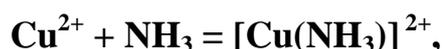
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6

Определение меди в виде аммиаката.

Цель работы – закрепить навыки работы на фотоэлектроколориметре и освоить методику определения содержания меди в анализируемом растворе.

Принцип метода: метод основан на образовании комплексного соединения ионов меди с аммиаком, обладающего интенсивной синевато-фиолетовой окраской.

Процесс взаимодействия ионов меди с аммиаком носит ступенчатый характер:



Так как устойчивость образующихся комплексов различается мало, то в растворе будет находиться смесь нескольких аммиакатов меди, количественное соотношение которых зависит от концентрации аммиака, присутствующего в растворе.

Для аналитических целей необходимо выбрать такую концентрацию аммиака, при которой в растворе будет преобладать один из комплексов.

Окраска аммиаката меди обусловлена $d \rightarrow d^*$ переходами вследствие расщепления основного электронного состояния ионов меди в поле лигандов. Молярный коэффициент поглощения тетрааммиаката меди при $\lambda = 640$ нм равен $1 \cdot 10^2$. Низкое значение позволяет определять достаточно высокие концентрации ионов меди. Определению аммиаката меди мешают ионы металлов, образующие окрашенные аммиакаты, например, кобальт и никель, или трудно растворимые гидроксиды железа, свинца, алюминия. Для устранения мешающего действия элементов применяют маскирующие комплексообразователи.

Оборудование: фотоэлектроколориметр КФК-3-01 или любой другой, кюветы с длиной оптического слоя 2 см, мерные колбы на 50, 100 мл и на 1 л, воронки стеклянные, пипетки, груши резиновые, шпатели, марлевые салфетки, стаканы химические на 100 и 200 мл, аналитические весы, стаканчики для взвешивания.

Реактивы: сульфат меди (хч), 2М раствор серной кислоты, 5%-ный раствор аммиака, дистиллированная вода. **Рабочий раствор** соли меди (содержащий 1 мг меди в 1 мл) готовят растворением навески 3,931г хч $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в колбе на 1 л в 25 мл 2М раствора H_2SO_4 , доводят объем раствора до 1 л дистиллированной водой.

Ход работы:

Настройку фотоэлектроколориметра и его подготовку к работе проводят в соответствии с инструкцией к прибору (приложение Б).

Построение калибровочного графика. В шесть мерных колб на 50 мл переносят 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5 и 15 мл рабочего раствора меди, что соответствует 2,5-5,0-7,5-10-12,5-15 мг меди. Затем добавляют в каждую колбу по 10 мл 5%-ного раствора аммиака и доводят объем каждого раствора до 50 мл дистиллированной водой. Через 10 мин приступают к измерениям.

Выбор светофильтра. Раствор, имеющий наиболее интенсивную окраску, фотометрируют относительно раствора сравнения при красном светофильтре в интервале длин волн от 640 до 670 нм (согласуйте выбор свето-

фильтра – длины волны по справочной табл. 2 приложения Г), записывая результаты в таблицу. Выбирают светофильтр (длину волны), соответствующий наибольшему поглощению исследуемого раствора.

Фотометрируют все растворы с выбранным светофильтром относительно дистиллированной воды или раствора сравнения в кюветах с толщиной слоя 2 см. Строят калибровочный график в координатах оптическая плотность (A) – содержание меди (C , мг).

Содержание меди определяют по калибровочному графику.

Подготовка пробы анализируемого раствора. К анализируемому раствору, содержащему соль меди (II), приливают 10 мл 5%-ного раствора аммиака и доводят объем раствора до 50 мл дистиллированной водой. Приготовленный раствор через 10 мин фотометрируют в кюветах с толщиной слоя 2 см с красным светофильтром при выбранной рабочей длине волны относительно дистиллированной воды либо раствора сравнения, содержащего все компоненты, кроме определяемого.

Концентрацию меди (мг/л) рассчитывают по формуле: $X = C/V$, где C – содержание меди, найденное по калибровочному графику, мкг; V – объем пробы, взятой для анализа, мл.

По выполненному эксперименту делают соответствующий вывод.

Вопросы для контроля знаний

1. В чем сущность спектрофотометрических методов анализа?
2. В какой области спектра проводятся измерения в спектрофотометрии?
3. Сформулируйте основной закон светопоглощения.
4. Перечислите причины отклонений от основного закона светопоглощения в спектрофотометрии. Приведите конкретные примеры.
5. Что называют коэффициентом пропускания (T), оптической плотностью (A)?
6. Представьте закон Бугера–Ламберта–Бера в математической форме – в экспоненциальной и логарифмической; в чем преимущество второй формулы?

7. Каков физический смысл молярного коэффициента поглощения?
Какие факторы на него влияют?
8. Что означает свойство аддитивности оптической плотности?
9. Как зависят оптическая плотность и пропускание от концентрации вещества?
10. Чем определяется выбор оптического прибора и толщина кюветы для измерения оптической плотности и пропускания раствора?
11. Для чего используются светофильтры в фотометрии?
12. Что используют в качестве монохроматизаторов в фотометрии?
13. В чем сущность метода градуировочного (калибровочного) графика и каковы его особенности?
14. Для определения каких показателей качества и каких конкретно товаров используется метод фотоэлектроколориметрии?

2.2 РЕФРАКТОМЕТРИЯ

Исследование преломления света при прохождении луча через границу раздела прозрачных однородных сред – называется *рефрактометрией*. Луч света, проходя из одной прозрачной среды в другую, падая наклонно к поверхности раздела фаз, меняет свое направление, т.е. преломляется. Свет обладает наибольшей скоростью в вакууме. При прохождении света через какую-либо среду, его скорость уменьшается вследствие взаимодействия с частицами вещества. Среда является оптически более плотной, если скорость распространения в ней меньше. При переходе луча из среды оптически менее плотной в среду оптически более плотную угол падения луча больше угла преломления.

Отношение синуса угла падения к синусу угла преломления называется *показателем преломления*: $n = \sin\alpha / \sin\beta$. Если свет переходит в данную среду из вакуума, то показатель преломления называется абсолютным (N). Абсолютным показателем преломления для данного вещества называется отношение скоростей света в вакууме и в данной среде. Для воздуха абсолют-

ный показатель преломления равен: $N_B = C_{O(вак.)} / C_{B(возд.)} = 1,00027$. Практически показатель преломления вещества относительно воздуха можно считать равным его абсолютному показателю. Относительный показатель преломления для двух сред $n_{отн.} = n_2 / n_1$, где n_1 – показатель преломления первой среды по отношению к воздуху; n_2 – показатель преломления второй среды по отношению к воздуху. Это соотношение позволяет вычислить относительные показатели преломления для различных комбинаций сред. Показатель преломления (n) является характерной величиной для каждого индивидуального вещества и зависит от длины волны падающего света, температуры, давления и концентрации раствора.

Зависимость показателя преломления от длины волны падающего света называется *дифракционной дисперсией*. Мерой дисперсии считают разность показателей преломления при двух длинах волн. Цветные лучи, входящие в состав белого света, неодинаково преломляются призмой. Красные лучи имеют наименьшее отклонение от первоначального направления, наибольшее – фиолетовые. Следовательно, с увеличением длины волны показатель преломления уменьшается. Табличные (справочные) значения показателя преломления приведены для желтой линии в спектре натрия $\lambda = 589$ нм (линия D).

Показатель преломления также связан с плотностью вещества, причем изменяются они симбатно, т.е. с ростом плотности происходит увеличение показателя преломления. Эта зависимость находит применение при испытаниях и контроле чистоты нефти и продуктов из нее – масел, бензина и др., испытаниях глицерина, жиров, воска и многих органических растворителей, ряда твердых прозрачных веществ, например органического стекла, и других веществ.

Определение показателя преломления жидких и твердых тел проводится с помощью специальных приборов – рефрактометров, в устройстве которых предусмотрена мерная шкала, находящаяся в поле зрения окуляра, по которой определяют показатель преломления (n).

Определение концентрации вещества с помощью рефрактометра основано на построении градуировочного графика по серии стандартных растворов. Если же шкала рефрактометра градуирована не только в величинах показателя преломления, но и в массовых долях растворенного вещества (рефрактометры-сахариметры), то определение концентрации сахара осуществляется по шкале прибора без построения калибровочного графика. На рис. 3.8, 3.9 представлены модели современных лабораторных рефрактометров-сахариметров высокой точности измерений (погрешности порядка $n_D \pm 0,0001$) со множеством дополнительных функций: с встроенными внешними или внутренними термостатами (модели ИРФ-454 Б2М, DR45, RE40D, AR 200), имеющими модули для подачи и промывки образцов (модели DR45 и RE40D, AR 2008), с подсветками для проведения анализа в условиях пониженного освещения, а также с имеющимися интерфейсами для подключения к компьютеру и возможностью распечатать и обработать полученные данные (модели RE40D, DR45).



а)



б)

Рис. 3.8. Модели рефрактометров-сахариметров: а) ИРФ-454 Б2М; б) RE40D.



а)



б)

Рис. 3.9. Модели рефрактометров-сахариметров: а) AR 2008; б) DR45.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7

Определение показателя преломления с помощью рефрактометра.

Цель работы – приобрести навыки работы с рефрактометром-сахариметром и освоить методику определения относительного показателя преломления исследуемых жидкостей.

Подготовка рефрактометра к работе.

Настройка рефрактометра-сахариметра осуществляется в соответствии с инструкцией к прибору. Для проверки показаний рефрактометра наносят каплю дистиллированной воды на нижнюю призму рефрактометра. Для этого отклоняют осветительное окошко и отклоняют до упора корпус с верхней призмой. Очищают поверхность призм с помощью мягкой ветоши, смоченной спиртом или эфиром. Стеклоочистительной палочкой с закругленным концом, либо пипеткой переносят несколько капель дистиллированной воды на поверхность измерительной призмы так, чтобы после закрытия верхней осветительной призмой вся поверхность была покрыта жидкостью. Затем открывают плоское зеркало и ждут, чтобы выровнялась температура жидкости и призм. Осветительное окошко верхней призмы направляют в сторону наиболее ин-

тенсивного источника света. Во время измерений в проходящем свете зеркало должно заслонять отверстие рефрактометрической призмы.

Путем поворота регулировочных тумблеров получают резкое отчетливое и практически бесцветное разграничение светлого и темного фона в поле зрения окуляра (рис. 3.10) устанавливают шкалу рефрактометра с помощью регулировочного винта.

Поворачивая тумблер, наводят граничную линию точно на середину креста в верхнем окошке окуляра. Вертикальная линия в нижнем окошке окуляра покажет результат измерения на шкале коэффициента преломления или процентного содержания сахара в исследуемом веществе.

Если рефрактометр исправен, он дает при 20°C значение $n = 1,333$ для воды, что отвечает 0% содержания сахарозы в растворе. В случае несоответствия показателя преломления установить шкалу рефрактометра с помощью регулировочного винта.

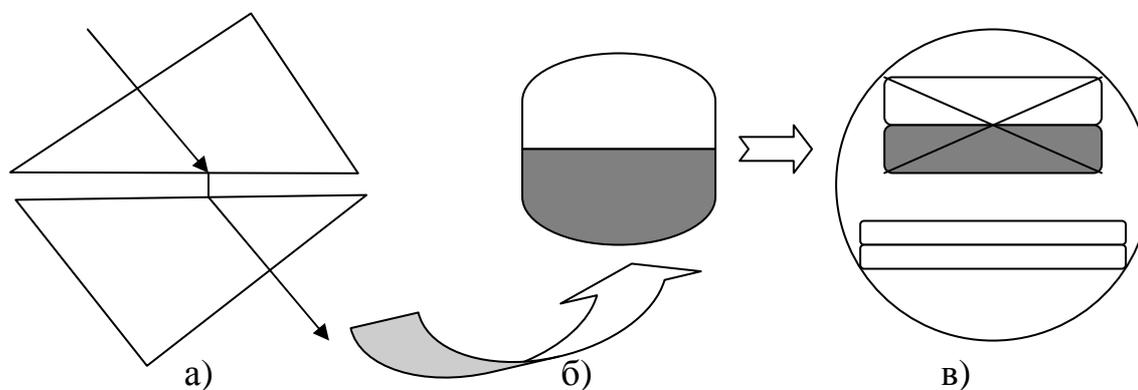


Рис. 3.10. Принципиальная схема рефрактометра, где:

- а) осветительная (1) и рефрактометрическая (2) призмы; б) поле зрения окуляра с границей света-тени; в) шкала показателя преломления (n , верхняя) и концентрации сахара (% , нижняя).

При выполнении измерений при другой температуре, отличной от 20°C , следует пользоваться таблицей 1 приложения. Сильно адсорбирующие жидкости (с темной окраской) нужно исследовать в отраженном свете. С

этой целью следует надвинуть экран на осветительное окошко, отклонить зеркало и осветить им отверстие в нижней части рефрактометрической призмы.

Ход работы:

Опыт 1. Определение показателя преломления и концентрации растворенного вещества в растворах сахарозы (глюкозы или другого сахара).

Оборудование: рефрактометр-сахариметр, пипетки на 1-2 мл, резиновые груши, стеклянные палочки, стаканы на 50 мл, марлевые салфетки, теххимические весы.

Реактивы: четыре комплекта (по четыре рабочих раствора в каждом) растворов сахарозы или другого сахара с определенными концентрациями, этиловый спирт (96%) или эфир, дистиллированная вода, глюкоза или сахароза кристаллическая.

Выполнение анализа:

Берут четыре флакона с растворами сахарозы (либо другого сахара) разной концентрации и наносят небольшими количествами на рефрактометрическую призму рефрактометра-сахариметра. Настроив изображение в окуляре прибора, определяют по шкале показатель преломления и концентрацию растворенного сахара. Обязательно отмечают температуру, при которой проводятся измерения. После каждого анализа протирают рабочие призмы сначала дистиллированной водой, а затем эфиром или спиртом. Правильность определения концентраций растворов сверяют у преподавателя. Заносят данные в рабочую тетрадь в виде таблицы по форме:

№ образца	Показатель преломления (n_D)	Массовая доля сахара (ω , %)
1		

Готовят раствор сахарозы заданной концентрации по заданию преподавателя. Определяют показатель преломления и сверяют концентрацию раствора на рефрактометре. Делают вывод о соответствии результатов измере-

ния с величиной концентрации приготовленного раствора и определяют погрешность.

На основании полученных данных строят график зависимости в координатах: концентрация раствора (C , %) – относительный показатель преломления (n). Делают вывод о зависимости коэффициента преломления от концентрации раствора.

Опыт 2. Определение коэффициента преломления органических растворителей и установление его зависимости от плотности веществ.

Оборудование: рефрактометр, пипетки на 1-2 мл, резиновые груши, стеклянные палочки, пипетки на 1 мл, стаканы на 50 мл, марлевые салфетки; ареометры; мерные цилиндры на 100-150 мл.

Реактивы: а) растворители: пентан, гексан, гептан, октан, нонан, декан; б) хлорметан, дихлорметан, хлороформ, четыреххлористый углерод. Этиловый спирт или эфир.

Выполнение испытания:

По приведенной методике определяют показатели преломления каждого растворителя. При нанесении растворителей следует учитывать их летучесть. Плотности анализируемых растворителей измеряют ареометром в мерных цилиндрах при комнатной температуре. Заносят данные, указанием молекулярных и структурных формул исследованных веществ, в рабочую тетрадь в виде таблицы по форме:

№ Образца	Измеренные данные		Данные по справочнику		Молекулярные и структурные формулы растворителей
	n_D	ρ (г/см ³)	n_D	ρ (г/см ³)	

Полученные результаты сверяют с данными, приведенными в справочной таблице 1 приложения Г.

Строят график в координатах показатель преломления (n_D) – плотность вещества (ρ , г/см³). Анализируют зависимость плотности вещества от его строения, наличия функциональных групп и пр. Делают вывод о зависимости

показателя преломления от плотности вещества, а также о чистоте исследуемых образцов растворителей.

Вопросы для контроля знаний

1. Дайте определение показателя (коэффициента) преломления.
2. Чем отличаются абсолютный и относительный показатели преломления? Какие факторы влияют на значение показателя преломления?
3. Какова зависимость показателя преломления от концентрации и плотности вещества?
4. Что такое дисперсия света? В какой области длин волн дисперсия максимальна?
5. Для какой характеристики вещества служит показатель преломления?
6. Сформулируйте закон преломления Снеллиуса?
7. В чем сущность правила аддитивности молярных рефракций?
8. Перечислите основные рабочие узлы рефрактометра.
9. Какие функции выполняют осветительная и измерительная призмы?

3. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Измерение электрических параметров для определения состава веществ является одним из важнейших приемов аналитической химии. Электрохимические методы анализа основаны на использовании электрохимических процессов, происходящих в электролитической ячейке (гальваническом элементе, цепи). Электролитическая ячейка – электрохимическая система, состоящая из электродов (оптимально – это два), один из которых индикаторный или рабочий, а второй – электрод сравнения, и электролитов, контактирующих между собой. Простейшая электрохимическая ячейка представлена на рис. 3.11. В такой системе реализуется способность окислительно-восстановительных реакций протекать при пространственном разделении окислителя и восстановителя. При замыкании цепи в электрохимической ячейке протекает следующая реакция:

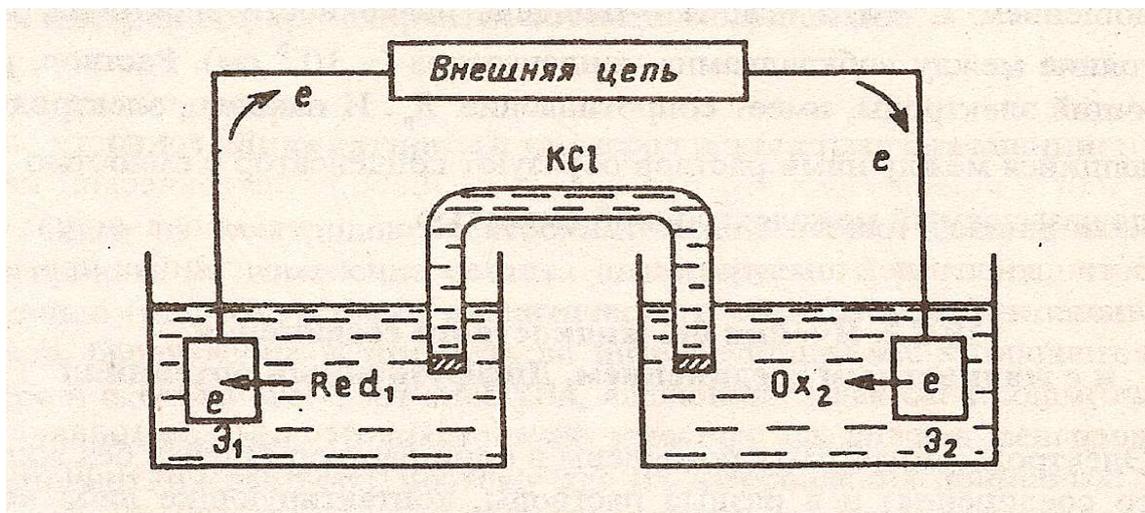


Рис. 3.11. Электрохимическая ячейка: Э₁, Э₂ – электроды; Red₁ – восстановитель; Ox₂ – окислитель.

Электрод, потенциал которого реагирует на изменение состава анализируемого раствора, является *индикаторным или измерительным*. Такой электрод не должен реагировать с компонентами раствора. Индикаторные электроды делят на необратимые и обратимые. Как правило, в аналитической химии используют обратимые электроды, для которых выполняется уравнение Нернста. Потенциал таких электродов зависит от активности (концентрации) участников электродной реакции. Материал для таких электродов должен быть химически инертным (например, благородные металлы, углеродные материалы – графит, стеклоуглерод). Примером индикаторного электрода служит стеклянный (рис. 3.13), водородный, хингидронный электроды. К индикаторным электродам относят и ионоселективные электроды, потенциалы которых зависят от концентрации конкретного определяемого иона в растворе (например, фторидселективный (рис. 3.13), бромидселективный электроды и др.).

Второй электрод должен обладать постоянным и не зависящим от состава раствора потенциалом – это *электрод сравнения*, так называемая своеобразная точка отсчета измеряемого электрического параметра индикатор-

ным электродом. Электрод сравнения характеризуется низким электрическим сопротивлением, отсутствием влияния на состав раствора, способностью не вызывать появления диффузионного потенциала и т.д. Примером электродов сравнения могут служить хлорсеребряный электрод (серебряная проволока, покрытая хлоридом серебра и помещенная в раствор хлорида калия, рис. 3.12) и каломельный электрод (состоит из металлической ртути, каломели и раствора хлорида калия, рис. 3.12).

Индикаторные и электроды сравнения имеют различные размеры и формы, изготовленные соответственно методам, в которых их применяют. Примером

На рис. 3.12 и 3.13 представлены различные типы электродов для разных электрохимических методов анализа и их структура.

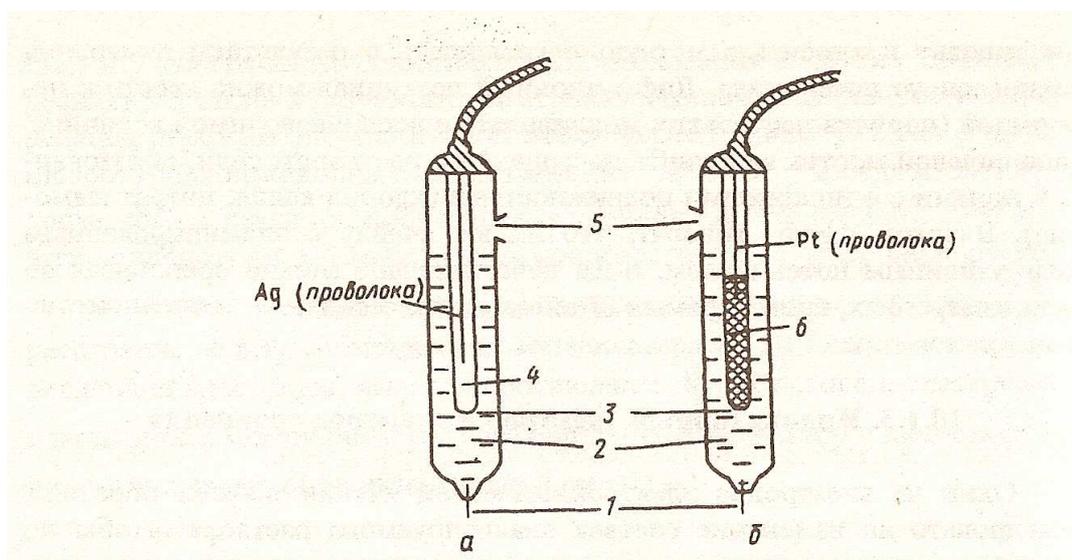


Рис. 3.12. Электроды сравнения хлорсеребряный (а) и каломельный (б):

1 – асбестовое волокно, обеспечивающее контакт с анализируемым раствором; 2 – внешний раствор KCl (насыщ.); 3 – крошечное отверстие для контакта; 4 – внутренний раствор KCl (насыщ.); 5 – отверстие для ввода раствора KCl; 6 – паста из смеси Hg_2Cl_2 , Hg и KCl (насыщ.).

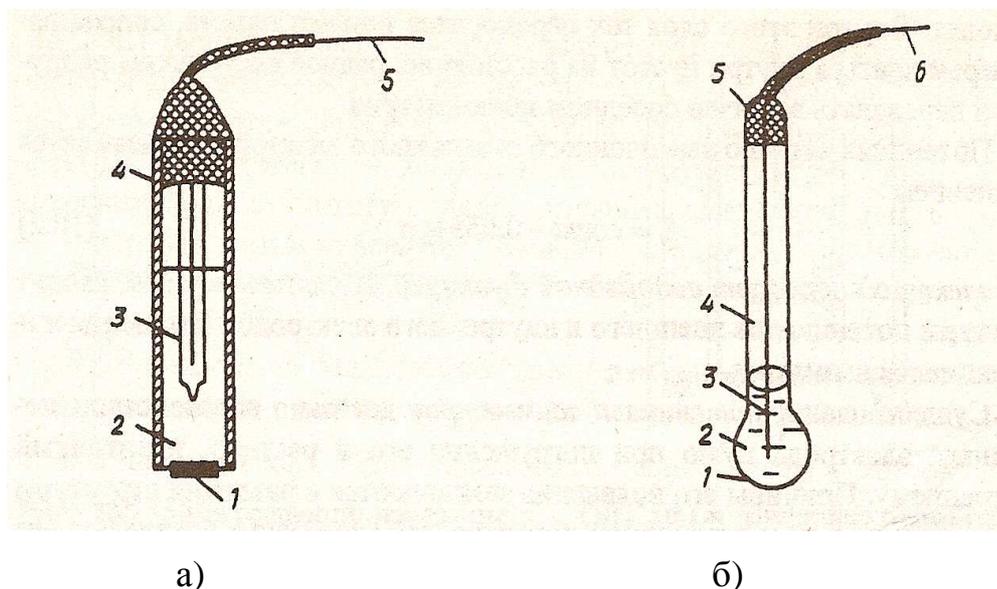


Рис. 3.13. Фторид-селективный электрод (а) и стеклянный электрод для измерения рН (б): для (а): 1 – пластинка из LaF₃; 2 – внутренний стандартный раствор NaF + NaCl; 3 – внутренний электрод сравнения; 4 – изоляция; 5 – токоотвод; для (б): 1 – стеклянная рН-чувствительная мембрана; 2 – 0,1 М раствор HCl, насыщенный AgCl; 3 – серебряная проволочка; 4 – стеклянная трубка; 5 – изоляция; 6 – токоотвод.

На электродах происходят различные физические и химические процессы, о глубине протекания которых можно судить путем измерения напряжения, силы тока, электрического сопротивления, электрического заряда или подвижности заряженных частиц в электрическом поле, являющихся аналитическими сигналами.

Электрохимические методы анализа основаны на использовании зависимости электрических параметров от концентрации и структуры вещества, участвующего в электродной реакции или в электрохимическом переносе зарядов между электродами. Их можно классифицировать следующим образом:

I. Методы без протекания электродной реакции, в которых строение двойного электрического слоя в расчет не принимаются – **метод кондуктометрии**;

II. Методы, основанные на электродных реакциях в отсутствии тока – *метод потенциометрии (частный случай – рН-метрия)*;

III. Методы, основанные на электродных реакциях под действием тока – *методы вольтамперометрии, кулонометрии, электрогравиметрии*.

С методической точки зрения электрохимические методы анализа можно разделить на прямые и косвенные. В прямых методах, как правило, используют зависимость любого электрического параметра (силы тока, потенциала и т.д.) от концентрации определяемого компонента. Тогда как, косвенные методы представляют собой методы титрования, в которых конечную точку титрования определяют электрохимическим способом.

3.1 ПОТЕНЦИОМЕТРИЯ

Потенциометрические методы основаны на измерении электродвижущих сил гальванических элементов (ЭДС):

$$\text{ЭДС} = E_1 - E_2,$$

где E_1 и E_2 – потенциалы окислителя и восстановителя.

В основе потенциометрических измерений лежит зависимость равновесного потенциала электрода от активности (концентрации) определяемого иона. Потенциал электрода (E) связан с активной концентрацией веществ, участвующих в электродном процессе, уравнением Нернста:

$$E = E^0 + (RT / nF) \cdot \ln a_{\text{Ox}}/a_{\text{Red}},$$

где E^0 – стандартный потенциал электродной реакции (при температуре $T = 298 \text{ K}$); a_{Ox} и a_{Red} – активности окисленной и восстановленной форм ионов; n – число электронов, участвующих в окислительно-восстановительном процессе; R – универсальная газовая постоянная; F – постоянная Фарадея (96500 Кл/моль).

В потенциометрическом методе измеряют разность потенциалов (напряжение) между индикаторным электродом и электродом сравнения, имеющим постоянный потенциал. Как правило, в потенциометрии применя-

ют мембранные (ионоселективные) и металлические индикаторные электроды. Как было показано ранее, индикаторный электрод должен быстро и необратимо реагировать на изменение концентрации определяемого иона.

Принципиальная схема потенциметрической ячейки представлена на рис. 3.14.

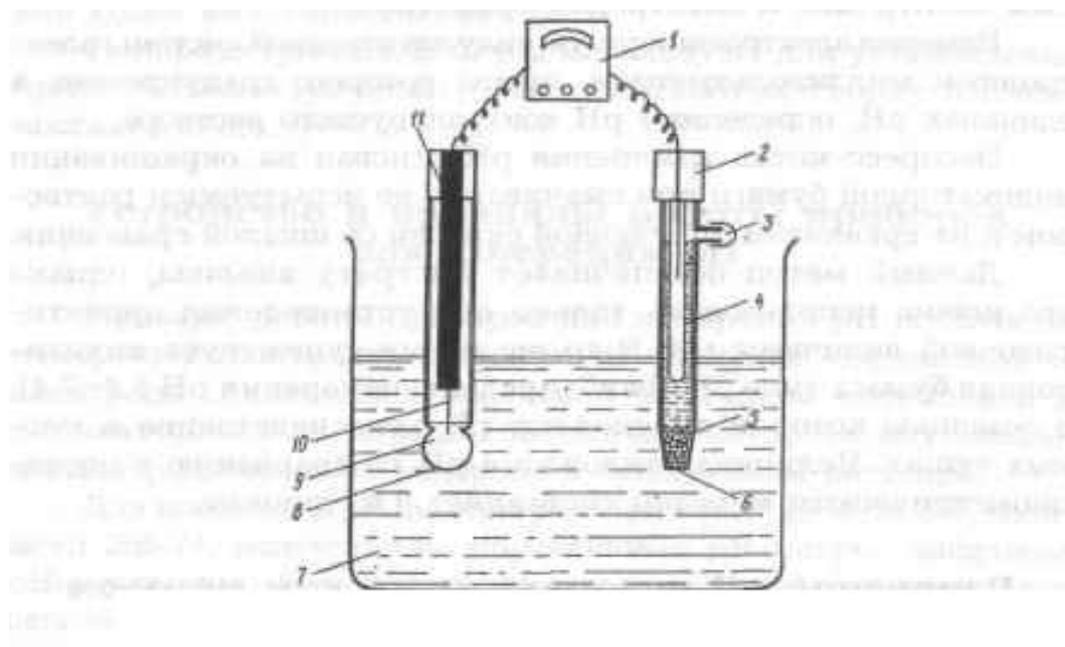


Рис. 3.14. Стекланный электрод (индикаторный) и электрод сравнения:
1 – измерительный прибор (потенциометр); 2 – электрод сравнения;
3 – отверстие для заполнения электрода хлоридом калия; 4 – каломель (Hg/HgCl₂ в насыщенном растворе хлорида калия); 5 – кристаллы хлорида калия; 6 – пористая мембрана; 7 – раствор; 8 – стекло, проницаемое для ионов водорода; 9 – 0,1 М раствор соляной кислоты; 10 – серебряная проволока, покрытая хлоридом серебра; 11 – стекланный электрод (индикаторный).

Потенциметрические методы анализа подразделяются на прямую потенциometriю (ионометрию) и потенциметрическое титрование. Ионометрия основана на прямом применении уравнения Нернста для нахождения активностей или концентраций участника электродной реакции по экспериментально измеренной ЭДС цепи или потенциалу соответствующего электрода.

Используя зависимость потенциала индикаторного электрода от состава раствора, определяют конечную точку титрования. Для этого измеряют потенциал или значение рН после добавления каждой порции титранта. Заметив объем, при котором наблюдается резкое изменение потенциала (рН) – скачок титрования, проводят точное титрование. По полученным результатам можно построить кривую титрования в разных формах: в интегральной, в виде первой и второй производных. Таким образом, конечную точку титрования можно найти графически, считая, что кривая титрования симметрична относительно точки эквивалентности.

В потенциометрическом титровании применяют самые разнообразные реакции: кислотно-основные, комплексообразования, окислительно-восстановительные и осаждения, дающие достаточно точный результат. Довольно часто в кислотно-основном титровании в качестве индикаторного электрода используют рН-чувствительный стеклянный (рис. 3.13, б). Потенциометрическое титрование обладает рядом преимуществ по сравнению с прямой потенциометрией: в этом методе не существует искажения результатов за счет диффузионного потенциала, не надо знать коэффициент активности определяемого иона, исключаются субъективные ошибки, можно анализировать мутные и окрашенные растворы и мн. др.

Частным случаем потенциометрии является рН-метрия.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8

Определение водородного показателя и степени гидролиза солей потенциометрическим методом.

Цель работы – приобрести навыки работы на потенциометре (рН-метре), освоить методику определения водородного показателя потенциометрическим методом и рассчитать степень гидролиза растворов солей.

Принцип метода: В водных растворах солей, образованных слабой кислотой и сильным основанием, слабым основанием и сильной кислотой, а также слабой кислотой и слабым основанием протекает реакция обменного

разложения соли водой, называемая реакцией гидролиза. Реакция гидролиза приводит к образованию слабого электролита, смещению равновесия диссоциации воды, в результате чего происходит изменение среды раствора. Соли, образованные слабой кислотой и сильным основанием гидролизуются по аниону, в их растворах накапливаются гидроксид-ионы и среда раствора становится щелочной ($pH > 7$). Соли, образованные слабым основанием и сильной кислотой гидролизуются по катиону, в их растворах накапливаются катионы водорода и среда раствора становится кислой ($pH < 7$). Соли, образованные слабой кислотой и слабым основанием гидролизуются по катиону и по аниону и среда раствора близка к нейтральной ($pH \approx 7$). Концентрация ионов водорода или гидроксид-ионов в растворе зависит от степени гидролиза соли, поэтому, измеряя величину pH , можно рассчитать степень гидролиза.

Степень гидролиза солей (h) вычисляют по формулам:

$$h = \frac{\Delta[H^+]}{[MeA]} \cdot 100, \% \quad (1) \quad \text{Для соли, гидролизующейся по катиону,}$$

$$pH < 7.$$

$$h = \frac{\Delta[OH^-]}{[MeA]} \cdot 100, \% \quad (2) \quad \text{Для соли, гидролизующейся по аниону,}$$

$$pH > 7.$$

$$\Delta[H^+] = [H^+]_{соли} - [H^+]_{воды}$$

$$\Delta[OH^-] = [OH^-]_{соли} - [OH^-]_{воды}, \text{ где}$$

$[H^+]_{соли}$ – концентрация катионов водорода в растворе соли;

$[H^+]_{воды}$ – концентрация катионов водорода в дистиллированной воде;

$[OH^-]_{соли}$ – концентрация гидроксид-ионов в растворе соли;

$[OH^-]_{воды}$ – концентрация гидроксид-ионов в дистиллированной воде;

$[MeA]$ – молярная концентрация соли.

$$pH = -\lg [H^+]; pOH = -\lg [OH^-]; pH + pOH = 14.$$

Оборудование: рН – метр любой марки; электроды – стеклянный (индикаторный) и каломельный (сравнения); стаканы на 100 мл; фильтровальная бумага; термометр.

Реактивы: 1,0М, 0,1М, 0,01М, 0,001М, 0,0001М растворы солей $Al_2(SO_4)_3$, CH_3COONa (или других); буферные растворы с известными значениями рН; дистиллированная вода.

Ход работы:

Перед проведением анализа знакомятся с основными органами обслуживания и узлами потенциометра (рН-метра), используя сам прибор и его рис. в приложении В, I. Далее настраивают рН-метр в соответствии с инструкцией к прибору (приложение В, II). Настройка аппарата производится с помощью двух буферных растворов с известным значением рН. Значение рН первого буферного раствора должно находиться в пределах 4,8-8,4 рН. Электроды не должны касаться друг друга и стенок стакана.

После согласования прибора по буферным растворам приступают к измерению рН исследуемых растворов (ознакомьтесь с инструкцией в приложении В, III).

Выполнение измерений:

1. В химический стакан на 100 мл наливают дистиллированную воду и определяют величину рН с помощью рН-метра.

2. Определяют величину рН растворов солей $Al_2(SO_4)_3$ или CH_3COONa (или других солей по выбору преподавателя) с концентрациями: 1,1 М, 0,1М, 0,01М, 0,001М, 0,0001М. После каждого измерения извлекают электроды из исследуемого раствора, промывают и высушивают фильтровальной бумагой.

Полученные значения заносят в таблицу следующей формы:

Значения концентраций растворов (моль/л)	1,0М	0,1М	0,01М	0,001М	0,0001М
Растворы соли сульфата алюминия $Al_2(SO_4)_3$					
Значения рН					
Растворы соли ацетата натрия CH_3COONa					
Значения рН					

3. Зная рН, определяют концентрацию катионов водорода или гидроксид-ионов в растворах исследуемых солей и дистиллированной воде.

4. Рассчитывают величину степени гидролиза исследованной соли, используя формулы (1) и (2) и данные таблицы 3 приложение Г.

5. Строят график зависимости степени гидролиза соли (h) от концентрации (C , моль/л).

6. По окончании эксперимента и оформления результатов делают вывод.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 9

Определение хлороводородной и борной кислот в их смеси методом потенциометрического титрования.

Цель работы – закрепить навыки работы на потенциометре (рН-метре), освоить методику потенциометрического титрования и определить содержание двух кислот в их смеси.

Принцип метода: Борную кислоту H_3BO_3 в водном растворе титровать нельзя, так как константа диссоциации ее мала ($pK_{a1} = 9,24$). Однако в присутствии некоторых органических веществ (маннита, глицерина) свойства борной кислоты усиливаются за счет образования более сильной кислоты (например, борманнитовой или бороглицериновой). Сначала смесь титруют без добавления маннита (глицерина), при этом титруется только сильная хлороводородная кислота. После этого добавляют в раствор маннит или глицерин и титруют H_3BO_3 как одноосновную кислоту. Измеряют рН раствора.

Оборудование: рН-метр; каломельный или хлорсеребряный электроды сравнения; стеклянный индикаторный электрод; магнитные мешалки; мерные колбы на 100 мл; химические стаканы на 100-150 мл; бюретки на 25-50 мл с делениями в 0,1 мл; пипетки на 20-25 мл; груши резиновые; фильтровальная бумага; термометр.

Реактивы: анализируемый раствор – смесь ~ 0,1 М растворов HCl и H₃BO₃; маннит или глицерин; стандартный 0,1 М раствор NaOH.

Ход работы:

Проводят процедуру настройки рН – метра в соответствии с инструкцией к прибору (приложение В).

Анализируемый раствор (произвольное количество от 20 до 50 мл) смеси кислот в мерной колбе на 100 мл разбавляют до метки дистиллированной водой. Переносят пипеткой 20 мл в стакан для титрования и добавляют дистиллированную воду так, чтобы электроды (сравнения и индикаторный) были погружены в раствор. Перемешивают раствор с помощью магнитной мешалки. Несколько минут дают адаптироваться электродам к анализируемому раствору.

Бюретку, наполненную раствором щелочи известной концентрации, устанавливают над стаканом с титруемым раствором смеси кислот. Смесь титруют раствором NaOH, прибавляя его из микробюретки по 0,2 мл. Записывают показания рН-метра и объем NaOH. По резкому изменению значения рН определяют первый скачок потенциала, соответствующий точке эквивалентности титрования хлороводородной кислоты. Затем прибавляют 10 мл глицерина (или маннита) и продолжают титрование до обнаружения второго скачка потенциала. Для получения более точных результатов проводят повторное определение. Данные заносят в таблицу следующей формы:

	1	2	3	4	5	6	7	8	и т.д.
V _{NaOH}									
рН									

Строят две кривые: одну в координатах рН - V_{NaOH}, другую ΔрН/ΔV - V_{NaOH}. По графикам находят V₁ – объем раствора NaOH (мл), израсходованного на титрование HCl и V₂ – объем раствора NaOH (мл), израсходованного на титрование H₃BO₃. Рассчитывают содержание HCl и H₃BO₃ в анализируемой пробе раствора. Делают вывод по выполненной работе.

Вопросы для контроля знаний

1. Какова природа происхождения аналитического сигнала в электрохимических методах анализа?
2. В чем сущность потенциметрического метода анализа?
3. Какого рода определения можно проводить с помощью потенциметрического анализа?
4. Каково устройство: а) водородного электрода; б) хлорсеребряного электрода; в) стеклянного электрода; г) каломельного электрода.
5. Каковы функции индикаторного электрода и электрода сравнения?
6. Перечислите основные требования к индикаторному электроду и электроду сравнения.
7. Причины возникновения погрешностей при измерении рН стеклянным электродом и их основные источники.
8. Перечислите основные требования по уходу за электродами.
9. В чем заключается подготовка рН-метра к работе?
10. Что такое водородный и гидроксильный показатели? Как они связаны с концентрацией катионов водорода и гидроксид-ионов?
11. В чем заключается сущность потенциметрического титрования?
12. Для чего используются кривые титрования в потенциметрии? Как определяется точка эквивалентности в потенциметрическом титровании?
13. В координатах каких показателей потенциметрического титрования кривые титрования дают более точную информацию?

КОНТРОЛЬНОЕ ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 2.

Определение показателей качества товаров физико-химическими методами анализа (инструментальными или измерительными) по методикам государственных стандартов.

Цель работы – закрепить и усовершенствовать навыки установления показателей качества непродовольственных товаров по методикам государственных стандартов с помощью инструментальных методов анализа. Осво-

ить правила оформления испытания на соответствие качества нормативным требованиям.

Перечень предлагаемых тем заданий для исследования по группам товаров (задания выдаются студентам заранее вместе с государственным нормативным документом для подготовки к проведению испытания):

Изделия косметические (кремы, бальзамы, пенки и др.):

- а) Определение коллоидной и термостабильности;
- б) Определение температуры каплепадения;
- в) Определение водородного показателя, рН или кислотного числа;
- г) Определение карбонильного числа рН-метром.

Синтетические моющие средства (СМС):

- а) Определение концентрации водородных ионов, рН;
- б) Определение содержания фосфорнокислых солей (ФЭК).

Мыло туалетное и хозяйственное:

- а) Определение водородного показателя, рН.

Шампуни:

- а) Определение водородного показателя, рН.

Зубные пасты:

- а) Определение водородного показателя, рН;
- б) Определение массовой доли суммы тяжелых металлов (ФЭК).

Изделия декоративной косметики на жировой основе (зубные помады, блеск и бальзам для губ, тени для век и др.):

- а) Определение коллоидной и термостабильности;
- б) Определение температуры каплепадения;
- в) Определение водородного показателя, рН или кислотного числа;
- г) Определение карбонильного числа (рН-метрия).

Полимерные изделия:

- а) Определение концентрации формальдегида методом ФЭК.

Растворители, автомобильные и смазочные материалы:

- а) Определение вязкости вискозиметром;
- б) Определение плотности пикнометром и ареометром;
- в) Определение температуры вспышки в открытом тигле;
- г) Определение температуры каплепадения.

Подготовка отчета:

Студент составляет отчет по проведенному испытанию с полным выводом и объяснением значения определяемого показателя для тех или иных свойств товара.

Обязательно в работе указывается прибор или аппарат, на котором определялись те или иные показатели.

Отчет по контрольному практическому занятию должен включать следующие структурные части:

1. Тема (по названию испытания в ГОСТе или в другом нормативном документе).
2. Цель проводимого исследования.
3. Перечень реактивов, материалов и оборудования.
4. Товароведная краткая характеристика образцов материала или изделия, включающая описание упаковки, маркировки, сроков хранения, даты изготовления, укупорки.
5. Органолептические испытания (являющиеся субъективными).
6. Физико-химические испытания (описание процедуры испытания) с приведенными, где необходимо, расчетами, графиками. С указанием числа параллельных испытаний, допустимых расхождений между параллельными испытаниями, допустимых погрешностей в конечном результате.
7. Выводы с обоснованием полученных результатов.

ПРИЛОЖЕНИЯ

А. ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА БЕЗОПАСНОСТИ И ПРАВИЛА РАБОТЫ В ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

1. Общие требования безопасности

1.1. К работе в химических лабораториях допускаются студенты, прошедшие инструктаж по технике безопасности с соответствующей записью в специальном журнале.

1.2. Студенты, допущенные к работе в лаборатории, должны работать в халатах, а длинные, мешающие волосы, должны быть убраны.

1.3. При работе в лаборатории возможно воздействие на работающих следующих опасных и вредных производственных факторов:

- химические ожоги при попадании на кожу или в глаза едких химических веществ;

- термические ожоги при неаккуратном пользовании спиртовками и нагревании жидкостей;

- порезы рук при небрежном обращении с лабораторной посудой;

- отравление парами или газами высокотоксичных химических веществ;

- возникновение пожара при неаккуратном обращении с легковоспламеняющимися и горючими жидкостями;

1.4. При работе в лаборатории при необходимости должны использоваться перчатки, очки защитные, защитная одежда и пр.

1.5. В лаборатории должна быть медицинская аптечка с набором необходимых медикаментов и перевязочных средств. Минимальный набор медикаментов должен быть следующим: 1) бинты; 2) гигроскопическая вата; 3) 3%-ный спиртовой раствор йода; 4) 1%-ный раствор уксусной кислоты; 5) 3%-ный раствор бикарбоната натрия; 6) насыщенный раствор борной кислоты; 7) насыщенный раствор марганцевокислого калия; 8) мазь или аэрозоль от ожогов; 9) коллодий; 10) глицерин; 11) вазелин; 12) спирт; 13) касторовое масло; 14) стеклянный "глазок" для промывания глаз.

1.6. Лаборатория должна быть оборудована вытяжным шкафом для хранения кислот, щелочей и проведения опытов с легковоспламеняющимися жидкостями (ЛВЖ) и горючими жидкостями (ГЖ).

1.7. Лаборанты, преподаватели и студенты обязаны соблюдать правила пожарной безопасности, знать места расположения первичных средств пожаротушения. Лаборатория должна быть оснащена первичными средствами пожаротушения: двумя огнетушителями, ведром с песком и двумя накидками из огнезащитной ткани.

1.8. О каждом несчастном случае пострадавший или очевидец обязан немедленно сообщить преподавателю, зав. лабораториями.

1.9. В процессе работы преподаватели, лаборанты и студенты должны соблюдать правила ношения спецодежды, пользования средствами индивидуальной и коллективной защиты, соблюдать правила личной гигиены, содержать в чистоте рабочее место.

2. Требования безопасности перед началом работы

2.1. Надеть обязательно халат, подготовить к работе и проверить исправность оборудования, приборов, убедиться в целостности лабораторной посуды.

2.2. Убедиться в наличии и целостности заземления у приборов.

2.3. Проверить исправность и работу вентиляции вытяжного шкафа.

2.5. Проветрить помещение лаборатории.

3. Требования безопасности во время работы

3.1. Работать в помещении лаборатории разрешается только в присутствии преподавателя.

3.2. Во время работы в лаборатории требуется соблюдать чистоту, порядок и правила охраны труда.

3.3. Нельзя нагревать пробирку с растворами реагирующих веществ на сильном пламени, т.к. при этом жидкость выбрасывается из пробирки, что ведет к потере исследуемого вещества.

3.4. Когда требуется понюхать пахучие вещества, необходимо легким движением ладони руки направить струю воздуха от сосуда к себе.

3.5. Отработанные растворы, остатки кислот, сернистых соединений, соединений ртути и серебра, растворы, содержащие йод и т.д. сливают в специальные банки. Нельзя сливать указанные растворы в раковины, соединённые с общей системой канализации.

3.6. Не допускается выбрасывать в канализацию реактивы, сливать в неё растворы, ЛВЖ и ГЖ. Их необходимо сливать для последующего обезвреживания в стеклянную тару с крышкой ёмкостью не менее 3 л.

3.8. Запрещается хранить любое оборудование на шкафах и в непосредственной близости от реактивов и растворов.

3.9. Приготавливать растворы щелочей, концентрированных кислот и водного раствора аммиака разрешается только с использованием средств индивидуальной защиты в вытяжном шкафу с включенной вентиляцией в фарфоровой лабораторной посуде, причём жидкость большей плотности вливать в жидкость меньшей плотности.

3.10. Работа с кислотами и щелочами:

3.10.1. Для предупреждения ожогов при работе с кислотами и щелочами необходимо пользоваться спецодеждой, очками и другими средствами защиты.

3.10.2. Запрещается хранить растворы щелочей и кислот в тонкостенной стеклянной посуде.

3.10.3. При работе пипетками с растворами крепких щелочей и кислот:

3.10.4. Запрещается затягивать жидкость ртом.

3.10.5. Заполнение пипеток разрешается с помощью резиновой груши или вакуума.

3.10.6. При приготовлении растворов кислот (соляной, серной, азотной) необходимо осторожно вливать тонкой струей **кислоты в воду** при непрерывном помешивании, а не наоборот.

3.10.7. Растворять твердые щелочи следует путем медленного прибавления их небольшими кусочками к воде при непрерывном перемешивании. Кусочки щелочи разрешается брать только щипцами.

3.10.8. При смешивании веществ, сопровождающимся выделением тепла, необходимо пользоваться термостойкой толстостенной стеклянной или фарфоровой посудой.

3.10.9. В лабораториях концентрированные кислоты необходимо хранить в склянках на противнях под тягой.

3.10.10. На рабочем месте необходимо иметь соответствующие нейтрализующие вещества.

3.11. **Работа с легковоспламеняющимися и горючими жидкостями:**

3.11.1. Легковоспламеняющиеся и горючие жидкости следует доставлять в лабораторию в закрытой посуде помещенной в таре с ручками.

3.11.1. ЛВЖ и ГЖ должны храниться в лабораторных помещениях в толстостенной стеклянной посуде, закрытой пробками

3.11.2. Все работы с ЛВЖ и ГЖ проводятся в вытяжном шкафу при работающей вентиляции, выключенных газовых горелках и электронагревательных приборах.

3.11.3. При перегонке ЛВЖ и ГЖ необходимо следить за работой холодильника. Во избежание взрыва запрещается выпаривать низкокипящие ЛВЖ до суха. Нагрев и перегонку ЛВЖ и ГЖ проводить на предварительно нагретых банях. Диаметр бани должен превышать размер используемого нагревательного прибора /электрические плитки должны быть **с закрытой спиралью**.

3.11.4. Запрещается нагревать на водяных банях вещества, которые могут вступать в реакцию со взрывом или выделением паров или газов.

3.11.5. При случайных проливах ЛВЖ /сероуглерод, бензин, диэтиловый эфир и др./, а также при утечках горючих газов необходимо выключить все источники открытого огня, электронагревательные приборы выключением общего рубильника. Место пролива жидкости следует засыпать песком, а загрязненный песок собрать совком или деревянной лопатой.

3.11.6. Запрещается внесение пористых, порошкообразных и других подобных им веществ (активированного угля, губчатого металла, пемзы и т.п.) в нагретые ЛВЖ и ГЖ.

3.11.7. Запрещается выливать ЛВЖ и ГЖ в хозяйственно-фекальную канализацию, а необходимо собирать в специальную герметично закрывающуюся посуду и в конце рабочего дня передавать из лаборатории для регенерации и для уничтожения в соответствии с установленным порядком.

3.12. **Работа с использованием спиртового горючего**

3.12.1. Перед зажиганием спиртовки нужно удостовериться, что корпус ее исправен, фитиль выпущен на нужную высоту и распущен, а горловина и держатель фитиля сухие.

3.12.2. Зажженную спиртовку нельзя переносить с места на место, нельзя зажигать спиртовку от другой.

3.12.3. Гасить спиртовку нужно, накрывая пламя фитиля колпачком. Задувать пламя запрещается.

3.12.4. В спиртовках используется только этиловый спирт (в крайнем случае керосин, пользоваться бензином или другими горючими жидкостями запрещается).

3.13. *Работа со стеклянной посудой.*

Основным травмирующим фактором, связанным с использованием стеклянной посуды, аппаратов и приборов, являются острые осколки стекла, способные вызвать порезы тела работающего, а также ожоги рук при неосторожном обращении с нагретыми до высокой температуры частями стеклянной посуды.

3.13.1. Вся посуда, в которой находятся химические вещества, должна иметь маркировку.

3.13.2. При проведении всех работ по сборке приборов необходимо соблюдать следующие правила:

Стеклянные трубки небольшого диаметра можно ломать только после подрезки их специальными ножами /пилой/ для резки стекла, предварительно защитив руки полотенцем.

Для облегчения сборки концы стеклянных трубок необходимо оплавливать и смачивать водой или глицерином.

При соединении стеклянных трубок с просверленной пробкой нужно держать пробку за боковые стороны одной рукой и насаживать ее на трубку, удерживаемую другой рукой.

Оставлять действующий прибор без присмотра не разрешается.

Для отсасывания под вакуумом используются колбы Бунзена, которые изготавливаются из толстого стекла.

3.13.3. Нагревая жидкость в пробирке или колбе, сосуд нужно держать специальным держателем так, чтобы отверстие было направлено в сторону от работающего.

3.13.4. Переносить посуды с горячей жидкостью, нужно держа их двумя руками - одной за дно, другой за горловину, используя при этом полотенце /во избежание ожога кистей и пальцев рук.

3.13.5. При закрывании толстостенного сосуда пробкой следует держать его за верхнюю часть горла. Нагретый сосуд нельзя закрывать притертой пробкой до тех пор, пока он не охладится.

3.13.6. При мытье посуды необходимо надевать резиновые перчатки, а в случае использования агрессивных жидкостей, особенно хромовой смеси или концентрированных щелочей - защитные очки или маску. Для мытья посуды можно применять мыло, кальцинированную соду, моющие средства, а также

хромовую смесь, серную кислоту и растворы щелочей, в том числе 5-10 % раствор соды, 10% раствор фосфата натрия или гексаметофосфата натрия. Для удаления из посуды нерастворимых в воде органических веществ пользуются органическими растворителями, например ацетоном, хлороформом, петролейным эфиром и т.п. Промываемую посуду ополаскивают изнутри несколько раз минимальными порциями подходящего растворителя, после чего сливают его в специальную банку с этикеткой "Слив". Для первых ополаскиваний можно брать уже использованный растворитель, а для последующих чистый.

3.13.7. При переливании жидкостей следует пользоваться воронкой, поставленной в колею штатива над сосудом - приемником жидкости.

3.13.8. В тех случаях, когда реакция идет при нагревании реакционной смеси до кипения или при перегонке, следует пользоваться круглодонными тонкостенными колбами. Толстостенную посуду нагревать нельзя.

3.14. Работа с электрооборудованием и электроприборами в химической лаборатории.

Химическая лаборатория по степени опасности поражения электрическим током относится к помещениям с повышенной или особой опасностью. Особая опасность обусловлена возможностью воздействия на электрооборудование химически активных сред.

3.14.1. Эксплуатация электрооборудования в лаборатории осуществляется в соответствии с требованиями, предъявленными к таким помещениям (правилами техники безопасности при эксплуатации установок потребителей (ПТЭ и ПТБ), а так же правилами устройства электроустановок ПУЭ).

3.14.2. Перед включением любого прибора необходимо убедиться в исправности розеток, вилок, электрических шнуров, заземлении электроприборов.

3.14.3. При нестандартной ситуации необходимо срочно отключить все электроприборы.

3.14.4. При тушении электроприборов, находящихся под напряжением применяют накидки, песок, порошковые и углекислотные огнетушители. Нельзя тушить водой и пенными огнетушителями.

4. Требование безопасности в аварийных ситуациях

4.1. Разлитый водный раствор кислоты или щёлочи засыпать сухим песком, переместить адсорбент от краёв разлива к середине, собрать в полиэтиленовый мешочек и плотно завязать. Место разлива обработать нейтрализующим раствором, а затем промыть водой.

4.2. При разливе ЛВЖ и органических веществ объёмом до 50 мл погасить открытый огонь спиртовки и проветрить помещение. Если разлито более 100 мл, удалить студентов из лаборатории, погасить открытый огонь спиртовки и отключить систему электроснабжения помещения устройством вне лаборатории. Разлитую жидкость засыпать сухим песком или опилками, влажный адсорбент собрать деревянным совком в закрывающуюся тару и проветрить помещение до полного исчезновения запаха.

4.3. При разливе ЛВЖ и их загорании, немедленно эвакуировать студентов из лаборатории, сообщить о пожаре в пожарную часть по телефону "01" и приступить к тушению очага возгорания первичными средствами пожаротушения: применяют песок, накидки, любые огнетушители.

4.4. При загорании твердых горючих веществ (мебель, пол, стены и т.д.) в качестве средств пожаротушения применяют песок, накидки из толстой ткани, огнетушители пенные и порошковые, воду.

4.5. В случае если разбилась лабораторная посуда, не собирать её осколки незащищёнными руками, а использовать для этой цели щётку и совок.

4.6. При получении травмы немедленно оказать первую помощь пострадавшему, сообщить об этом зав. лабораториями, начальнику службы безопасности. При необходимости отправить пострадавшего в лечебное учреждение.

5. Требования безопасности по окончании работы

5.1. Привести в порядок рабочее место, убрать все химреактивы на свои места в лаборантскую в закрывающиеся на замки шкафы и сейфы.

5.2. Отработанные растворы реактивов слить в стеклянную тару с крышкой емкостью не менее 3 л для последующего уничтожения.

5.3. Выключить вентиляцию вытяжного шкафа.

5.4. Отключить приборы от электрической сети. При отключении от электророзетки не дергать за электрический шнур.

5.5. Снять халат, средства индивидуальной защиты, если использовали и тщательно вымыть руки с мылом.

5.6. Проветрить помещение лаборатории.

6. Первая помощь при несчастных случаях

6.1. При **порезах стеклом** нужно удалить осколки из ранки и, убедившись, что их там не осталось, смазать пораненное место йодом и перевязать.

6.2. При **горячих ожогах** (небольших) обожженное место следует смазать глицерином или приложить вату, смоченную спиртом. При более сильных ожогах обожженное место нужно смазать мазью от ожогов (нанести аэрозоль) или концентрированным раствором марганцевокислого калия.

6.3. При **ожогах химическими веществами**, особенно кислотами и щелочами, нужно немедленно обмыть пострадавшее место большим количеством воды, затем обработать 2%-ным раствором бикарбоната натрия (питьевой соды) и смазать мазью от ожогов или вазелином, а при ожогах щелочью – слабым 1-2% раствором уксусной кислоты.

6.4. При попадании **кислоты в глаза** немедленно промыть глаза большим количеством воды, а затем 3%-ным раствором бикарбоната натрия (питьевой соды) и, наконец, чистой водой (удобно пользоваться стеклянным "глазком"). После этого пострадавшего необходимо доставить в медпункт.

6.5. При попадании *щелочи в глаза* немедленно промывают его большим количеством воды и затем насыщенным раствором борной кислоты, после чего впускают в глаз каплю касторового масла.

6.6. При попадании **брома на кожу** нужно немедленно обмыть пораженный участок кожи каким-нибудь растворителем - спиртом, бензолом, бензином и т. д. Хорошо помогает также обтирание пораженного места глицерином или смазывание мазью от ожогов.

6.7. При воспламенении одежды необходимо загасить огонь на горящем (не бегать!), набросив на него одеяло, халат, пальто и пр. Погасив огонь, приступить к оказанию первой помощи.

6.8. Ядовитые вещества могут попасть в организм через пищеварительный тракт, дыхательные пути, иногда через кожу и слизистые оболочки. При всех случаях отравления необходимо доставить пострадавшего в медпункт или вызвать скорую помощь.

Б. ИНСТРУКЦИЯ ПОДГОТОВКИ ФОТОМЕТРА КФК-3-01 К РАБОТЕ И ПОРЯДОК РАБОТЫ

1. Подготовка фотометра к работе

(осуществляется в автоматическом режиме)

Подключить фотометр к сети (220 В):

- на нижнем индикаторе отображается надпись «Прогрев прибора» и показания таймера;
- через 5 мин автоматически учитывается «нулевой отсчет» и включается источник излучения; на верхнем индикаторе отображается значение длины волны в нм, на нижнем – надпись «Прогрев лампы» и показания таймера;
- по истечении 10 мин фотометр выдает звуковой сигнал готовности к работе и на нижнем индикаторе отображается надпись «Готов к работе введите режим».

Фотометр готов к работе.

II. Порядок работы

(измерение коэффициентов пропускания или оптической плотности)

1. Ручкой установки длин волн установить необходимую по роду измерений измерений длину волны.

2. Проведение спектрального согласования кювет: взять две кюветы с необходимой рабочей длиной и наполнить дистиллированной водой, установить кюветы в кюветное отделение провести измерение коэффициента пропускания по п. 3 – 6. Показания индикатора для обеих кювет не должны отличаться более чем на $\pm 1\%$, тогда кюветы считаются спектрально равновесными. Если показания будут отличаться, то следует очистить измерительные кюветы и еще раз провести измерения, либо подобрать другую пару кювет.

3. Установить в кюветное отделение кюветы с «холостой пробой» (контрольным раствором) и исследуемым раствором. Кювета с «холостой пробой» устанавливается в дальнее гнездо кюветодержателя, а кювета с исследуемым раствором – в ближнее гнездо. Закрывать крышку кюветного отделения.

4. Ручку перемещения кювет установить в крайнее левой положение, При этом в световой пучок вводится кювета с «холостой пробой».

5. Клавишей выбора режима «D» («C») выбрать режим измерения – « τ – КОЭФФИЦИЕНТ ПРОПУСКАНИЯ» («A – ОПТИЧЕСКАЯ ПЛОТНОСТЬ»). Нажать клавишу «#». На нижнем индикаторе на верхней строке должно отобразиться «ГРАДУИРОВКА», через 3 – 6 с данная надпись исчезает и вместо нее отображается «ИЗМЕРЕНИЕ», на нижней строке « $\tau = 100,0 \pm 0,2\%$ » («A = 0,000 \pm 0,002»). Если значение «100» («0,000») отобразилось с большим отклонением, повторно нажать клавишу «#».

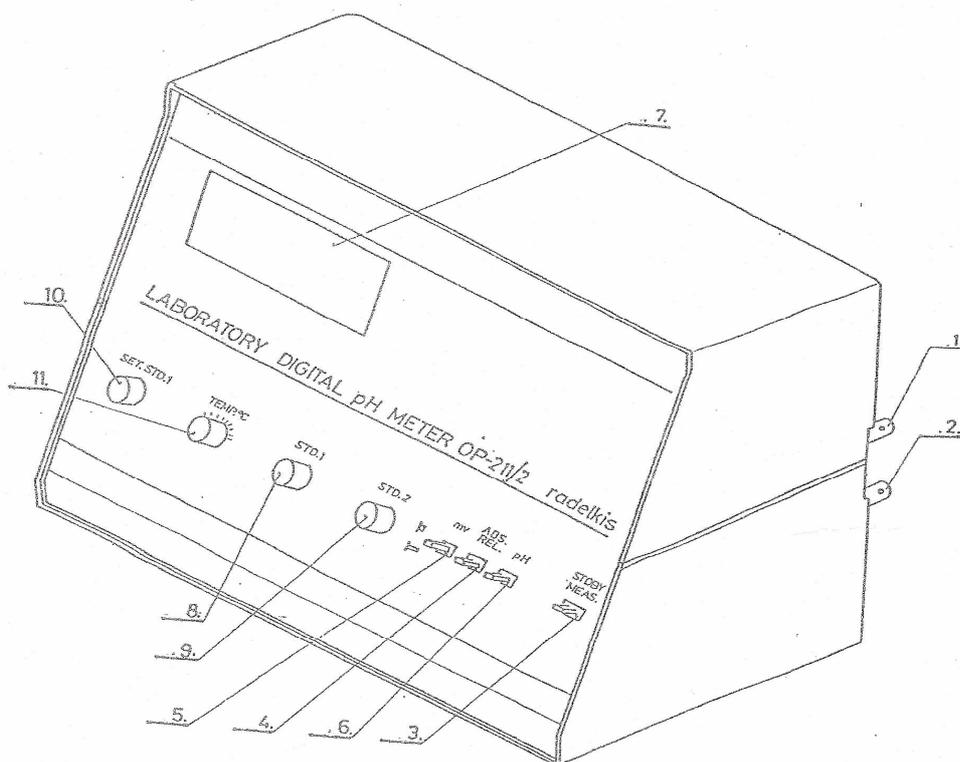
6. Ручку кювет установить вправо до упора. При этом в световой пучок вводится кювета с исследуемым раствором. На нижнем индикаторе отображается значение коэффициента пропускания в % (оптической плотности) исследуемого раствора. Операции по п. 3 – 5 повторить три раза. Значение коэффициента пропускания (оптической плотности) исследуемого раствора определяется как среднее арифметическое из полученных отсчетов.

7. При проведении измерений серии стандартных растворов кювета с «холостой пробой» (дистиллированной водой) остается постоянно на своем месте до окончания измерений.

8. По окончании измерений извлечь кюветы из кюветного отделения, закрыть крышку отделения и затем выключить прибор, нажав тумблер «СЕТЬ».

В. ИНСТРУКЦИЯ ПОДГОТОВКИ ПРИБОРА ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ pH
ТИПА ОР-211/2 К РАБОТЕ И ПОРЯДОК РАБОТЫ
(потенциометр – pH-метр)

*1. Основные органы обслуживания и узлы, находящиеся
на передней панели аппарата*



1. Штепсельное гнездо индикаторного электрода «S».
2. Штепсельное гнездо электрода сравнения «R».
3. Кнопка «STDBY/MEAS».
4. Кнопка выбора измерения мВ «ABS/REL».
5. Кнопка режима работы мВ «mV».
6. Кнопка выбора режима работа для измерения pH «pH».
7. Цифровой дисплей.
8. Ручка для согласования «STD1».
9. Ручка для согласования «STD2».
10. Ручка для согласования «SET STD1».
11. Ручка для установки температуры «TEMP».

II. Согласование аппарата с измерительной ячейкой при измерении рН.

1. Подключить аппарат к электросети (220 В) с помощью электрического шнура.
2. Подготовить в двух химических стаканах на 100 мл два таких буферных раствора с известным значением рН, величины которых охватывают предполагаемую величину рН пробы. Значение первого раствора должно находиться в пределах 4,8 – 8,4 рН.
3. Опускают оба электрода – рН-чувствительный стеклянный и каломельный в первый буферный раствор, следя за тем, чтобы мениск жидкости находился над диафрагмой (керамическим фильтром).
4. Ручку аппарата «TEMP» устанавливают на величину, соответствующую температуре согласующих буферных растворов.
5. Проверяют, находится ли кнопка «STDBY/MEAS» в нажатом состоянии (положение STDBY) и нажимают кнопку «рН».
6. С помощью ручки «SET STD1» устанавливают на цифровом дисплее величину, соответствующую точному значению рН первого буферного раствора.
7. Затем отпускают кнопку «STDBY/MEAS» ее повторным нажатием (положение MEAS) и ручкой «STD1» вновь устанавливают цифровой дисплей на величину первого буферного раствора. Установку следует выполнять не немедленно, а после того, как показываемая дисплеем величина практически уже не меняется (примерно через 0,5 – 1 мин). Нажимают кнопку «STDBY/MEAS» (положение «STDBY»).
8. Извлекают электроды, промывают в дистиллированной воде и промокают мягкой фильтровальной бумагой.
9. Погружают электроды во второй буферный раствор, отпускают кнопку «STDBY/MEAS». С помощью ручки «STD2» устанавливают на цифровом дисплее значение, соответствующее величине рН второго согласующего буферного раствора. Соблюдают всю последовательность процедур как в п. 7. Нажимают кнопку «STDBY/MEAS» (положение STDBY). При этом на дисплее появляется величина рН первого согласующего буферного раствора. После повторного нажатия кнопки «STDBY/MEAS» проверяют согласование со вторым буферным раствором. При отклонении установленного значения доводят величину до необходимого значения второго буферного раствора. Затем Нажатием кнопки «STDBY/MEAS» переводят аппарат в положение «STDBY».
10. На этом согласование можно считать законченным, электроды извлекают, промывают в дистиллированной воде и промокают мягкой фильтровальной бумагой.

II. Проведение процедуры измерения pH исследуемых растворов.

1. После проведения согласования, описанного в части I, погружают электроды в исследуемый раствор, опускают кнопку «STDBY/MEAS» (положение «MEAS»). Выжидают, пока показываемая величина стабилизируется (30 – 60 сек) и лишь после этого записывают результат.

2. Нажимают кнопку «STDBY/MEAS» (положение «STDBY») – кнопка «утоплена», извлекают электроды из измеряемого раствора, ополаскивают в дистиллированной воде и высушивают фильтровальной бумагой.

3. За результат испытания принимают среднее арифметическое не менее двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,1 pH.

Г. СПРАВОЧНЫЕ ТАБЛИЦЫ

Таблица 1.

Физико-химические константы некоторых органических веществ

Вещество	ρ (г/см ³)	η (сП)	$T_{пл.}$ (°C)	$T_{кип.}$ (°C)	n_D
Глицерин	1,258	945,0	18,18	290,0	1,4735
Этиленгликоль	1,110	16,79	-12,6	197,85	1,4305
Бензол	0,874 ²⁰	0,600	5,533	80,103	1,5011 ²⁰
о-ксилол	0,880	0,756	-25,2	144,4	1,5055
п-ксилол	0,861	0,605	13,3	138,4	1,4958
м-ксилол	0,864	0,581	-48,0	139,1	1,4972
Гексан	0,655	-95,340	68,742	0,2923	1,3723
Гептан	0,679	0,3903	-90,601	98,427	1,3851
Декан	0,730 ²⁰	-26,673	174,123	0,8543	1,4097
Нонан	0,718 ²⁰	-53,535	150,798	0,6665	1,4054 ²⁰
Октан	0,702	-56,795	125,665	0,5136	1,3951
Пентан	0,626 ²⁰	-126,721	36,074	0,2152	1,3575 ²⁰
Хлорметан (хлористый метил)	0,992*	-	-	-23,7	-
Дихлорметан	1,33	0,390	-95,1	40,0	1,4242
Хлороформ	1,480	-63,55	61,15	0,542	1,4433
Четыреххлористый углерод	1,584	-22,87	76,75	0,969 ²⁰	1,4607 ²⁰
Малоновая кислота	-	-	135,6	-	-
Бензойная кислота	-	-	122,4	-	-
Нафталин	-	-	80,28	-	-

- Все характеристики относятся к 25⁰С, другие температуры (°С) указаны верхним индексом

* При температуре кипения

Таблица длин волн видимой области спектра и соответствующие им цвета растворов и светофильтров

Цвет раствора	Цвет светофильтра	Интервал длин волн, поглощаемый раствором, нм
желто – зеленый	фиолетовый	380 – 420
желтый	синий	420 – 440
оранжевый	голубой	440 – 470
пурпурный	голубовато-зеленый	470 – 500
фиолетовый	желто-зеленый	520 – 550
синий	желтый	550 – 580
голубой	оранжевый	580 – 620
голубовато-зеленый	красный	620 – 680
зеленый	пурпурный	680 – 780

Таблица 3.

Значения рН (рОН) показателей и концентраций ионов водорода и гидроксид-ионов

рН(ОН)	[H ⁺]; [OH ⁻]	рН(ОН)	[H ⁺]; [OH ⁻]	рН(ОН)	[H ⁺];[OH ⁻]
0	1,0	5,2	6,3 10 ⁻⁶	10,2	6,3 10 ⁻¹¹
0,2	6,3 10 ⁻¹	5,4	4,0 10 ⁻⁶	10,4	4,0 10 ⁻¹¹
0,4	4,0 10 ⁻¹	5,6	2,5 10 ⁻⁶	10,6	2,5 10 ⁻¹¹
0,6	2,5 10 ⁻¹	5,8	1,6 10 ⁻⁶	10,8	1,6 10 ⁻¹¹
0,8	1,6 10 ⁻¹	6,0	1,0 10 ⁻⁶	11,0	1,0 10 ⁻¹¹
1,0	1,0 10 ⁻¹	6,2	6,3 10 ⁻⁷	11,2	6,3 10 ⁻¹²
1,2	6,3 10 ⁻²	6,4	4,0 10 ⁻⁷	11,4	4,0 10 ⁻¹²
1,4	4,0 10 ⁻²	6,6	2,5 10 ⁻⁷	11,6	2,5 10 ⁻¹²
1,6	2,5 10 ⁻²	6,8	1,6 10 ⁻⁷	11,8	1,6 10 ⁻¹²
1,8	1,6 10 ⁻²	7,0	1,0 10 ⁻⁷	12,0	1,0 10 ⁻¹²
2,0	1,0 10 ⁻²	7,2	6,3 10 ⁻⁸	12,2	6,3 10 ⁻¹³
2,2	6,3 10 ⁻³	7,4	4,0 10 ⁻⁸	12,4	4,0 10 ⁻¹³
2,4	4,0 10 ⁻³	7,6	2,5 10 ⁻⁸	12,6	2,5 10 ⁻¹³
2,6	2,5 10 ⁻³	7,8	1,6 10 ⁻⁸	12,8	1,6 10 ⁻¹³
2,8	1,6 10 ⁻³	8,0	1,0 10 ⁻⁸	13,0	1,0 10 ⁻¹³
3,0	1,0 10 ⁻³	8,2	6,3 10 ⁻⁹	13,2	6,3 10 ⁻¹⁴
3,2	6,3 10 ⁻⁴	8,4	4,0 10 ⁻⁹	13,4	4,0 10 ⁻¹⁴
3,4	4,0 10 ⁻⁴	8,6	2,5 10 ⁻⁹	13,6	2,5 10 ⁻¹⁴
3,6	2,5 10 ⁻⁴	8,8	1,6 10 ⁻⁹	13,8	1,6 10 ⁻¹⁴
3,8	1,6 10 ⁻⁴	9,0	1,0 10 ⁻⁹	14,0	1,0 10 ⁻¹⁴
4,0	1,0 10 ⁻⁴	9,2	6,3 10 ⁻¹⁰		
4,2	6,3 10 ⁻⁵	9,4	4,0 10 ⁻¹⁰		
4,4	4,0 10 ⁻⁵	9,6	2,5 10 ⁻¹⁰		
4,6	2,5 10 ⁻⁵	9,8	1,6 10 ⁻¹⁰		
4,8	1,6 10 ⁻⁵	10,0	1,0 10 ⁻¹⁰		
5,0	1,0 10 ⁻⁵				

При 10⁰ С рН дистиллированной воды = 7,22; при 22⁰С – 7,00; при 30⁰С – 6,86.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. Кн. 1,2. – М.: Дрофа, 2003.
2. Дорохова Е.Н., Прохорова Г.В. Аналитическая химия (физико-химические методы анализа). – М.: ВШ., 1991.
3. Васильев В.П., Морозова Р.П., Кочергина Л.А. Аналитическая химия. Лабораторный практикум. – М., Дрофа: 2004.
4. Основы аналитической химии. Под ред. Золотова Ю.А. Кн. 1,2. – М.: ВШ., 2000.
5. Практикум по физико-химическим методам анализа. Под ред. Петрухина О.М. – М.: Химия, 1987.
6. Физико-химические методы анализа. Под ред. Алесковского В.Б. – М.: ВШ., 1980.
7. Отто М. Современные методы аналитической химии. – М.: Техносфера, 2006.
8. Родина Т.А., Митрофанова В.И. Методы химического анализа (избранные главы): Учеб. пособие. – Благовещенск: Изд-во Амурского гос.ун-та, 2005.
9. Кушниренко В.В. Физико-химические константы для определения качества товара. – Благовещенск: Изд-во Амурского гос.ун-та, 2001.
10. Петрище Ф.А. Теоретические основы товароведения и экспертизы непродовольственных товаров. – М.: Изд.-торговая корпорация «Дашков и К⁰», 2008.
11. Идентификация и фальсификация непродовольственных товаров. Под ред. Дзахмишевой И.Ш. – М.: Изд.-торговая корпорация «Дашков и К⁰», 2007.
12. Нифантьев Э.Е., Парамонова Н.Г. Основы прикладной химии. – М.: Владос, 2002.
13. Кунце У., Шведт Г. Основы качественного и количественного анализа. – М.: Мир, 1997.

14. Зимон А.Д., Лещенко Н.Ф. Коллоидная химия. – М.: Химия, 1995.
15. Киреев В.А. Краткий курс физической химии. – М.: Химия, 1978.
16. Балезин С.А. и др. Основы физической и коллоидной химии. – М., ВШ., 1987.
17. Балезин С.А. Практикум по физической и коллоидной химии. – М., Просвещение, 1980.
18. Кушниренко В.В. Физико-химические константы для определения качества товара. – Благовещенск: Изд-во Амурского гос.ун-та, 2001.
19. Луценко И.А. Методы определения показателей качества непродовольственных товаров. – Благовещенск: Изд-во Амурского гос. ун-та, 2003.
20. Шишкин И.Ф. Основы метрологии, стандартизации и контроля качества. – М.: Изд. Стандартов, 1988.
21. Криштафович В.И., Колобов С.В. Методы и техническое обеспечение контроля качества (продовольственные товары). – М.: Изд.-торговая корпорация «Дашков и К⁰», 2006.
22. Гордон А., Форд Р. Спутник химика. – М., Мир, 1976.
23. Рабинович В.А., Хавин З.Я. Краткий химический справочник. – Изд. «Химия», Ленинградское отделение, 1977.
24. Коростелев П.П. Лабораторная техника химического анализа. – М., Химия, 1981.
25. Захаров Л.Н. Техника безопасности в химических лабораториях: Справ. изд. – Л.: 1991.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие.....	3
Введение.....	5
Часть I. Физико-химические константы как показатели качества	
товаров.....	9
1. Плотность вещества.....	9
<i>Лабораторная работа № 1. Определение относительной</i>	
плотности жидких веществ	11
2. Вязкость вещества.....	16
<i>Лабораторная работа № 2. Определение вязкости при</i>	
помощи капиллярного вискозимера.....	20
3. Температура плавления.....	23
<i>Лабораторная работа № 3. Определение температуры</i>	
плавления.....	26
4. Температура кипения.....	33
<i>Лабораторная работа № 4. Определение температуры</i>	
кипения.....	33
Часть II. Классические органолептические, измерительные и анали-	
тические методы определения показателей качества товаров.....	37
<i>Лабораторная работа № 1. Определение качества бумаги</i>	
и картона	38
<i>Лабораторная работа № 2. Определение качества кожи</i>	
и стекла	47
<i>Лабораторная работа № 3. Определение показателей качества</i>	
моющих средств	57
<i>Лабораторная работа № 4. Средства бытовой химии:</i>	
чистящие и дезинфицирующие. Получение чистящей пасты	

«Хозяйственная» и определение ее качества	67
Контрольное практическое занятие № 1. Определение показателей	
качества товаров физико-химическими методами по методикам	
нормативных документов	73
Часть III. Инструментальные физико-химические методы опреде-	
ления качества товаров	76
1. Хроматографические методы анализа	76
<i>Лабораторная работа № 1. Разделение и обнаружение</i>	
катионов методом одномерной бумажной хроматографии	76
<i>Лабораторная работа № 2. Определение меди в растворе</i>	
сульфата меди методом колоночной ионообменной хромото-	
графии	81
2. Спектральные методы анализа	84
2.1 Фотоэлектроколориметрия	89
<i>Лабораторная работа № 3. Определение содержания железа</i>	
с сульфосалициловой кислотой	92
<i>Лабораторная работа № 4. Экстракционно-фотометрическое</i>	
определение анионных поверхностно-активных веществ (ПАВ)	97
<i>Лабораторная работа № 5. Определение нитритов с</i>	
реактивом Грисса	99
<i>Лабораторная работа № 6. Определение меди в виде</i>	
аммиаката	101
2.2 Рефрактометрия	104
<i>Лабораторная работа № 7. Определение показателя</i>	
преломления с помощью рефрактометра	107
3. Электрохимические методы анализа	111
Потенциометрия	115
<i>Лабораторная работа № 8. Определение водородного</i>	
показателя и степени гидролиза солей потенциометрическим	
методом	117

<i>Лабораторная работа № 9. Определение хлороводородной и борной кислот в их смеси методом потенциометрического титрования</i>	120
Контрольное практическое занятие № 2. Определение показателей качества инструментальными методами анализа по методикам государственных стандартов	121
Приложения	124
А. Основные правила безопасности и правила работы в физико-химической лаборатории	124
Б. Инструкция подготовки фотометра КФК-3-01 к работе и порядок работы	131
В. Инструкция подготовки прибора для измерения рН типа ОР-211/2 к работе и порядок работы	133
Г. Справочные таблицы	134
Библиографический список	137

Митрофанова Валентина Ивановна,
доцент кафедры химии и естествознания АмГУ,
канд. хим. наук

Методы анализа и контроля качества товаров. Учебное пособие.

Формат 60x84/16. Усл. печ. л. 8,37. Заказ 266.