

Тема 1. Організація аналітичного контролю на виробництві

Інформація про склад і будову промислової сировини та речовини, що служать виробничими компонентами, є необхідною умовою успішного управління технологічним процесом, забезпечення належної якості готової продукції. На виробництві для вирішення цих питань створюється аналітична служба (АС). АС можна визначити як складну інформаційно-вимірювальну систему, мета діяльності якої - отримання даних про хімічний склад, хімічну будову речовин, що застосовуються у технологічних процесах, а також раціональне використання природних ресурсів, охорона навколишнього середовища і т.п.

Діяльність АС має відповідати таким вимогам:

1. Повнота даних аналізу, тобто виконання аналізу усіх речовин, на всі компоненти і в усіх інтервалах їх вмісту.
2. Оперативність аналізу: дані аналізів повинні бути отримані упродовж такого часу, котрий відповідає об'єктивним умовам даного технологічного процесу.

Питання колоквиуму з теми "Шкідливі речовини та їх утилізація".

1. Лабораторний контроль і його значення у виробничому процесі.
2. Класифікація методів технічного аналізу.
3. Державні стандарти і стандартні зразки.
4. Характеристика АС.
 - 4.1. Вимоги до АС.
 - 4.2. Структура і кордони АС.
 - 4.3. Ефективність діяльності АС.
5. Реалізація АС у практиці.
6. Аналіз отриманих результатів. Висновки про склад речовин та середовищ, які аналізуються.
7. Забезпечення точності результатів аналізу.
8. Головні похибки результатів аналізу та їх причини.

Тема 2. Пробовідбір та пробопідготовка. Розрахунки в технічному аналізі

Середня проба - це невелика, взята з загальної маси кількість речовини, склад якої ідентичний загальному складу всього досліджуваного продукту. Технічні продукти, як правило, не бувають однорідними. Тому відбір середньої проби та вірна її підготовка мають виключно важливе значення. Аналіз невірно взятої середньої проби дає невірну уяву про склад та властивості досліджуваного продукту.

Засоби відбору проби залежать від агрегатного стану та ступеня однорідності речовини. Чим однорідніша речовина, тим легше взяти її середню пробу. Найпростіше відбираються проби газів та змішуваних рідин і найважче - проби крупнозернистих та крупнокускових твердих матеріалів.

На підприємствах підготовку до відбору середніх проб і сам відбір здійснює відділ технічного контролю. Підготовлену для аналізу пробу готової продукції ділять на дві частини: одну відправляють на аналіз до лабораторії, а другу зберігають упродовж встановленого часу (приміром, 3-6 місяців) на випадок арбітражної перевірки. Методи відбору проб конкретних продуктів і матеріалів, як правило, описують у стандартних та технічних умовах.

Питання колоквіуму з теми "Пробовідбір та пробопідготовка. Розрахунки в технічному аналізі".

1. Планування аналізу.
2. Схема відбору проби, взяття наважки. Методи відбору проби рідин, газів, металів та сплавів, руд та мінералів.
3. Види вологи в пробах та її урахування.
4. Руйнація проби. Мокрий та сухий засоби руйнації проби. Розчинення проби. Термічна руйнація проби.
5. Методи розділення компонентів проби: осадження, розділення при контрольованій кислотності, розділення розчинами сильних кислот і лугів, осадження оксидів із буферних розчинів.
6. Розділення компонентів проби сульфідами та іншими неорганічними осаджувачами.

7. Використання органічних осаджувачів, розділення методом електроосадження.
8. Методи маскування заважаючих компонентів проби.
9. Розрахунки у ваговому аналізі: осаджувана та вагова форми, гравімертичний фактор перерахунку.
10. Розрахунки результатів аналізу на суху речовину.
11. Розрахунки в об'ємному аналізі. Види концентрації розчинів. Поправочний коефіцієнт.
12. Розрахунки при прямому титруванні, титруванні по заміщенню і зворотному титруванню за залишком.
13. Розрахунки титру речовини.

Тема 3. Аналіз природних та промислових вод

Вода є добрим розчинником для багатьох речовин. Тому природні, технічні та промислові води мають різноманітні домішки, від концентрації та природи котрих залежить їх використання у промисловості або побутових цілях. За вмістом розчинених речовин природні води можна розділити на 6-7 груп, де крайніми будуть ультрапрісні води з вмістом до 0,2 г/л розчинених речовин та розсоли з вмістом розчинених речовин більш як 50г на 1л води. Вміст технічних і промислових вод цілком залежить від технологічного циклу, де ці води використовуються, а також від життєдіяльності людей.

Під час загального аналізу води визначають окремі її фізичні характеристики, наприклад температуру, запах, смак, колір, прозорість, питому вагу та ін. та її хімічний склад, зокрема вміст таких компонентів, як - рН, O_2 , CO_2 , H_2S , Fe^{2+} , Fe^{3+} , NH_4^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ , Na^+ , HCO_3^- , CO_3^{2-} , NO_2^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , Cl^- , H_2SiO_3 , окислюваність та сухий залишок і інші показники.

Лабораторна робота 1

Визначення фізичних властивостей і хімічного складу води

1.1 Визначення прозорості води

Орієнтовно прозорість води визначають за допомогою градуувального циліндра у добре освітленій лабораторії на відстані 1 м від вікна, але не на прямому світлі. Циліндр з водою ставлять на папір з будь-яким шрифтом і, доливаючи або відливаючи воду, знаходять максимальну висоту стовпа води, через товщу якого ще можна прочитати текст.

Прозорість води - це умовна висота її стовпа у градуувальному циліндрі з точністю до 0,5 см.

1.2 Визначення кольоровості води

Кольоровість води визначають тільки для прозорої води. Якщо вода каламутна, її фільтрують.

Кількісно кольоровість води встановлюють шляхом порівняння кольоровості її двадцятисантиметрового стовпа, налитого у циліндр ємкістю 100,0 мл, із кольоровістю відповідного стандартного платино-кобальтового розчину, вміщеного у такий же циліндр.

Для приготування стандартного розчину розчиняють 1,243 г K_2PtCl_6 і 1,01 г $CoCl_2 \times 6H_2O$ в 100,0 мл $HCl_{конц.}$ і доливають водою до 1000,0 мл. Розчин потрібно зберігати у темряві; ним можна скористатися впродовж одного року.

У табл. 1 наведено шкалу кольоровості стандартного розчину різної концентрації.

У першому рядку зазначено об'єм (мл) стандартного розчину, який розбавляється водою до 100,0 мл. У другому - кількість градусів кольоровості, які відповідають об'єму стандартного розчину.

Таблиця 1 Шкала кольоровості стандартного розчину

Об'єм стандартного розчину, мл	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	14	16	18	20
Кольоровість води, град.	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	60	70	80	90	100

Таблиця 2 Шкала кольоровості води за двома розчинами

Розчин 1, мл	1	2	3	4	5	6	8	10	12	14	16	18	20
Розчин 2, мл	99	98	97	96	95	94	92	90	88	86	84	82	80
Розчин 3, мл	5	10	15	20	25	30	40	50	60	70	80	90	100

При відсутності хлорплатинату калію шкалу, котра імітує кольоровість води, готують із більш доступного біхромату: розчин 1 – 0,0875 г $K_2Cr_2O_7$ і 2,0 г $CoSO_4 \times 7H_2O$ розчиняють у 1000,0 мл дистильованої води, підкисленої 1 мл $H_2SO_{4конц.}$; розчин 2 – до 1000,0 мл дистильованої води додають 1 мл $H_2SO_{4конц.}$

Змішуючи 1- і 2-й розчини у співвідношеннях, указаних у табл.2, отримують шкалу кольоровості води, яку потрібно зберігати у темряві впродовж 2- 3 місяців.

1.3 Визначення загальної жорсткості води

Жорсткість води визначається вмістом солей кальцію і магнію. Розрізняють карбонатну, некарбонатну та загальну жорсткість води.

Карбонатна жорсткість (G_k) обумовлена вмістом гідрокарбонатів Ca^{2+} і Mg^{2+} . Некарбонатна жорсткість води (G_n) - вмістом інших солей Ca^{2+} і Mg^{2+} (хлоридів, сульфатів, нітратів тощо). Загальна жорсткість води (G_o) - це загальний вміст солей, тобто $G_o = G_k + G_n$.

Жорсткість води вимірюється загальним числом міліграм-еквівалентів Ca^{2+} і Mg^{2+} на 1000,0 мл води.

Загальну жорсткість води визначають об'ємним комплексометричним методом: до 100,0 мл води, що підлягає аналізу, додають 10,0 мл аміачного буфера до рН=10, декілька кристалів металіндикатора еріохромчорний Т і титрують

трилоном Б до переходу забарвлення від червоного до синього. Загальну жорсткість розраховують за формулою

$$G_o = \frac{N_{mp} \times V_{mp} \times 1000}{100} \text{ I} \frac{(Mg - экв)}{литр} \div$$

1.4 Визначення окисності води

Окисність води характеризується кількістю грамів кисню, котра необхідна для окислення органічних речовин, що містяться у 100,0 л води. Окислення проводять у сильнокислому середовищі за допомогою розчинів $KMnO_4$ або $K_2Cr_2O_7$.

Хід визначення.

У конічну колбу на 250,0 мл наливають 100,0 мл досліджуваної води, додають 5 мл H_2SO_4 (1:3) і фіксований об'єм 0,01н розчину $KMnO_4$. Суміш доводять до кипіння і кип'ятять упродовж 10 хв. Якщо розчин знебарвлюється, що свідчить про недостатню кількість окислювача, у цьому разі відбирають ще одну пробу води і аналіз повторюють, додаючи більший об'єм розчину $KMnO_4$. Після кип'ятіння впродовж 10 хв. до розчину доливають 10,0 мл 0,01н розчину щавлевої кислоти, а її надлишок титрують 0,01н розчином $KMnO_4$. Окисність води розраховують за формулою

$$X = \frac{[(V_1 + V_2) \times N_{KMnO_4} - V_3 \times N_{H_2C_2O_4}] \times E_{O_2} \times 100 \times 1000}{1000 \times 100} =$$

$$= \left[(V_1 + V_2) \times N_{KMnO_4} - V_3 \times N_{H_2C_2O_4} \right] \times E_{O_2} \text{ (на 100 л води), де}$$

V_1 - об'єм розчину $KMnO_4$, доданий до кипіння, мл;

V_2 - об'єм розчину $KMnO_4$, який відповідає надлишку щавлевої кислоти, мл;

N - нормальність $KMnO_4$;

V_3 - об'єм щавлевої кислоти, мл;

E_{O_2} - грам-еквівалент O_2 .

1.5 Вміст неорганічних солей у воді студенти визначають вибірково за вказівкою викладача з використанням загальновідомих методів кількісного аналізу.

Питання колоквіуму з теми "Аналіз природних та промислових вод"

1. Класифікація природних вод за вмістом розчинених речовин.
2. Способи відбору проби води.
3. Визначення фізичних та хімічних властивостей води.
4. Хімічний аналіз природних вод.
5. Визначення загальної жорсткості, окисності води та вмісту кисню, розчиненого у воді.
6. Кількісне визначення вмісту неорганічних та органічних речовин у промислових водах. Екологічний фактор.
7. Показники контролю якості води та вимоги щодо якості питної води.

Тема 4. Аналіз ґрунту

Загальний аналіз ґрунту включає отримання його водної витяжки, визначення лужності, вмісту калію та натрію.

Лабораторна робота 2

Аналіз ґрунту

2.1. Приготування водної витяжки

Наважують 50,0 г висушеного при 105°C ґрунту, переносять наважку у конічну колбу на 500,0 мл, додають 250,0 мл прокип'яченої впродовж 30 хв. дистильованої води, закривають колбу гумовою пробкою. Суміш збовтують протягом 5 хв. Отриману суспензію з якомога більшою кількістю ґрунту виливають на фільтр. Першу порцію фільтрату (близько 20,0 мл) відкидають. Якщо ця порція фільтрату непрозора, її збирають у конічну колбу і ще раз фільтрують.

2.2. Визначення лужності від розчинних карбонатів та загальної лужності

До 25,0 мл водної витяжки ґрунту додають дві краплини фенолфталеїну і, якщо розчин набув рожевого кольору, титрують його 0,01н розчином НСІ до знебарвлення. Вміст розчинних карбонатів розраховують у мг-еквівалентах на 100,0 г ґрунту. Потім для визначення загальної лужності до того ж розчину додають дві краплини метилового оранжевого і титрують тим же розчином до переходу забарвлення у рожеве. Загальну лужність виражають також у мг-еквівалентах на 100,0 г ґрунту

2.3. Визначення вмісту K^+ , Na^+ у ґрунті

Вміст K^+ і Na^+ визначають методом фотометрії полум'я. Для цього будують градувальний графік у діапазоні від 5,0 до 100,0 мг/мл K^+ , Na^+ . Визначення вмісту K^+ проводять безпосередньо із водної витяжки. При визначенні наявності Na^+ , вміст якого у ґрунтах значно вищий ніж K^+ , порцію водної витяжки розбавляють у 5-20 разів у залежності від кількості Na^+ .

Деяким студентам викладач може запропонувати провести визначення вмісту K^+ , Na^+ методом іонометрії, тобто за допомогою високочутливих та селективних електродів, оборотних до кожного з цих іонів

Питання колоквіуму з теми "Аналіз ґрунту"

1. Формування ґрунтів у земній корі та їх класифікація.
2. Загальна характеристика хімічного та гранулометричного складу ґрунтів.
3. Органічні та неорганічні компоненти ґрунтів.
4. Ґрунт як сорбент та іонообмінник.
5. Методи визначення деяких компонентів, що характеризують біологічну якість ґрунту.
6. Загальний хімічний аналіз ґрунту.

Тема 5. Аналіз нерудних копалин

До нерудних копалин належать силікати, карбонатні породи (вапняки, доломіти), сірка, фосфати, сульфати, фтор і фториди, бор і борати та інші природні солі.