

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Кузбасский государственный технический университет
имени Т. Ф. Горбачева»

Кафедра химии, технологии неорганических веществ
и наноматериалов

Составители
Ю. Р. Гиниятуллина, Н. А. Золотухина

**Основы качественного и количественного анализа
природных и промышленных материалов**

**Методические указания к практическим работам
для студентов специальности СПО
18.02.12 Технология аналитического контроля
химических соединений**

Рекомендовано цикловой методической комиссией
технологии аналитического контроля химических соединений
в качестве электронного издания для использования
в образовательном процессе

Кемерово 2026

Рецензент:

Ченская В. В. – кандидат химических наук, заведующий кафедрой химии, технологии неорганических веществ и наноматериалов

Гиниятуллина Юлия Радиковна

Золотухина Наталья Анатольевна

Основы качественного и количественного анализа природных и промышленных материалов : методические указания к практическим работам для студентов специальности СПО 18.02.12 Технология аналитического контроля химических соединений, очной формы обучения / Кузбасский государственный технический университет имени Т. Ф. Горбачева, Кафедра химии, технологии неорганических веществ и наноматериалов ; соавторы Ю. Р. Гиниятуллина, Н. А. Золотухина. – Кемерово : КузГТУ, 2026. – 1 файл (814 Кб). – Текст : электронный.

Приведено содержание практических работ, материал, необходимый для успешного изучения дисциплины.

Назначение издания – помощь обучающимся в получении знаний по дисциплине «Основы качественного и количественного анализа природных и промышленных материалов» и организация практических работ.

© Кузбасский государственный
технический университет име-
ни Т. Ф. Горбачева, 2026

© Гиниятуллина Ю. Р.,
Золотухина Н. А., составление,
2026

СОДЕРЖАНИЕ

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА	4
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 1	
Тема: Работа с ГОСТ 10742-71 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний	5
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 2	
Тема: Работа с ГОСТ 2517-85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб	12
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 3	
Тема: Работа с ГОСТ 31942-2012 Вода. Отбор проб для микробиологического анализа	18
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 4	
Тема: Работа с ГОСТ 7565.81 Чугун, сталь и сплавы. Методы отбора проб	24
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 5	
Тема: Работа с ГОСТ Р ИСО 16017-1-2007 Воздух атмосферный, рабочей зоны и замкнутых помещений	36
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 6	
Тема: Работа с ГОСТ 24018.8-91 Сплавы жаропрочные на никелевой основе. Методы определения серы	48
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 7	
Тема: Решение расчетных задач по теме «Расчеты и обработка результатов анализа»	55
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 8	
Тема: Решение расчетных задач по теме «Технический анализ вод»	56
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 9	
Тема: Решение расчетных задач по теме «Анализ газов»	56
ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ 10	
Тема: Решение расчетных задач на тему «Анализ металлов и сплавов»	57
СПИСОК ИСТОЧНИКОВ	58

Пояснительная записка

Указания разработаны в соответствии с требованиями федерального государственного образовательного стандарта среднего профессионального образования и рабочей программы по дисциплине «Основы качественного и количественного анализа природных и промышленных материалов».

Методические указания разработаны для помощи при выполнении практических работ, для студентов специальности 18.02.12 Технология аналитического контроля химических соединений, института профессионального образования Кузбасского государственного технического университета имени Т.Ф. Горбачёва.

Практическое занятие должно проводиться в учебных кабинетах. Необходимыми структурными элементами практического занятия являются инструктаж, проводимый преподавателем, а также анализ и оценка выполненных работ и степени овладения студентами запланированными умениями.

В процессе практических занятий обобщаются, систематизируются, углубляются и конкретизируются теоретические знания, вырабатывается способность и готовность использовать теоретические знания при решении задач. Практическая работа должна быть оформлена в отдельной тетради.

Структура проведения практического занятия:

Вводная часть.

- организационный момент;
- сообщение темы, постановка целей;
- повторение теоретических знаний, необходимых для работы;
- выдача задания;

Заключительная часть:

- подведение итогов занятия: анализ хода выполнения и результатов работы обучающихся (студентов).

Общий подход к оценке практической работы: работа должна быть выполнена аккуратно, в задачах прописано условие, решения должны быть полными и последовательными, в том числе в общем виде.

В методических указаниях приведены номера задач, рекомендованные для аудиторного (ориентировочно) выполнения.

Практическое занятие 1

Тема: Работа с ГОСТ 10742-71 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

Цель: Изучить требования нормативных документов к методам отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний углей бурых, каменных, антрацита, горючих сланцев и угольных брикетов.

В соответствии с ГОСТ 10742-71 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний:

Партия – количество топлива, произведенное и отгруженное потребителем за определенный промежуток времени (сутки, смену и т. д.), среднее качество которого характеризуется одной объединенной пробой.

Объединенная проба – проба, состоящая из требуемого количества точечных проб, отобранных непосредственно от партии топлива и характеризующая его среднее качество.

Точечная проба – количество топлива, отобранное из одного места однократным движением устройства для отбора проб.

Лабораторная проба – проба, полученная в результате обработки объединенной пробы до крупности 0-3 (0-10) мм и предназначенная для лабораторных испытаний и для подготовки аналитических проб.

Аналитическая проба – проба, полученная в результате обработки объединенной или лабораторной пробы и предназначенная для проведения анализов.

Отбор объединенных проб производят от каждой партии топлива. При регулярных поставках допускается по согласованию сторон периодическое опробование партий топлива. При периодическом опробовании отбор проб производят не от всего количества топлива, отправляемого потребителю, а от части партии вагонов, входящих в поставку за определенный период времени (декаду, месяц, квартал, год). Периодическое опробование производится предприятием-грузоотправителем или на пунктах контроля качества только при регулярных поставках топлива одному и тому же потре-

бителю при согласии заинтересованных сторон. Периодическое опробование устанавливают отдельно для каждого вида продукции, отгружаемого предприятием. Исходными данными для расчета (доли) продукции, подлежащей опробованию, являются данные о массе и зольности топлива каждой отгруженной партии не менее чем за два предшествующих месяца; количество единиц продукции (партий, вагонов и т. д.) за месяц согласно плану поставки; допустимая погрешность опробования за период поставки.

Отбор проб производят от потока топлива в местах его перепада или с поверхности транспортирующего устройства; от неподвижного слоя топлива, погруженного в транспортные средства.

Отбор проб должен производиться механизированным способом с применением пробоотборников, соответствующих требованиям ГОСТ 10742-71. Если невозможен механизированный отбор, допускается отбор проб вручную.

Точечные пробы, отбираемые в объединенную пробу, должны быть равномерно распределены по всему объему партии топлива. Количество точечных проб (n), отбираемых в объединенную пробу от партии каменных углей и антрацитов массой до 1000 т или партии бурых углей, горючих сланцев и брикетов массой до 2500 т для определения зольности, массовой доли общей влаги и низшей теплоты сгорания приведено в таблице 1.

Таблица 1

Вид топлива	Количество точечных проб n , не менее
Топливо обогащенное и брикеты	16
Топливо необогащенное	32

Обогащенным топливом считают концентрат (рассортированный и нерассортированный), вырабатываемый на обогатительных фабриках и установках. Другие виды топливной продукции считают необогащенным топливом.

От партии топлива массой до 500 т в объединенную пробу отбирают 16 точечных проб независимо от вида топлива. От партии топлива, состоящего из одного железнодорожного вагона, в объединенную пробу отбирают 8 точечных проб, независимо от вида топлива.

Проверка погрешности опробования и необходимого количества точечных проб производится по ГОСТ 27379 (СТ СЭВ 4384-83) Топливо твердое. Методы определения погрешности отбора и подготовки проб.

Масса точечных проб, отбираемых в объединенную пробу, должна быть не менее

$$m = 0,06D,$$

где m – минимальная масса точечной пробы, кг; D – размер максимальных кусков, мм

За размер максимальных кусков рядового топлива условно принимают размер отверстия сита, на котором при просеивании по ГОСТ 2093 надрешетный продукт составляет не более 5%. За размер максимальных кусков сортового топлива принимают верхний предел крупности данного сорта. Масса точечных проб брикетов должна быть не менее 3 кг.

Оборудование для отбора и подготовки проб

Оборудование для отбора проб должно удовлетворять следующим требованиям: ширина раскрытия отбирающего устройства пробоотборника должна превышать размер максимальных кусков опробуемого топлива не менее чем в 2,5 раза при отборе проб на перепадах потока, не менее чем в 2 раза при отборе проб с конвейерных лент и не менее чем в 1,5 раза – при отборе проб из транспортных средств. Во всех случаях ширина раскрытия должна быть не менее 50 мм; вместимость ковшовых отбирающих устройств должна быть такой, чтобы при отборе точечных проб исключалось их переполнение; отбирающее устройство должно полностью освобождаться от материала пробы после окончания отбора; отбирающие устройства для отбора проб из потока должны за одно или несколько пересечений отбирать в пробу точечные пробы по всему поперечному сечению; буровой пробоотборник для отбора проб из погруженного в транспортные сосуды топлива должен отбирать точечные пробы на глубину не менее высоты погруженного топлива, а грейферный – не менее 0,4 м от поверхности погруженного слоя.

Новые типы пробоотборников перед внедрением должны испытываться с целью определения представительности отбираемых ими проб.

Оборудование для обработки проб

Машины для обработки объединенных проб, обеспечивающие приготовление не менее двух лабораторных проб; машины для обработки объединенных проб, обеспечивающие одновременное приготовление одной лабораторной и не менее двух аналитических проб; машины для обработки лабораторных проб, обеспечивающие приготовление не менее двух аналитических проб; дробилки для дробления объединенных проб; мельницы для измельчения лабораторных проб; делители и сократители для сокращения первоначальной массы проб и деления сокращенной части пробы на требуемое количество экземпляров; механические устройства и набор сит для отсева проб; противни для подсушивания, сокращения и деления проб; шкафы сушильные с терморегулятором, обеспечивающие устойчивую температуру нагрева в пределах 35–55 °С и 105–135 °С; весы технические.

Оборудование для обработки проб должно удовлетворять следующим требованиям: дробилки и мельницы должны обеспечивать заданную крупность дробления и измельчения; сократители должны сокращать массу пробы в заданном соотношении, не нарушая ее представительности; делители должны обеспечивать деление проб на требуемое количество экземпляров. При этом масса отдельных экземпляров разделенной пробы не должна отличаться от среднего значения более чем на $\pm 10\%$, а разница в зольности, теплоте сгорания и в массовой доле влаги не должна превышать допустимых расхождений между анализами дубликатов лабораторной пробы.

Контрольные испытания машин для подготовки проб, дробилок и мельниц должны производиться не реже одного раза в месяц путем отсева измельченного ими топлива. При установленном верхнем пределе крупности измельченного материала, равном 1 мм и более, остаток надрешетного продукта на сите с квадратными отверстиями размером, равным установленному пределу крупности, не должен превышать 3% массы, взятой для отсева. При установленном верхнем пределе крупности измельченного материала, равном 0,2 мм, остаток надрешетного продукта на сите с квадратными отверстиями, размером, равным 0,2×0,2 мм, не должен превышать 1% массы, взятой для отсева. Остаток крупностью более 0,2 мм доизмельчается вручную и добавляется в измельченную пробу.

Отбор проб

Из потока пробы отбирают при погрузке или разгрузке вагонов, судов, автомашин и других транспортных средств, а также при транспортировании топлива конвейерами непосредственно потребителям. Точечные пробы объединенной пробы отбирают через равные интервалы времени.

Отбор проб топлива, транспортируемого ковшовым конвейером (элеватором), производится из потока после выгрузки ковшей. При этом топливо в одном ковше считается точечной пробой. Если масса точечной пробы больше минимальной, допускается ее сокращение.

Отбор проб с поверхности остановленного конвейера производится главным образом для проверки всех способов отбора проб. Точечные пробы отбирают с помощью приспособления (рамы), погружаемого в массу топлива до транспортирующей поверхности, перпендикулярно направлению движения потока. В точечную пробу включают все топливо, попавшее внутрь приспособления, и отдельные крупные куски, попавшие под правую сторону приспособления (по направлению движения потока). Рама должна представлять собой две параллельные, вертикально расположенные стенки, отстоящие одна от другой на расстоянии, равном не менее двум размерам максимального куска, и жестко соединенные между собой. Рама должна устанавливаться в строго определенном месте конвейера.

От топлива, погруженного в железнодорожные вагоны, вагонетки, автомашины, пробы отбирают в тех случаях, когда невозможно осуществить отбор проб из потока. Отбор точечных проб производится из определенных точек, равномерно расположенных на поверхности вагонов, вагонеток, автомашин. Отбор точечных проб вручную производят со дна лунок, выкопанных на глубину не менее 0,4 м от поверхности погруженного топлива, а для брикетов не менее 0,2 м. При крупности топлива не более 25 мм отбор точечных проб допускается производить зондированием. Топливо берут без выбора, включая в точечную пробу уголь, сростки, породу. При отборе проб вручную от топлива крупностью до 100 мм топливо отбирают в один прием, а от топлива крупностью более 100 мм допускается производить набор точечных проб в 2-3 приема, обеспечив при этом требуемую массу точечной пробы. Для отбора проб из

железнодорожных вагонов, автомашин и автоприцепов допускается применять промышленные грейферные установки, при этом ширина раскрытия челюстей грейферов должна быть не менее половины ширины вагона, а ширина челюстей – не менее чем в 2,5 раза больше размера максимальных кусков опробуемого топлива. При отборе проб грейферными установками из каждого вагона отбирают точечную пробу – грейфер.

Отбор проб из судов и барж производится с помощью грейферных установок только в тех случаях, когда невозможно применить отбор проб из потока или из вагонов и вагонеток.

При транспортировании судном топлива одного типа (марки) или класса крупности от всего загруженного топлива отбирают одну объединенную пробу. Количество точечных проб, отбираемых от топлива, находящегося в каждом трюме, должно быть пропорционально количеству топлива, погруженного в соответствующий трюм. При транспортировании судном топлива различных типов (марок) или классов крупности топливо, находящееся в каждом трюме, считают отдельной партией, от которой отбирается объединенная проба.

Отбор проб непосредственно из барж допускается только в тех случаях, когда нет возможности произвести отбор проб из потока или с помощью грейфера.

Обработка проб

Объединенные пробы обрабатывают по мере отбора отдельных точечных проб либо после окончания отбора всех точечных проб, составляющих объединенную пробу. При этом должны соблюдаться меры, предотвращающие потери материала пробы и влаги, ее загрязнение, а также нарушение представительности проб.

Обработка проб включает в себя последовательные операции дробления, сокращения, измельчения и деления пробы с целью ее подготовки до состояния, пригодного для выполнения соответствующего исследования.

При обработке проб брикетов для общего анализа используют остатки проб брикетов после их испытания на механическую прочность и те брикеты из объединенной пробы, которые не подвергались испытанию.

Операции обработки проб производят механизированным способом с применением машин и механизмов. При необходимости

допускается производить обработку проб вручную (флотационный концентрат, шлам и др.).

Упаковка и маркировка проб

Лабораторные и аналитические пробы помещают в банки, предварительно взвешенные вместе с крышками, материалом для опечатывания и двумя этикетками, и снова взвешивают. Взвешивание производят с погрешностью не более 1 г. Банки с пробами снабжают этикетками, на которых указывают: номер пробы; дату отбора и обработки пробы; наименование пробы (товарная, контрольная, исследовательская и т.д.); массу тары и массу брутто лабораторной или аналитической пробы; наименование предприятия; вид продукции; марку и сорт топлива; массу партии топлива, от которой отобрана проба; подпись лица, ответственного за отбор и обработку пробы. Одну этикетку вкладывают в банку с пробой, а вторую прикрепляют на ее наружной поверхности, после чего банку плотно закрывают и опечатывают, если пробы не подвергают немедленному анализу.

Контрольные вопросы:

1. Дайте определение партии, объединенной пробы, точечной пробы.
2. Дайте определение лабораторной пробы, аналитической пробы?
3. Как производят отбор точечных проб?
4. Каким требованиям должно удовлетворять оборудование для обработки проб?
5. Перечислите оборудование для обработки проб.
6. Каким требованиям должно удовлетворять оборудование для отбора проб?
7. Как осуществляют отбор объединенных проб?
8. Перечислите стадии обработки пробы.
9. Как осуществляют упаковку и маркировку проб?
10. Как определяют количество точечных проб?

Практическое занятие 2

Тема: Работа с ГОСТ 2517-85 Нефть и нефтепродукты.

Методы отбора проб

Цель: Изучить требования нормативных документов к методам отбора проб нефти и нефтепродуктов.

В соответствии с ГОСТ 2517-85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб:

Перед отбором пробы из резервуара нефть и нефтепродукты отстаивают не менее 2 ч и удаляют отстой воды и загрязнений. Для проверки удаления воды и загрязнений по требованию представителя заказчика пробу отбирают из сифонного крана, установленного в нижнее положение.

Пробу из резервуара с нефтепродуктом, находящимся под давлением свыше 1,96 кПа (200 мм вод. ст.), отбирают без разгерметизации резервуара.

Пробу нефти или нефтепродукта из резервуара с понтоном или плавающей крышей отбирают из перфорированной колонны.

Отбор проб из вертикальных резервуаров

Для отбора объединенной пробы нефти и нефтепродуктов в один прием применяют стационарные пробоотборники по ГОСТ 13196 или с перфорированной заборной трубкой.

Точечные пробы нефти или нефтепродукта из вертикального цилиндрического или прямоугольного резервуара отбирают стационарным или переносным пробоотборником с трех уровней: верхнего – на 250 мм ниже поверхности нефти или нефтепродукта; среднего – с середины высоты столба нефти или нефтепродукта; нижнего: для нефти – нижний срез приемораздаточного патрубка (хлопушки) по внутреннему диаметру, для нефтепродукта – на 250 мм выше днища резервуара.

Объединенную пробу нефти или нефтепродукта составляют смешением точечных проб верхнего, среднего и нижнего уровней в соотношении 1:3:1.

Отбор проб из горизонтальных резервуаров

Точечные пробы нефти или нефтепродукта из горизонтального цилиндрического резервуара диаметром более 2500 мм отбирают переносным пробоотборником с трех уровней: верхнего – на 200 мм ниже поверхности нефти или нефтепродукта; среднего – с середины

высоты столба нефти или нефтепродукта; нижнего – на 250 мм выше нижней внутренней образующей резервуара. Объединенную пробу составляют смешением точечных проб верхнего, среднего и нижнего уровней в соотношении 1:6:1.

Отбор проб из резервуаров траншейного типа

Точечные пробы нефтепродукта из резервуара траншейного типа отбирают переносным пробоотборником с верхнего, среднего и нижнего уровней, соответствующих 0,93; 0,64; 0,21 объема нефтепродукта (отсчет снизу). Объединенную пробу составляют смешением точечных проб верхнего, среднего и нижнего уровней в соотношении 1:3:3.

Точечные пробы из резервуара, заполненного нефтепродуктами с различной плотностью (расхождения более 2 кг/м^3), отбирают с семи уровней, соответствующих 0,93; 0,78; 0,64; 0,50; 0,36; 0,21; 0,07 объема нефтепродукта (отсчет снизу). Объединенную пробу составляют смешением одинаковых по объему точечных проб.

Отбор проб из резиноканевых резервуаров

Точечную пробу нефтепродукта из резиноканевого резервуара отбирают металлической или стеклянной трубкой или дюритовым шлангом с уровня, расположенного на высоте 50–60 мм от нижнего полотнища резервуара.

Отбор проб из подземных хранилищ шахтного типа, сооружаемых в горных породах с положительной и отрицательной температурой

Отбор точечных проб нефти или нефтепродукта из подземных хранилищ шахтного типа осуществляют через вертикальный ствол. Объединенную пробу из подземного хранилища, имеющего несколько вертикальных стволов, составляют смешением одинаковых по объему объединенных проб каждого ствола.

Отбор проб из наливных судов

Точечные пробы из танка наливного судна с высотой уровня нефти или нефтепродукта более 3000 мм отбирают переносным пробоотборником с трех уровней: верхнего – на 250 мм ниже поверхности нефти или нефтепродукта; среднего – с середины высоты столба нефти или нефтепродукта; нижнего – на 250 мм выше днища танка. Объединенную пробу составляют смешением точечных проб верхнего, среднего и нижнего уровней в соотношении 1:3:1.

Если судно загружается последовательно по одному трубопроводу нефтью различных видов или нефтепродуктами различных марок, дополнительно отбирают в пунктах налива точечные пробы и составляют отдельно объединенную пробу для танка, с которого начинается налив нефти каждого вида или нефтепродукта каждой марки.

Объединенную пробу остатка нефти или нефтепродукта для судна или группы танков составляют из точечных проб, отобранных с середины высоты остатка от 25% всех танков, смешением пропорционально объему нефти или нефтепродукта в каждом из этих танков. При загрузке судна нефтью или нефтепродуктом, предназначенными для экспорта или представителя заказчика, объединенную пробу остатка для судна или группы танков составляют из точечных проб, отобранных из каждого танка, смешением пропорционально объему нефти или нефтепродукта в каждом танке.

Отбор проб из железнодорожных и автомобильных цистерн и вагонов для нефтебитума.

Точечную пробу из железнодорожной или автомобильной цистерны отбирают переносным пробоотборником с уровня, расположенного на высоте 0,33 диаметра цистерны от нижней внутренней образующей. Донную пробу нефтепродукта или нефти отбирают переносным металлическим пробоотборником.

Из вагона для нефтебитума отбирают одну точечную пробу с поверхности битума любого бункера. Объединенную пробу для нескольких вагонов составляют смешением одинаковых по объему точечных проб из каждого вагона.

Порядок отбора проб нефти или нефтепродукта из резервуаров, подземных хранилищ, транспортных средств стационарным и переносным пробоотборниками

Перед отбором пробы из пробоотборной системы стационарного пробоотборника сливают в другой сосуд жидкость, которая не должна входить в пробу. Объем сливаемой жидкости должен быть не менее двух объемов пробоотборной системы стационарного пробоотборника.

Из вертикальных, горизонтальных, траншейного типа резервуаров, танков наливных судов, железнодорожных и автомобильных цистерн, подземных хранилищ шахтного типа, ледогрунтовых хранилищ пробу нефти или нефтепродукта отбирают переносным про-

боотборником следующим образом: измеряют уровень нефти или нефтепродукта; рассчитывают уровни отбора точечных проб; опускают закрытый пробоотборник до заданного уровня так, чтобы отверстие, через которое происходит его заполнение, находилось на этом уровне; открывают крышку или пробку, заполняют пробоотборник и поднимают его. Пробы с нескольких уровней отбирают последовательно сверху вниз.

Донную пробу из резервуара или транспортного средства отбирают следующим образом: пробоотборник опускают, устанавливают на днище резервуара или транспортного средства, извлекают пробку из штуцера и выдерживают его до заполнения пробой. Заполненный пробоотборник поднимают и сливают пробу в пробоприемник.

При выполнении работ по отбору проб следует соблюдать правила техники безопасности и пожарной безопасности при обращении с нефтью и нефтепродуктами. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать предельно допустимых концентраций (ПДК). Переносные пробоотборники должны быть изготовлены из материала, не образующего искр при ударе (алюминия, бронзы, латуни и др.). Пробу нефти или нефтепродукта пробоотборщик отбирает в присутствии наблюдающего (дублера). При отборе проб пробоотборщик должен стоять спиной к ветру в целях предотвращения вдыхания паров нефти или нефтепродукта. Отбор проб в колодцах, приямок и других углублениях пробоотборщик должен выполнять в шланговом самовсасывающем противопогазе ИШ-13. Отбор проб нефти или нефтепродукта в газоопасных местах, а также сероводородосодержащих нефтей и нефтепродуктов пробоотборщик должен выполнять в фильтрующем противопогазе ФУ-13 марок А, В, Г, КД и других. В местах отбора проб должны быть установлены светильники во взрывозащищенном исполнении. При отборе проб в неосвещенных местах следует пользоваться переносными светильниками во взрывозащищенном исполнении. Переносные светильники включают и выключают за земляным валом или ограждением резервуарного парка. Отбор проб проводят в специальной одежде и обуви, изготовленных из материалов, не накапливающих статическое электричество. Для крепления переносного пробоотборника используют гибкие, не дающие искр, металлические тросики. При применении шнуров (веревки и т. д.) из неэлек-

тропроводных материалов на их поверхности должен быть закреплен многожильный, не дающий искр, неизолированный металлический проводник, соединенный с пробоотборником. Перед отбором проб тросик или проводник должен заземляться с элементами резервуара или транспортного средства. Пробу нефти или нефтепродукта из резервуара следует отбирать не ранее чем через 2 ч после окончания заполнения. Из танка морского наливного судна допускается отбирать пробу через 30 мин после окончания налива танка. Из железнодорожной цистерны допускается отбирать пробу через 10 мин после окончания заполнения. Запрещается отбирать пробы нефти или нефтепродукта на открытом воздухе во время грозы. Пробы этилированного бензина пробоотборщик должен отбирать в рукавицах из материала с водоупорной пропиткой или маслобензостойкого материала, в кожаных ботинках и в защитной одежде. Пробу твердого неплавкого нефтепродукта отбирают и измельчают в противопылевых респираторах марок РП-К, Ф-62Ш и У-2к и рукавицах. Места измельчения пробы должны быть оборудованы местной вентиляцией.

Упаковка, маркировка и хранение проб

Перед упаковыванием пробу нефти или нефтепродукта перемешивают. Пробу разливают в чистые сухие стеклянные бутылки. Бутылку заполняют не более чем на 90% вместимости. Пробу мажеобразного нефтепродукта помещают в чистую сухую стеклянную, жестяную или полиэтиленовую банку. Пробу твердого нефтепродукта упаковывают в целлофан, полиэтиленовую пленку, плотную бумагу, обеспечивающую сохранность пробы, или помещают в ведро с бумажным пакетом. Объединенную пробу нефти или нефтепродукта делят на две равные части. Одну часть пробы анализируют, другую – хранят опечатанной на случай разногласий в оценке качества нефти или нефтепродукта. При транспортировании на судах объединенную пробу нефти или нефтепродукта делят на части с учетом числа получателей. Одну часть пробы анализируют, другую – хранят на случай разногласий в оценке качества нефти или нефтепродукта, остальные передают получателям. Для нефти или нефтепродукта, предназначенного для экспорта и отгружаемого в железнодорожных цистернах или по нефтепродуктопроводу, объединенную пробу делят на три части. Одну часть анализируют, остальные хранят на случай разногласий в оценке качества. При от-

грузке нефти или нефтепродукта для экспорта морскими судами объединенную пробу делят на пять частей. Одну часть анализируют, две части хранят на случай разногласий в оценке качества. Две оставшиеся части передают капитану судна. Одну из них хранят на судне, другую передают получателю. Бутылки с пробами должны быть герметично закупорены пробками или винтовыми крышками с прокладками, не растворяющимися в нефти или нефтепродукте, банки должны быть плотно закрыты крышками. Горловину закупоренной бутылки или банки обвертывают полиэтиленовой пленкой или другим плотным материалом, обеспечивающим сохранность пробы, и обвязывают бечевкой, концы которой продевают в отверстие в этикетке. Концы бечевки пломбируют или заливают сургучом на пластине из плотного картона или дерева и опечатывают. Допускается приклеивать этикетку к бутылке, банке, пакету. На этикетке должны быть указаны: номер пробы по журналу учета; наименование нефти или марка нефтепродукта; наименование предприятия-поставщика; номер резервуара и высота налива; номер партии, единицы транспортной тары, цистерны; наименование судна и номер танка и т. д., из которого отобрана проба; дата, время отбора; срок хранения пробы; обозначение стандарта или технических условий на нефть или нефтепродукт; должность и фамилии лиц, отобравших и опечатавших пробу. Пробы нефти или нефтепродукта хранят в помещении, отвечающем противопожарным требованиям, предъявляемым к кладовым легковоспламеняющихся и горючих жидкостей. Пробы нефти или нефтепродукта с нормированным давлением насыщенных паров хранят при температуре не выше 20 °С. Пробы хранят в шкафу или ящике с гнездами из несгораемого материала. На случай разногласий в оценке качества пробы нефтепродукта хранят в течение 45 сут со дня отгрузки. Для нефтепродуктов, предназначенных для представителя заказчика и для длительного хранения, пробу на случай разногласий в оценке качества хранят в течение 3 мес. Пробы нефти на случай разногласий в оценке качества при транспортировании ее по нефтепроводу хранят не более 25 сут, при транспортировании другими видами транспорта – не более 45 сут. Для нефти или нефтепродуктов, предназначенных для экспорта, срок хранения проб на случай разногласий в оценке качества составляет: для нефти – 3 мес, для нефтепродукта

– 4 мес. При отгрузке нефти и нефтепродуктов в страны – члены СЭВ, а также в КНДР и КНР пробы хранят в течение 6 мес.

Контрольные вопросы:

1. Назовите основные требования к отбору проб и нефтепродуктов.
2. Отбор проб из вертикальных резервуаров.
3. Отбор проб из горизонтальных резервуаров.
4. Отбор проб из резервуаров траншейного типа.
5. Отбор проб из резиноканевых резервуаров.
6. Отбор проб из цистерн и вагонов.
7. Техника безопасности при отборе проб нефти и нефтепродуктов.
8. Упаковка, хранение и маркировка проб.

Практическое занятие 3

Тема: Работа с ГОСТ 7565.81 Чугун, сталь и сплавы.

Методы отбора проб

Цель: Изучить требования нормативных документов к методам отбора и подготовки проб чугуна, стали, сплавов и готового проката.

В соответствии с ГОСТ 7565.81 Чугун, сталь и сплавы. Методы отбора проб:

Отбор и подготовка проб чугуна

Для определения химического состава жидкого чугуна от каждого выпуска из печи при равномерной струе из желоба отбирают три пробы: в начале, в середине и в конце выпуска. Из каждого ковша при сливе металла отбирают три пробы: после слива около 1/4, 1/2 и 3/4 ковша. Пробу отбирают ложкой или пробницей погружением в жидкий металл или под струей металла. Масса пробы для химического анализа должна быть 0,1–1 кг, для спектрального анализа – не менее 0,05 кг. Металл заливают в изложницу. При заливке не допускается недолив, перелив, разбрызгивание и расплескивание металла, прерыв струи. Проба в изложнице должна застывать спокойно. После охлаждения пробу извлекают из формы, маркируют номером печи, выпуска и ковша (при разливке чугуна в чушки). Проба должна быть без раковин, трещин, спаев и шлаковых включений. Пробу для химического анализа до-

пускается отжигать. Поверхность пробы в местах отбора стружки или кусков тщательно очищают от песка, окислов и литейной корки. Пробу для спектрального анализа затачивают на плоскость. На обработанной поверхности не допускаются видимые невооруженным глазом раковины, трещины, шлаковые включения и цвета побежалости.

Для отбора пробы в виде стружки применяют сверла с углом режущих кромок 120° из быстрорежущей стали или из твердого сплава диаметром 10–20 мм. Стружку отбирают сверлением с небольшой скоростью в средней части пробы, не допуская образования пыли. Сверление проводят без охлаждения сверла. Стружка должна быть толщиной не более 0,4 мм. Пробу чугуна, который не поддается сверлению, разбивают и отделяют мелкие куски от поверхности скола. От каждой пробы отбирают одинаковую массу чугуна. Пробы в виде куска или стружки измельчают до величины зерна не более 0,2 мм, после чего объединяют, усредняют и квартованием сокращают до массы не менее 20 г. Для чугуна, предназначенного на экспорт, масса пробы должна быть не менее 100 г. Подготовленную для химического анализа пробу помещают в закрывающуюся емкость. Пробу для определения химического состава хранят 3 мес. Допускается устанавливать другой срок хранения пробы при применении чугуна внутри предприятия.

Отобранные чушки маркируют, указывая номер штабеля или вагона. Поверхность чушек в местах отбора пробы тщательно очищают от песка, шлака и литейной корки. Пробу в виде стружки отбирают от боковой поверхности, под прямым углом к длинной оси чушки. Стружку, полученную после сверления на глубину 4–6 мм, отбрасывают, заканчивают сверление на таком же расстоянии от противоположной стороны чушки. Для анализа используют стружку, собранную после сверления на глубину более 4–6 мм.

Отбор и подготовка ковшевых проб стали и сплавов

Для определения химического состава плавки сталей и сплавов открытой выплавки от каждого ковша отбирают одну-три пробы. Две пробы отбирают после разливки примерно половины металла ковша. Одну пробу отбирают, если есть возможность использовать оставшийся металл пробы для повторного анализа. Вторую пробу отбирают для повторного анализа. Три пробы отбирают после слива $1/4$, $1/2$ и $3/4$ ковша. При отливке слитков, состо-

ящих из одной и более плавов, пробы отбирают в начале или конце разливки каждого ковша. При разливке плавов небольшой массы в один сифон пробу отбирают в начале или конце разливки. При разливке плавов небольшой массы под вакуумом или в защитной атмосфере отбирают одну пробу в начале или конце разливки. На автоматических формовочных линиях со стационарной разливкой металла из ковшей емкостью до 30 т допускается отбирать пробы до начала разливки. При бесковшовой разливке металла из открытой индукционной печи разрешается отбирать пробу непосредственно из тигля печи перед началом разливки.

Для определения химического состава плавов сталей и сплавов с установок непрерывной или полунепрерывной разливки отбирают одну пробу в середине разливки каждого ковша. Допускается отбирать пробу от заготовки, отлитой в середине разливки каждого ковша. На установках, не оборудованных промежуточным ковшом, допускается отбирать пробу в конце разливки. На установках, имеющих внепечное вакуумирование, допускается отбирать пробу из кристаллизатора.

Химический состав сталей и сплавов электрошлакового, вакуумно-дугового, плазменно-дугового и электронно-лучевого переплава устанавливается по пробе, взятой из ковша исходной плавки, за исключением элементов, содержание которых меняется при переплаве и которые установлены нормативно-технической документацией на конкретную продукцию. Для определения химического состава стали и сплавов вакуумно-индукционной выплавки, а также стали электрошлакового, вакуумно-дугового, электронно-лучевого и плазменно-дугового переплавов по элементам, содержание которых меняется при переплаве и которые установлены нормативно-технической документацией на конкретную продукцию, пробы отбирают от слитков, передельного металла или от готового проката. Допускается для определения химического состава стали и сплавов, выплавленных в вакуумных индукционных печах, отбирать пробу металла из тигля печи перед началом разливки. При электрошлаковом переплаве электродов из двух исходных плавов методом парной комплектации химический состав стали и сплавов электрошлакового переплава устанавливают как среднее арифметическое результатов определения элементов в пробе исходных плавов. Пробу отбирают нагретой ложкой, напол-

няемой под струей, или пробницей, погружаемой в жидкий металл. Допускается заливать металл в изложницу дросселированной струей непосредственно из ковша. Для труднообрабатываемых сталей и сплавов разрешается отбор проб гранулированием или в виде скрапины. Масса пробы для химического анализа должна быть 0,3–2,0 кг, для спектрального анализа – 0,06–1,0 кг. Допускается использовать одну и ту же пробу для химического и спектрального анализа. При разливке металла в изложницу не допускается недолив и перелив, расплескивание и разбрызгивание металла, прерыв струи.

Металл в изложнице должен застывать спокойно. Для раскисления неустойчивой стали к пробе добавляют алюминий чистотой не менее 99% из расчета его массовой доли в пробе не более 0,2%. При определении алюминия применяют силикокальций, ферросилиций, ферромарганец и другие раскислители, не содержащие алюминий.

Охлажденные пробы металла освобождают из изложниц. Допускается охлаждать пробы обдувом сжатым или вентиляторным воздухом, а также в воде. Температура пробы перед погружением в воду не должна превышать 500 °С.

Пробу маркируют номером плавки, ковша и порядковым номером пробы. Высота цифр для клейма должна быть 5–10 мм. Допускается применять другие методы маркировки проб, обеспечивающие ее четкость и сохранность. Проба должна быть плотной, без трещин, раковин, видимых шлаковых включений. На поверхности пробы не допускаются заусенцы, плены, пояса от перерыва струи при разливке, наплавы в верхней части пробы. Допускается пробы ковать и подвергать отжигу. Поверхность металла в местах отбора пробы в виде стружки очищают от шлака, механических загрязнений, окалины. Пробу в виде стружки стали отбирают фрезерованием, обточкой, строганием всего поперечного сечения пробы или сверлением середины одной из боковых поверхностей на глубину до продольной оси пробы. Пробу отбирают без смазки. Допускается для охлаждения применять дистиллированную воду. Поверхность стружки не должна иметь цветов побежалости. Короткую стружку толщиной не более 0,4 мм тщательно перемешивают. Подготовленную пробу помещают в закрывающуюся емкость. Масса пробы должна быть 20–100 г. Для спектрального

анализа отрезают нижнюю часть пробы на расстоянии $1/3$ высоты. Допускается использовать неразрезанные пробы. С нижней части пробы стачивают слой толщиной 1,5–2,0 мм, а у проб, взятых разовым пробоотборным устройством, с одной из плоскостей пробы снимают слой 0,5–1,0 мм. На обработанной поверхности пробы не допускаются видимые невооруженным глазом раковины, шлаковые включения, а также дефекты механической обработки, трещины и цвета побежалости. Пробу хранят не менее 3 мес. Допускается при применении сталей и сплавов внутри предприятия устанавливать другой срок хранения.

Отбор и подготовка проб для определения химического состава готового проката.

Химический состав плавки стали и сплавов, при необходимости, определяют по пробе, отобранной от слитков, непрерывно литых заготовок, кованого металла или проката. Отбор проб проводят от слитка или непрерывно литой заготовки, соответствующих середине плавки, сверлением или вырезкой куска металла из средней части слитка на глубину 50–70 мм. Для определения химического состава стали и сплавов открытой выплавки отбирают не менее трех единиц проката. От отобранной единицы проката или кованого металла отбирают одну пробу. Для определения химического состава металла вакуумно-индукционной плавки пробу отбирают от одного или нескольких слитков, передельных заготовок, единиц готового проката; для металла, вакуумно-дугового и электрошлакового переплавов – от слитков, передельных заготовок или единиц готового проката, полученных из металла одной исходной плавки переплавом по одному и тому же режиму. Для металла вакуумно-индукционной выплавки и вакуумно-дугового переплава пробы отбирают от верхней части, электрошлакового переплава – от нижней части слитка или соответствующих им передельных заготовок или готового проката. Для слитков электрошлакового переплава, выплавленных на бездуговом способе подпитки, пробы отбираются в верхней части слитка. Пробу в виде стружки для химического анализа берут от пробы или непосредственно от контролируемой единицы проката, заготовки, слитка. Поверхность металла перед отбором стружки для химического анализа тщательно очищают от окалины и механических загрязнений. При обезуглероживании или науглероживании стали поверх-

ность зачищают до полного удаления указанных слоев. Для слитков, катаной и кованой заготовок, а также для поковок, сортового, фасонного, полосового проката и бесшовных труб стружку отбирают одним из способов: обработкой всего поперечного сечения проката или симметричной половины его; сверлением поперечного сечения вдоль направления прокатки на расстоянии $1/2$ радиуса, $1/4$ диагонали от поверхности или $1/2$ толщины стенки трубы; сверлением одной из боковых поверхностей на глубину до середины пробы; сверлением поперечного сечения.

Для проката малых сечений допускается сверление насквозь, при этом в фасонных профилях сверлят в середине ширины полки или $1/4$ высоты профиля. Для крупных фасонных профилей обработка всего поперечного сечения может быть заменена сверлением в разных точках по всему поперечному сечению с равномерным распределением и одинаковой глубиной сверления.

Для толстолистовой, широкополосной стали, бесшовных и сварных труб с толщиной стенки 4 мм и более пробу отбирают сверлением в трех точках, при этом для толщин до 50 мм включительно – на всю толщину, для толщин более 50 мм – до половины толщины. Для сварных труб сверлят на расстоянии 20–25 мм от шва в точке, диаметрально противоположной шву. Для тонколистовой стали, лент, бесшовных и сварных труб с толщиной стенки менее 4 мм стружку отбирают обработкой по всему сечению пробы, вырезанной из листа или ленты поперек направления прокатки, или отрезка трубы. Перед обработкой пробу или отрезок трубы разрезают на несколько частей или сгибают в несколько слоев и сжимают. От стальной проволоки пробу отрезают на расстоянии 10–15 мм от конца мотка. Пробу измельчают строганием, фрезерованием или рубкой по всему поперечному сечению.

При возникновении разногласий в оценке химического состава пробу отбирают обработкой всего поперечного сечения проката или симметричной половины его. Количество стружки, взятой в каждом месте, должно быть примерно одинаковым. Стружку, взятую в разных местах или от различных единиц проката, объединяют, перемешивают и сокращают методом квартования до массы 20–100 г. Пробы для спектрального анализа в виде поперечного темплета шириной 60 мм отбирают от каждой контролируемой единицы проката: от листов толщиной от 1 до 40 мм, сортового

проката диаметром или стороной квадрата до 250 мм, уголков № 2-14, балок № 10-36, швеллеров № 5-30.

Для листовой и широкополосной стали из половины темплета вырезают образцы: для листов толщиной 4 мм и менее – один образец размером 40×40 мм; для листов толщиной более 4 мм – три образца размером 40×30 мм у края, середины и 1/2 полуширины; Для фасонного проката используют половину поперечного темплета. В зависимости от размера проката допускается разрезать образец на несколько частей.

Образцы для спектрального анализа для листов с толщиной менее 4 мм обрабатывают со стороны поверхности листа, для листов толщиной более 4 мм, а также для сортового и фасонного проката обрабатывают поперечное сечение. Для листов толщиной от 4 до 6 мм допускается обработка поверхности листа. На обработанной поверхности пробы не допускаются видимые невооруженным глазом раковины, шлаковые включения, а также дефекты механической обработки, трещины и цвета побежалости.

Контрольные вопросы:

1. Отбор проб жидкого чугуна.
2. Подготовка проб жидкого чугуна.
3. Отбор проб чугуна в виде стружки.
4. Подготовка проб чугуна в виде стружки.
5. Отбор проб сталей и сплавов.
6. Подготовка проб сталей и сплавов.
7. Отбор проб для определения химического состава готового проката.
8. Подготовка проб для определения химического состава готового проката.

Практическое занятие 4

Тема: Работа с ГОСТ 31942-2012 Вода. Отбор проб для микробиологического анализа

Цель: Изучить требования нормативных документов к отбору проб воды для микробиологического анализа.

В соответствии с ГОСТ 31942-2012 Вода. Отбор проб для микробиологического анализа:

Точка отбора проб должна обеспечивать представительные характеристики места отбора и учитывать любые вертикальные, горизонтальные и временные изменения и должна быть однозначно идентифицирована в соответствии с общими требованиями ГОСТ 31861, ГОСТ 31862, включая дополнительные требования для микробиологии.

Точки отбора проб выбирают в зависимости от цели анализа, например: при исследованиях питьевой воды централизованных систем питьевого водоснабжения обязательна точка отбора воды, поступающей в распределительную сеть для потребления, а также точки в различных местах разводящей сети с учетом тупиковых участков, застойных зон, точек наиболее удаленных от станции, на возвышенных и низких участках магистральных распределительных сетей, в резервуарах-накопителях воды, в уличных водоразборных устройствах (колонках) и т. п.; в поверхностных водоемах пробы должны быть отобраны в местах водопользования (в месте водозабора, рекреации, в черте населенных пунктов и т. п.); при выявлении источников загрязнения в водотоках (проточных водоемах) точки располагают до источника загрязнения и ниже (не далее 500 м) по течению, в створе полного смешения (исходя из данных гидрологического режима); на непроточных водоемах (озерах, водохранилищах, морях) точки отбора проб располагают во все стороны от источника загрязнения (в радиусе 500 м) и, в первую очередь, вдоль берега. Принимая во внимание неоднородность гидравлической системы, следует учитывать возможность различия результатов анализа при отборе проб в точках с нестабильными условиями, например: при отборе поверхностных и глубинных проб, при загрязнении проб поверхностной пленкой на воде. В некоторых случаях (озеро, бассейн) содержание микроорганизмов в поверхностной пленке воды может быть в 1000 раз выше, чем воды под пленкой; в водопроводной сети с интенсивным и низким разборами воды, в том числе тупиковых участках, застойных зонах и т. п.; в пробах воды, отобранных из хорошо перемешанной массы воды в резервуаре и на входе в резервуар.

При выборе точки отбора проб следует учитывать влияние физических факторов (температуры, скорости течения и др.) и хи-

мических факторов (рН, возможное наличие токсичных для микроорганизмов веществ и др.), которые могут отрицательно влиять на выживаемость и стабильность физиологического состояния исследуемых организмов.

Общие требования к отбору проб.

Не допускается: пробу воды, предназначенную для микробиологического анализа, использовать для измерения температуры или другого измеряемого на месте отбора проб показателя; ополаскивать емкости для отбора проб перед отбором проб. При отборе проб должны быть обеспечены асептические условия (чистые руки или стерильные перчатки) и защита проб от пыли и попадания брызг.

Для отбора проб применяют чистые стерильные емкости, изготовленные из стекла или полимерных материалов (например, полипропилена, полистирола, полиэтилена, поликарбоната), не оказывающих влияние на жизнедеятельность микроорганизмов. Для многократного применения предпочтительны емкости из стекла; емкости из полимерных материалов используют как одноразовые. Если емкости изготовлены из иного материала, то следует иметь в виду возможность его влияния на адгезию микроорганизмов к поверхности этого материала, экстракцию веществ из емкости при контакте с водой, критическое значение тангенциального поверхностного натяжения.

Для отбора проб погружением в чистую воду используют емкости, которые должны быть стерильными как внутри, так и снаружи, и защищены от загрязнений при хранении после стерилизации, например упаковыванием в плотную бумагу, алюминиевую фольгу или пакеты из полимерных материалов, пригодных для стерилизации. Упаковку открывают перед началом отбора пробы. После отбора пробы ее можно использовать в качестве средства защиты при транспортировании пробы. При использовании емкости, не защищенной снаружи от загрязнений, непосредственно перед погружением в воду необходимо обработать ее внешнюю поверхность дезинфектантом, например 96%-ным этиловым спиртом, и сразу же высушить. Однако этот способ не подходит при анализе спорообразующих бактерий.

Емкости для отбора проб должны быть оснащены плотно закрывающимися пробками (силиконовыми, резиновыми) или

пластмассовыми закрывающимися нажатием крышками или закручивающимися металлическими или пластмассовыми крышками. Пробки и крышки должны выдерживать условия стерилизации. Горловины емкостей для многократного использования должны быть защищены от внешнего загрязнения колпачками из фольги или плотной бумаги, не разрушающимися после стерилизации. Металлические крышки, особенно из алюминия, после стерилизации в автоклаве могут стать токсичными по отношению к микроорганизмам. Это влияние устраняют путем использования термо- и водостойких прокладок.

Некоторые виды материалов из хлопка, используемых в качестве пробок для стеклянной посуды, при длительном воздействии высоких температур при стерилизации могут стать токсичными, что при возможном контакте с водой при транспортировании может повлиять на результаты анализа. В связи с этим не допускается применять ватные пробки.

Надевающиеся нажатием пластмассовые крышки, прикрепленные к емкости, имеют несколько преимуществ: обладают такой же надежностью от протечек, как и закручивающиеся крышки; остаются стерильными при заполнении емкости, будучи связанными с емкостью и тем самым защищенными от загрязнения. Простерилизованные емкости должны иметь маркировку с указанием даты стерилизации для последующего учета установленного срока хранения.

Вместимость емкости для отбора проб должна соответствовать объему воды, необходимому для определения всех требуемых микробиологических показателей. В большинстве случаев вместимость емкости для отбора проб должна быть не менее 500 см^3 , что, как правило, достаточно для определения 4-5 индикаторных микроорганизмов. В некоторых случаях необходимо использовать больший объем пробы, например для анализа питьевой воды, расфасованной в емкости. Если для анализа необходимы очень большие объемы, например, при определении вирусов, цист амёб и др. то, чтобы избежать трудностей ручного обращения, охлаждения и перемещения таких объемов, рекомендуется провести концентрирование (флокулированием, центрифугированием или фильтрованием). После концентрирования на точке отбора концентрат пробы транспортируют в лабораторию.

Стерильную емкость для отбора проб открывают непосредственно перед отбором пробы, удаляя пробку вместе со стерильным колпачком. Пробка и края емкости не должны касаться посторонних поверхностей. После наполнения емкость немедленно закрывают стерильной пробкой, обеспечивающей герметичность и не намокающей при транспортировании, и стерильным колпачком. При заполнении емкости должно оставаться пространство между пробкой и поверхностью налитой воды, чтобы пробка не смачивалась при транспортировании и для обеспечения перемешивания пробы перед анализом.

Отбор проб проводят продезинфицированными непосредственно перед отбором руками или в стерильных перчатках.

Отбор проб воды из крана.

Пробы воды из крана отбирают с целью определения: а) качества воды в магистральных распределительных сетях, поступающей от производителя; б) качества воды, поступающей до крана потребителя по внутридомовой распределительной сети, которое может меняться внутри здания; в) качества воды, фактически потребляемой из крана (возможно загрязненного). Такие пробы отбирают для оценки качества питьевой воды в особых случаях, например, при регистрации инфекционных заболеваний.

В зависимости от цели перед отбором проб воды проводят соответствующие подготовительные мероприятия.

С кранов, предназначенных для отбора проб для целей а) и б), заранее удаляют загрязнения (смазку, окалину, накипь, слизь и т. п.), которые могут попасть в пробу при заполнении емкости и повлиять на результаты анализа. Для очистки крана используют щетки, ерши или другие средства, чтобы очистить внешнюю и, сколько это возможно, внутреннюю поверхность крана. После механической очистки кран промывают от загрязнений, полностью открывая и закрывая его несколько раз. Непосредственно перед отбором пробы кран стерилизуют предпочтительно фламбированием (обработка крана горящим тампоном, смоченным 96%-ным этиловым спиртом). Качество фламбирования определяют появлением шипящего звука при контакте с водой после открытия крана. Поверхностного обжигания крана зажигалкой с целью его дезинфекции недостаточно.

Открытую емкость для отбора проб помещают под кран в струю воды и заполняют ее, избегая контакта поверхности крана с емкостью. Во время наполнения емкости не допускается менять напор воды (закрывая или открывая кран). Не допускается отбирать пробы из неисправных кранов, имеющих утечку воды.

Отбор проб воды из магистральных распределительных сетей

Пробы воды для цели а) отбирают из специальных кранов, установленных на основных магистральных распределительных сетях или на участках сети, близких к магистральным, обычно сразу за водомером. Длина водовода, подводящего воду к крану для отбора проб, должна быть как можно короче. При невозможности установки специальных кранов для оценки качества воды в магистральной сети могут быть использованы краны внутри здания, которые должны быть подготовлены к отбору и продезинфицированы фламбированием. Перед отбором пробы с крана удаляют насадки, шланги, сетки и т. п. После стерилизации кран полностью открывают, чтобы обеспечить максимальный поток воды в течение 5–10 с, затем уменьшают напор до половины и промывают обильно текущей струей воды достаточно долго (не менее 10 мин или до достижения постоянной температуры). Эта процедура необходима для того, чтобы минимизировать попадание в пробу микроорганизмов, которые могут оказаться в воде при разрушении биопленок и ресуспендировании отложений осадков в системе трубопроводов (в том числе в тупиковых зонах и местах соединений трубопроводов и их колен-изгибов) при увеличении потока воды и колебаний давления в сети. Длительность сливания воды определяется также необходимостью исключения влияния качества воды, находящейся внутри помещения. При этом учитывают планировку внутренней сети, наличие и объем резервуаров или баков. Стабилизация температуры воды при сливе служит подтверждением этой цели.

Отбор проб воды из внутридомовой распределительной сети

Перед отбором пробы с крана удаляют насадки, шланги, сетки и т. п. После фламбирования крана сливают небольшой объем воды, достаточный для снятия последствий его дезинфекции.

Отбор проб воды из точки потребления (крана потребителя)

При определении качества воды из крана потребителя (например, при вспышках инфекционных заболеваний для выявления источника микробного загрязнения воды, возможно внесенного потребителем) отбор проб проводят с учетом загрязнения внешней поверхности крана, а также всех приспособлений и устройств, используемых потребителем. Все приспособления и устройства следует оставить на месте. В этом случае не допускается: подвергать дезинфекции кран, а также приспособления и устройства перед отбором проб; проводить предварительный слив воды из крана перед отбором проб.

Отбор проб воды на станциях водоподготовки и в резервуарах для хранения.

На станциях водоподготовки и резервуарах для хранения питьевой воды должны быть предусмотрены специальные краны для отбора проб воды на каждом выходящем трубопроводе и в других точках отбора проб. Краны должны быть приспособлены к стерилизации фламбированием, содержаться в чистом состоянии, четко маркированы и использоваться исключительно для отбора проб. Отбор проб для контроля различных этапов водоподготовки (например, коагуляции, фильтрации, обеззараживания) проводят на входе и выходе из водоочистных устройств. Отбор проб из резервуара для хранения питьевой воды обычно проводят из выходного крана. При необходимости отбора проб из самого резервуара используют емкости, стерильные как внутри, так и снаружи.

Отбор проб воды из скважин, родников и колодцев

Отбор проб из скважин, родников и колодцев проводят с целью определения: а) качества воды в водоносном горизонте; б) качества воды в водопункте (скважине, колодце); качества потребляемой воды.

Система подачи воды из скважин и колодцев, в которых стационарно установлен насос, должна иметь металлический кран или выходное отверстие. Использование насоса при отборе проб для цели а) означает, что насос должен работать до тех пор, пока не установится постоянное значение температуры спускаемой воды и ее электрической проводимости или не будет откачено не менее трех-пяти объемов столбов воды в водопункте, после чего

проводят отбор проб воды. Использование насоса при отборе проб для цели б) означает, что требуется минимальное время работы насоса только для обеспечения потока воды, необходимого для смывания дезинфектанта, которым был обработан кран, после чего проводят отбор проб воды. Отбор проб воды для цели в) проводят без предварительного спуска воды (при производственном режиме работы насоса) и дезинфекции крана.

Отбор проб из скважин и колодцев, не имеющих стационарно установленного насоса, проводят: для цели а) с использованием временно установленного насоса. При этом отбор проб проводят только после продолжительной откачки воды; для цели б) предпочтительно с использованием стерильного устройства (батометра) для отбора проб с прикрепленным грузом. Допускается использовать временно установленный насос, при этом отбор проб проводят после предварительного минимального спуска воды перед отбором проб; для цели в) с использованием ведра, бидона или ковши и т. п., которые заполняют водой, после чего воду переливают в стерильные емкости. При этом отбор проб воды проводят с применением стационарного или временно установленного водоподъемного оборудования (ворота, «журавля» и т. п.).

Отбор проб из бездействующих (неиспользуемых) скважин и колодцев проводят с применением временно установленного насоса или водоподъемного оборудования и откачки воды, соответствующей трем-пяти объемам столба воды в водопункте. Пробы отбирают в самом начале откачки для определения качества воды в самом водопункте и в конце откачки для определения качества воды в водоносном горизонте.

Отбор проб воды из фонтанирующих скважин проводят из устья скважины. Отбор проб воды из родников проводят на выходе из каптажного сооружения или, если такового нет – в месте выхода головки родника («грифона») на поверхность земли. Проба воды из фонтанирующей скважины и родника характеризует качество подземных вод в водоносном горизонте.

Отбор проб воды плавательных бассейнов

Отбор проб воды в плавательных бассейнах осуществляют с целью оценки качества воды: а) поступающей (для бассейнов всех типов); б) до и после фильтров (для бассейнов рециркуляционного типа и с морской водой); в) после обеззараживания (при наличии

этапа обеззараживания); г) в ванне плавательного бассейна. Отбор проб для целей а)–в) проводят из специальных пробоотборных кранов, врезанных на коротком расстоянии от труб, чтобы избежать застоя воды. Стерильные емкости для отбора проб заполняют водой так же, как из распределительных сетей. При исследовании воды, поступающей в плавательный бассейн после очистки и обеззараживания, пробу отбирают в местах трубопровода, удаленных от места ввода дезинфектанта, там, где его остаточное содержание стабильно. Отбор проб воды в ванне плавательного бассейна проводят на расстоянии 10–30 см от поверхностного слоя воды не менее чем в двух точках (например, напротив выпускного отверстия, после очередной смены купающихся, когда вода хорошо перемешана, в глубокой и мелкой части ванны бассейна). При этом используют чистые, стерильные внутри и снаружи емкости. Емкость для отбора проб вводят горизонтально, чтобы избежать потери тиосульфата, затем поворачивают вертикально до тех пор, пока не будет собрано необходимое количество воды. На поверхности воды плавательного бассейна, в спокойных условиях, микроорганизмы типа стафилококков аккумулируются в верхнем слое воды, в связи с этим поверхностное загрязнение воды может быть также оценено путем отбора проб с поверхности воды бассейна или из дренажа бокового перелива.

Отбор проб поверхностной воды

Поверхностные пробы отбирают с глубины 10–30 см от поверхности воды или от нижней кромки льда. Придонные пробы отбирают с глубины 30–50 см от дна. Отбор проб проводят с использованием различных плавучих средств, мостов, помостов и других приспособлений в местах, где глубина водоема не менее 1,0–1,5 м. Не допускается проводить отбор проб с берега. Пробы воды рекомендуется отбирать специальным батометром, предназначенным для этих целей. Допускается использование других систем, например специального устройства, состоящего из стеклянной емкости под вакуумом, которая оснащена резиновой пробкой и стеклянной трубкой, запаянной и закрепленной недалеко от троса. Когда емкость для отбора проб находится на необходимой глубине, по тросу посылается груз, он разбивает трубку, и емкость заполняется водой. Для изучения барофильных бактерий используют шприцевые системы и другие разнообразные устройства,

наиболее сложные из которых поддерживают в пробе воды давление. Устройства, применяемые для отбора проб, должны быть стерильными или стерилизованы после каждого отбора. Когда используют устройства для отбора проб или при движении плавучих средств используют багор, следует сводить к минимуму взмучивание донных отложений. Любые возможные загрязнения стерильных устройств для отбора проб за счет средств крепления (веревки, каната, троса) должны быть сведены к минимуму, например использованием проволоки из нержавеющей стали или цепочки на нижнем конце троса.

Рекреационные воды

Воды для купания оценивают после серии анализов воды в течение купального сезона. Следует строго определить точки отбора. Точки отбора проб должны быть представительными для характеристики качества воды в местах, используемых большинством купальщиков, или в местах предполагаемого загрязнения в зависимости от цели отбора проб. При отсутствии специального батометра чистую стерильную емкость для отбора проб вводят вверх дном в воду на заданную глубину и заполняют емкость водой, поворачивая ее в разные стороны. При наличии потока воды емкость следует держать против течения (вверх по течению). Если в местах купания глубина воды менее 1,0 м, то допускается отбирать пробы на меньшей глубине, о чем указывают в актах отбора проб. Следует принять меры к минимизации взмучивания донных отложений.

Моря, озера, реки

Отбор проб для оценки качества природной морской, озерной и речной воды проводят с целью: выбора места расположения глубоководных и прибрежных выпусков сточных вод; выбора места расположения водозаборов для централизованного питьевого водоснабжения; водозаборов для плавательных бассейнов; в черте населенных мест; определения мест рекреационного водопользования; опреснения природной морской воды и других целей. При выборе точек отбора проб необходимо учитывать характер прибрежных течений, вертикальную стратификацию, переформирование дна, силу господствующих ветров, приливы и отливы и другие природные особенности, в том числе сезонные. Допускается использовать любые устройства для отбора поверхностных и глу-

бинных проб, за исключением емкостей, которые не пригодны для стерилизации. Существует много устройств для отбора поверхностных или глубинных проб вдали от берега. Следует иметь в виду, что используемые для физико-химических исследований океанографические бутылки не стерилизуются и не пригодны для отбора проб на микробиологические показатели. При движении плавучих средств (корабля, лодки, судна и т. п.) пробы воды следует отбирать с подветренного борта; со стоящего на якоре плавучего средства – с носа.

Отбор проб сточных вод

С целью минимизации риска инфицирования персонала при отборе проб следует использовать одноразовые перчатки или стерильные приспособления для удерживания стерильной емкости при отборе проб. После отбора проб удаляют загрязнения с внешней поверхности емкости и упаковывают емкость в чистый пакет или заворачивают в чистую плотную бумагу. Транспортируют емкости с отобранной пробой сточной воды в промаркированных контейнерах отдельно от емкостей с пробами питьевой воды.

Поверхностно-ассоциированные микроорганизмы

Образцы биопленки отбирают путем механического соскабливания с поверхности стерильным шпателем, лопаткой, лезвием или тампоном. Образец биопленки помещают в стерильную емкость и анализируют после гомогенизации. Процедура механического соскабливания разрушает пространственное соотношение микроорганизмов. Коррозионно-активные бактерии определяют в осадках, полученных после фильтрования жидких проб, или путем декантирования и центрифугирования. Продукты коррозии металла отбирают соскабливанием или действием «водного молотка» за счет резкого изменения давления в водной трубе. Сульфатредуцирующие бактерии иногда обнаруживаются в воде, но их роль в коррозии металла более надежно доказывается взятием мазка из влажных каверн на поверхности металлических конструкций, находящихся в воде.

Транспортирование и хранение проб

Транспортирование проб осуществляют в чистых продезинфицированных контейнерах, обеспечивающих их сохранность. Крышка контейнера не должна соприкасаться с пробками емкостей. Условия транспортирования должны быть документально

оформлены. При транспортировании емкости с пробами должны быть упакованы таким образом, чтобы: защитить их от внешнего воздействия (солнечного излучения, нагревания, загрязнения, замораживания); исключить непосредственный контакт проб с аккумуляторами холода, чтобы избежать замораживание пробы; отрегулировать количество и объем аккумуляторов холода и их расположение в зависимости от количества проб, их массы и исходной температуры пробы; предусмотреть раздельное размещение в контейнерах неохлажденных и охлажденных проб. Для транспортирования предпочтительно охладить пробы до температуры $(5\pm 3)^\circ\text{C}$ (например, используя аккумуляторы холода), если в стандартах на определение конкретного микробиологического показателя не установлено иное. Пробы воды для вирусологического исследования допускается замораживать и хранить при температуре минус 70°C при добавлении к пробе соответствующего криопротектора.

Продолжительность времени от отбора проб до анализа

Время хранения проб воды от отбора до начала их анализа включает продолжительность транспортирования, регистрации и подготовки проб к анализу. Время хранения должно быть минимальным, насколько возможно, и задокументировано. Анализ проб воды должен быть начат в тот же рабочий день, в который осуществлен отбор проб. Увеличение срока хранения может уменьшить достоверность результатов. Поэтому лицо, ответственное за отбор проб, и лицо, ответственное за проведение испытаний, должны работать во взаимодействии.

Документирование процедуры отбора проб

До отбора проб или сразу же после отбора следует нанести маркировку на емкость и заполнить акт отбора пробы. Маркировка емкостей должна быть четкой, сохраняющейся в течение всего времени хранения пробы, и должна содержать следующую информацию: место отбора пробы; дату и время отбора. Допускается кодирование проб с отражением номера в акте отбора проб.

В акте отбора проб должно быть указано: наименование и адрес (юридический и фактический) заказчика; объект исследования; перечень определяемых при анализе показателей или ссылку на стандарт, их определяющий; дата, время и место отбора проб; метод отбора проб со ссылкой на стандарт по отбору проб; условия

транспортирования, включая продолжительность транспортирования, средства транспортирования сумка-холодильник и т. д.; должность, фамилия, инициалы и подпись лица, проводившего отбор проб, с указанием лиц, присутствующих при отборе проб; цель исследования: в плановом порядке или по внеплановым мероприятиям (рекомендации органов, уполномоченных осуществлять санэпиднадзор; сигналы об изменении органолептических качеств воды, поступающие от населения и т. п.).

Контрольные вопросы:

1. Как выбирают точку отбора проб?
2. Перечислите общие требования к отбору проб.
3. Какие требования предъявляют к емкостям для отбора проб?
4. С какой целью отбирают пробы воды из крана?
5. Почему длина водовода, подводящего воду к крану для отбора проб должна быть как можно меньше?
6. Зачем промывать кран обильно текущей струей воды в течение длительного времени при отборе проб воды из магистральных распределительных сетей?
7. Как осуществляют отбор пробы воды из точки потребления?
8. Как осуществляют отбор пробы воды плавательных бассейнов?
9. Отбор проб поверхностной воды.
10. Как осуществляют отбор проб для оценки качества природной морской, озерной и речной воды?
11. С какой целью осуществляют отбор проб для оценки качества природной морской, озерной и речной воды?
12. Транспортирование и хранение проб.

Практическое занятие 5

Тема: Работа с ГОСТ Р ИСО 16017-1-2007

Воздух атмосферный, рабочей зоны и замкнутых помещений

Цель: Изучить требования нормативных документов к воздуху атмосферному, рабочей зоны и замкнутых помещений, отбору летучих органических соединений при помощи сорбционной трубки.

В соответствии с ГОСТ Р ИСО 16017-1-2007 Воздух атмосферный, рабочей зоны и замкнутых помещений. Отбор проб летучих органических соединений при помощи сорбционной трубки с последующей термодесорбцией и газохроматографическим анализом на капиллярных колонках.

Определенный объем воздуха прокачивают через одну или более сорбционные трубки, соединенные последовательно; подбирают соответствующий сорбент(ы) для определения соединения или смеси соединений. Если выбраны подходящие сорбенты, то летучие органические соединения удерживаются сорбционной трубкой и, таким образом, удаляются из проходящего через трубку воздуха. Собранный из каждой трубки пар десорбируется нагреванием, затем переносится потоком инертного газа-носителя на вход в газовый хроматограф с капиллярной колонкой, пламенно-ионизационным или другим подходящим детектором для анализа.

Реактивы и материалы

При проведении анализа используют только химические реактивы, имеющие квалификацию «чистый для анализа». Градуировочные растворы смесей веществ следует приготавливать еженедельно или чаще в случае обнаружения признаков ухудшения качества, например реакций конденсации между спиртами и кетонами.

Растворитель для разбавления

Растворитель для разбавления используют для приготовления градуировочных растворов смесей. Растворитель должен быть хроматографически чистым. Растворитель не должен содержать соединений, которые элюируются вместе с определяемыми соединениями. Часто для этих целей используют метанол. Также могут быть использованы растворители, такие как этилацетат или циклогексан, в случае, если они не будут вступать в химическую реакцию с ЛОС или не будут давать пиков, сливающихся на хроматограмме с пиками определяемых соединений.

Сорбенты, рекомендуемый размер частиц которых от 0,18 до 0,25 мм

Перед заполнением сорбционных трубок каждый сорбент предварительно нагревают в потоке инертного газа в течение 16 ч при температуре не менее чем на 25 °С ниже максимальной рабочей температуры для данного сорбента, указанной в справочниках. Для предотвращения повторного загрязнения охлаждение сорбентов до

комнатной температуры, хранение и последующую их загрузку в трубки проводят в чистой атмосфере. По возможности температуру десорбции при анализе поддерживают ниже температуры, используемой для подготовки трубок. Для серийно выпускаемых сорбционных трубок обычно требуется только предварительная подготовка. Обычно используются сорбенты, размеры частиц которых от 0,18 до 0,25 мм, но могут использоваться сорбенты с другими размерами частиц, однако это может привести к изменению характеристик «проскока». Не рекомендуется использовать сорбенты с частицами меньшего размера из-за повышения давления на входе в трубку.

Сорбционные трубки для градуировки

Сорбционные трубки для градуировки предпочтительно готовят путем введения требуемых количеств анализируемых соединений в сорбционные трубки из градуировочных газовых смесей, поскольку данная процедура наиболее полно совпадает с реальным отбором проб. Если такой способ получения практически невыполним, то сорбционные трубки для градуировки могут быть приготовлены путем введения жидкости с помощью шприца при условии, что точность данной методики соответствует одному из следующих требований: а) устанавливается с использованием методик, которые при введении шприцем позволяют получить значения массовой концентрации, прослеживаемые к первичным эталонам массы и/или объема; б) подтверждается сличением с образцами сравнения (при наличии) с сорбционными трубками для градуировки, подготовленными с использованием градуировочных газовых смесей, либо с результатами, полученными с помощью стандартных методик выполнения измерений.

Градуировочные газовые смеси

Градуировочные газовые смеси с известными значениями массовой концентрации определяемого(ых) соединения(й) приготавливают стандартизованными методами. Для этого подходят методы, приведенные в ИСО 6141, ИСО 6145 и ИСО 6349. Если методика приготовления применяется в условиях, которые не позволяют установить непрерывную прослеживаемость получаемых значений массовой концентрации к первичным эталонам массы и/или объема, или если не может быть гарантирована химическая инертность со-

зданной системы, то значения массовой концентрации должны быть подтверждены независимым методом.

Сорбционные трубки для градуировки, подготовленные путем прокачивания градуировочной газовой смеси

Сорбционные трубки для градуировки подготавливают путем прокачивания через них точно известного объема градуировочной газовой смеси, например с помощью насоса. При этом объем смеси не должен превышать объема «проскока» для системы анализ – сорбент. После прокачивания градуировочной газовой смеси сорбционную трубку отсоединяют от насоса и герметично закрывают. Для каждой серии проб готовят новые трубки для градуировки. При анализе воздуха рабочей зоны сорбционные трубки подготавливают путем прокачивания, например 100, 200, 400 мл, 1, 2 или 4 л градуировочной газовой смеси. При анализе атмосферного воздуха и воздуха замкнутых помещений трубки подготавливают путем прокачивания, например 100, 200, 400 мл, 1, 2, 4 или 10 л градуировочной газовой смеси.

Растворы для введения с помощью шприца

Раствор, содержащий приблизительно 10 мг/мл каждого жидкого компонента

1 г точно взвешенного определяемого вещества или веществ помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, начиная с наименее летучего, доводят растворителем для разбавления до метки 100 мл, закрывают и встряхивают для перемешивания.

Раствор, содержащий приблизительно 1 мг/мл жидких компонентов

50 мл растворителя для разбавления помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл. В эту же колбу добавляют 10 мл раствора, доводят растворителем для разбавления до метки 100 мл, закрывают и встряхивают для перемешивания.

Раствор, содержащий приблизительно 100 мкг/мл каждого жидкого компонента

10 мг точно взвешенного определяемого вещества или веществ помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, начиная с наименее летучего, доводят растворителем для разбавления до метки 100 мл, закрывают и встряхивают для перемешивания.

Раствор, содержащий приблизительно 10 мкг/мл жидких компонентов

50 мл растворителя для разбавления помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл. В эту же колбу добавляют 10 мл раствора, доводят растворителем для разбавления до метки 100 мл, закрывают и встряхивают для перемешивания.

Раствор, содержащий приблизительно 1 мг/мл газообразных компонентов.

Для газов, например этиленоксида, градуировочный раствор с высоким значением массовой концентрации может быть приготовлен следующим образом. При атмосферном давлении заполняют небольшой пластиковый мешок чистым газом из баллона. Газонепроницаемым шприцем отбирают 1 мл чистого газа и закрывают клапан шприца. В виалу подходящей вместимости вводят 2 мл растворителя для разбавления и закрывают крышку. Конец иглы шприца вводят через мембранную крышку в растворитель, открывают клапан и слегка перемещают поршень, чтобы ввести растворитель для разбавления в шприц. При растворении газа в виале растворителем для разбавления создается вакуум и шприц заполняется растворителем. Раствор сливают в колбу. Шприц промывают полученным раствором дважды, и смывы сливают в колбу. Массу добавленного газа вычисляют с использованием газовых законов, т. е. 1 моль газа при нормальных условиях (температура и давление: 273,15 К и 1013,25 гПа) занимает объем 22,4 л с последующей корректировкой на содержание возможных примесей в чистом газе.

Раствор, содержащий приблизительно 10 мкг/мл газообразных компонентов

Для газов, например этиленоксида, градуировочный раствор с низким значением массовой концентрации может быть приготовлен следующим образом. При атмосферном давлении заполняют небольшой пластиковый мешок чистым газом из баллона. Газонепроницаемым микрошприцем отбирают 10 мкл чистого газа и закрывают клапан шприца. В виалу подходящей вместимости вводят 2 мл растворителя для разбавления и закрывают крышку. Конец иглы шприца вводят через мембранную крышку в растворитель, открывают клапан и слегка перемещают поршень, чтобы ввести растворитель для разбавления в шприц. При растворении газа в виале растворителем для разбавления создается вакуум и шприц заполняется растворителем. Раствор помещают в колбу. Шприц промывают полученным раствором дважды и смывы помещают в колбу. Массу

добавленного газа вычисляют с использованием газовых законов, т. е. 1 моль газа при нормальных условиях (температура и давление: 273,15 К и 1013,25 гПа) занимает объем 22,4 л с последующей корректировкой на содержание возможных примесей в чистом газе.

Сорбционные трубки для градуировки, подготовленные путем введения жидкости с помощью шприца

Сорбционные трубки для градуировки подготавливают путем введения с помощью шприца аликвот градуировочных растворов в чистые сорбционные трубки. Сорбционную трубку подсоединяют к устройству ввода газового хроматографа, через который пропускают инертный газ, а затем через мембрану с помощью шприца для хроматографии вводят от 1 до 4 мкл соответствующего градуировочного раствора. По истечении заданного времени трубку отсоединяют и герметично закрывают. Для каждой серии проб подготавливают свежие сорбционные трубки для градуировки. При анализе воздуха в сорбционные трубки вводят от 1 до 5 мкл растворов. При использовании метанола для удаления большей части разбавленного растворителя из трубки инертный газ пропускают со скоростью 100 мл/мин в течение 5 мин. При использовании других растворителей для разбавления условия отбора проб определяют экспериментальным путем.

Аппаратура

Сорбционные трубки

Сорбционные трубки, совместимые с используемым устройством для термической десорбции. Обычно, но не всегда, сорбционные трубки изготавливают из нержавеющей стальной трубки внешним диаметром 6,3 мм, внутренним диаметром 5 мм и длиной 90 мм. Возможно использование трубок других размеров, однако в таблицах 1-6 приведены рекомендуемые объемы проб (РОП) для трубок указанных настоящих размеров. При анализе нестабильных веществ, таких как серосодержащие соединения, следует использовать остеклованные или стеклянные трубки (обычно внутренним диаметром 4 мм). Один конец трубки маркируют на уровне 10 мм от входного отверстия для пробы. Трубки должны быть заполнены одним или несколькими предварительно обработанными сорбентами таким образом, чтобы сорбент был расположен в зоне нагрева и отстоял от обоих концов трубки не менее чем на 14 мм, чтобы свести к минимуму погрешности, обусловленные диффузионным

прониканием при малой скорости прокачки. Трубки содержат от 200 до 1000 мг сорбента в зависимости от плотности сорбента (обычно около 250 мг пористого полимера либо 500 мг углеродного молекулярного сита или графитированного углерода). Для удержания сорбента в трубке используют сетку из нержавеющей стали и/или силанизированное стекловолокно. Если в одной трубке содержится несколько сорбентов, то их располагают по порядку увеличения степени сорбции и отделяют друг от друга слоем силанизированного стекловолокна, при этом наименее эффективный сорбент должен быть расположен вблизи маркированного конца трубки, служащего входным отверстием для пробы. В одну трубку не следует помещать сорбенты, максимальные рабочие температуры десорбции которых отличаются более чем на 50 °С, иначе это может привести к тому, что либо при кондиционировании, либо при десорбции более термостойких сорбентов будут повреждены менее термостойкие сорбенты.

Крышки для сорбционных трубок

Сорбционные трубки должны быть герметично закрыты при помощи металлических навинчивающихся крышек с покрытием из политетрафторэтилена (ПТФЭ).

Соединение сорбционных трубок

Две сорбционные трубки могут быть последовательно соединены для отбора пробы с помощью металлических навинчивающихся муфт с уплотнительными прокладками из ПТФЭ.

Шприцы прецизионные

Шприцы прецизионные, включая шприц для жидкостей вместимостью 10 мкл с ценой деления 0,1 мкл, газонепроницаемый шприц вместимостью 10 мкл с ценой деления 0,1 мкл и газонепроницаемый шприц вместимостью 1 мл с ценой деления 0,01 мл.

Трубки из пластика или резины

Трубки из пластика или резины длиной 90 см подходящего диаметра для обеспечения герметичного соединения насоса и сорбционной трубки или ее держателя, если он применяется. Для герметичного совмещения сорбционной и соединительной трубок применяют кольцевые зажимы. Не рекомендуется использовать соединительные трубки из резины или пластика перед сорбентом. Их использование может привести к загрязнению пробы или сорбции ЛОС.

Расходомер пузырькового типа

Расходомер пузырькового типа или другое подходящее устройство для калибровки насоса. Расходомер должен быть поверен. Применение не поверенных расходомеров для калибровки насосов может привести к систематической погрешности до нескольких десятков процентов.

Газовый хроматограф

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным (ПИД), фотоионизационным, масс-спектрометрическим или другим подходящим детектором, позволяющим обнаружить введение 0,5 нг толуола при отношении сигнал – шум не менее 5:1. Хроматографическая колонка должна обеспечивать разделение аналитов от других соединений.

Устройство для термической десорбции

Устройство для термической десорбции для проведения двухстадийной термической десорбции из сорбционных трубок и переноса десорбированных паров с помощью потока инертного газа в газохроматографическую систему. В состав типичного устройства входит держатель для фиксации сорбционных трубок во время их нагрева и одновременной отдувки с помощью инертного газа-носителя. Температура и время десорбции, а также расход газа-носителя регулируются. Устройство должно также включать в себя дополнительные элементы, такие как устройства автоматической загрузки трубок для отбора проб и проверки утечек, охлаждаемую ловушку в линии передачи для концентрирования десорбированной пробы. Десорбированную пробу с потоком газа-носителя направляют в капиллярную колонку газового хроматографа через подогреваемую газовую магистраль.

Устройство ввода жидких проб, используемое для подготовки сорбционных трубок для градуировки

Для подготовки сорбционных трубок для градуировки допускается использовать обычное устройство ввода газового хроматографа, которое может быть составной частью газового хроматографа или может быть смонтировано отдельно. Линия газа-носителя должна оставаться подсоединенной к устройству ввода. Конструкция устройства ввода должна иметь возможность подсоединения к

нему, при необходимости, трубки для отбора проб, и уплотнение этого соединения осуществляется с помощью кольцевого зажима.

Отбор проб

Выбирают сорбционную трубку (или сочетание трубок), подходящую для отбираемого соединения или смеси соединений. При использовании двух или более трубок их соединяют между собой при помощи соединительных муфт. Насос подсоединяют к сорбционной трубке или сочетанию трубок с помощью пластиковых или резиновых трубок таким образом, чтобы трубка, содержащая наиболее эффективный сорбент, была расположена ближе к насосу. При отборе проб на рабочем месте для сведения к минимуму взаимного проникания воздуха из трубки в трубку сочетание трубок размещают в вертикальном положении в зоне дыхания. Насос подсоединяют с учетом удобства его использования. При отборе проб в производственном помещении выбирают соответствующее фиксированное место для установки сорбционных трубок. Насос включают и регулируют расход таким образом, чтобы рекомендуемый объем воздуха был отобран в течение определенного периода времени. Рекомендуемый объем отобранного воздуха для анализа ЛОС в соответствии со стандартом ГОСТ Р ИСО 16017-1-2007 составляет от 1 до 10 л. Если общая масса пробы превосходит 1 мг (в каждой трубке), то объем пробы уменьшают соответствующим образом во избежание перегрузки. Эффективность отбора проб составит 100% при условии, что не будет превышена сорбционная емкость сорбентов. Если сорбционная емкость превышена, то будет происходить «проскок» ЛОС из последовательно соединенных сорбционных трубок.

Десорбция и анализ

Сорбционную трубку помещают в устройство для термической десорбции. Из трубки удаляют воздух во избежание получения неверных показаний хроматографа, возникающих вследствие термического окисления сорбента или неподвижной фазы, используемой при газовой хроматографии. Затем трубку нагревают для десорбции паров органических соединений, попадающих в газовый хроматограф в потоке газа-носителя. Направление потока газа на данном этапе должно быть обратным направлению потока газа во время отбора проб, т. е. маркированный конец трубки должен быть расположен у входа в колонку газового хроматографа. Обычно для до-

стижения оптимальной эффективности десорбции расход газа, проходящего через трубку, должен составлять от 30 до 50 мл/мин. При первоначальной продувке сорбционной трубки (емкостью от 2 до 3 мл) для полного удаления из нее воздуха используют объем инертного газа, в 10 раз превышающий емкость трубки (т. е. от 20 до 30 мл). Однако при применении сильно гидрофильных сорбентов возникает необходимость использования большего объема инертного газа с целью снижения содержания сорбированного воздуха и воды во избежание образования льда, который может привести к блокированию охлаждаемой ловушки. Во время продувки стараются снизить до минимума нагревание трубки. После десорбции газообразная проба занимает объем в несколько миллилитров, поэтому перед анализом на капиллярном газовом хроматографе важно провести предварительное концентрирование. Это достигается использованием небольшой вторичной охлаждаемой ловушки с сорбентом, процесс десорбции в которой можно провести достаточно быстро при низком расходе (менее 5 мл/мин) для сведения к минимуму уширения хроматографического пика и получения пиков, сравнимых с пиками, получаемыми на капиллярной колонке. Альтернативой предварительному концентрированию может быть использование пустой вторичной ловушки либо ловушки, содержащей инертный материал, такой как стеклянные шарики, однако такие ловушки необходимо охлаждать до температуры ниже минус 100 °С. Также возможен ввод десорбированной пробы напрямую на вход хроматографа (одноэтапная десорбция), где она будет расфокусирована. В последнем случае необходимо наличие колонки с высоким фазовым отношением (т.е. толщина пленки – 5 мкм, внутренний диаметр – от 0,2 до 0,32 мм) при начальной температуре ниже температуры окружающей среды. При невозможности установки вторичной охлаждаемой ловушки с сорбентом и если для увеличения предварительного концентрирования анализата использована температура криофокусирующего капилляра ниже нуля, то перед проведением десорбции добиваются полного удаления воды из трубки с пробой во избежание образования льда, блокирующего капиллярные соединения трубок и останавливающего процесс термической десорбции. При невозможности установки вторичной охлаждаемой ловушки и при оптимальном расходе от 30 до 50 мл/мин необходимо при работе с капиллярными колонками высокого раз-

решения иметь коэффициент деления потока от 30:1 до 50:1. Таким образом, одноэтапная термическая десорбция может привести к снижению чувствительности. Условия десорбции выбирают таким образом, чтобы провести полную десорбцию аналита из трубки с пробой и чтобы при использовании вторичной ловушки не наблюдалось потерь пробы. Капиллярная колонка или предпочтительнее длинный непокрытый силанизированный капилляр из кварцевого стекла должны проходить через линию передачи от устройства для термической десорбции до газового хроматографа таким образом, чтобы они располагались как можно ближе к сорбенту охлаждаемой ловушки либо как можно ближе к трубке в случае одноэтапной десорбции. Внутренняя трубка должна быть инертной, и ее мертвые объемы должны быть минимальными. На входном и/или выходном отверстии вторичной ловушки располагают разделяющий клапан сброса. На выходном отверстии ловушки его располагают либо у входа, либо у выхода линии подачи пробы. Коэффициенты деления потоков зависят от условий применения.

Определение эффективности десорбции

Эффективность десорбции проверяют путем сравнения хроматографического сигнала от сорбционной трубки для градуировки с сигналом, полученным при введении шприцем аликвот градуировочных растворов или градуировочных газовых смесей непосредственно в хроматограф. На основании полученных данных строят второй градуировочный график (зависимость площади пика от массы аналита). Эффективность десорбции определяют как частное в результате деления отклика, полученного при анализе сорбционной трубки для градуировки на отклик, полученный при введении градуировочного раствора непосредственно в хроматограф. Если эффективность десорбции составляет менее 95%, то необходимо соответствующее изменение параметров десорбции. Некоторые модели устройств термической десорбции (термодесорберов) не имеют приспособления для непосредственного введения жидкости с помощью шприца. В этом случае, а также в случае, когда в трубки вводят градуировочную газовую смесь, эффективность десорбции проверяют путем сравнения градуировочного графика анализируемого вещества с графиком *n*-гексана. Отношение тангенса угла наклона градуировочного графика анализируемого вещества к тангенсу угла наклона графика для *n*-гексана должно быть равно коэф-

фициенту отклика для данного вещества. Коэффициенты откликов других веществ могут быть приближенно вычислены в зависимости от числа эффективных атомов углерода [3]. Если отношение тангенсов углов наклона градуировочных графиков отличается от коэффициента отклика более чем на 10%, то необходимо соответствующее изменение параметров десорбции.

Мешающие вещества

Органические соединения, которые имеют такое же или приблизительно такое же время удерживания, как и анализируемое соединение, будут влиять на результат газохроматографического анализа. Мешающие влияния могут быть сведены к минимуму путем правильного выбора газохроматографических колонок и условий анализа, а также путем обязательной подготовки сорбционных трубок и аналитической системы перед использованием. Настоящий стандарт применяют при анализе воздуха с относительной влажностью не более 95% для всех гидрофобных сорбентов

Меры по предотвращению или уменьшению попадания воды включают в себя деление пробы, удаление влаги из вторичной ловушки методом «сухой продувки», а также снижение объема отобранного воздуха до 0,5 л.

Протокол измерений

Протокол измерений должен содержать следующую информацию: полную идентификацию пробы; ссылку на стандарт; описание места и продолжительности отбора проб, объем отобранного воздуха; барометрическое давление и температуру, если это необходимо; результат анализа; описание любых необычных обстоятельств, замеченных во время анализа; описание любых действий, не установленных стандартом.

Контрольные вопросы:

1. Какие реактивы можно использовать при проведении анализа?
2. С какой целью используют растворитель для разбавления? Какие требования к нему предъявляют?
3. Как осуществляют подготовку сорбентов?
4. Как подготавливают сорбционные трубки для градуировки путем прокаливания?
5. Как готовят растворы для введения жидкости с помощью шприца?

6. Какая аппаратура используется для анализа и отбора летучих органических соединений?
7. Как подготавливают сорбционные трубки для градуировки путем введения жидкости с помощью шприца?
8. Как осуществляют отбор проб?
9. Как проводят десорбцию и анализ газов?
10. Как оформляют протокол измерений?

Практическое занятие 6

Тема: Работа с ГОСТ 24018.8-91 Сплавы жаропрочные на никелевой основе. Методы определения серы

Цель: изучить требования нормативных документов к методам определения серы в жаропрочных сплавах на никелевой основе.

В соответствии с ГОСТ 24018.8-91 Сплавы жаропрочные на никелевой основе. Методы определения серы содержание серы в жаропрочных сплавах на основе никеля определяют кулонометрическим и инфракрасно-абсорбционным (при массовой доле серы от 0,001 до 0,02%) и титриметрическим йодид-йодатным (при массовой доле серы от 0,005 до 0,02%) методами.

Кулонометрический метод

Метод основан на сжигании навески сплава в токе кислорода при температуре 1350–1380 °С в присутствии плавня. Образовавшаяся двуокись серы поглощается раствором с заданным значением рН, что приводит к изменению кислотности раствора и ЭДС индикаторной системы рН-метра. Количество электричества, необходимое для достижения первоначального значения рН поглотительного раствора, пропорциональное массовой доле серы в пробе, фиксируется кулонометром – интегратором тока, показывающим непосредственное содержание серы в пробе в процентах.

Аппаратура, реактивы и растворы

Экспресс-анализатор типа АС-7412, АС-7512, АС-7932, АУС-7544 в том числе в комплекте с автоматическими весами (корректором массы) типа АВ-7301 или КМ-7426. Допускается применение анализаторов другого типа, обеспечивающих точность анализа. Устройство сжигания типа УС-7077. Допускается использование устройств сжигания другого типа, обеспечивающих температуру до

1400 °С. Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147. Лодочки предварительно прокаливают в токе кислорода при рабочей температуре и хранят в эксикаторе. Шлиф крышки эксикатора не рекомендуется покрывать смазывающим веществом. При определении серы менее 0,005% лодочки прокаливают непосредственно перед проведением анализа. Трубки огнеупорные муллитокремнеземистые длиной 650–800 мм с внутренним диаметром 18–22 мм. Крючок из жаропрочной низкоуглеродистой стали диаметром 3–5 мм, длиной 500–600 мм. Кислород технический газообразный по ГОСТ 5583. Аскарит по ТУ 6-09-4128. Кислота соляная по ГОСТ 3118 или ГОСТ 14261, раствор 0,1 моль/дм³. Калий хлористый по ГОСТ 4234. Барий хлористый по ГОСТ 4108. Водорода пероксид по ГОСТ 10929, раствор 300 г/дм³. Кварцевый песок по ГОСТ 22551. Эфир этиловый уксусной кислоты по ГОСТ 22300 или спирт этиловый по ГОСТ 18300. Плавень: оксид ванадия (V), х. ч. по ТУ 6-09-1948, предварительно прокаленный при температуре 400–450 °С в течение 3–4 ч. Плавень хранят в закрытом бьюксе в эксикаторе. Железо карбонильное осч. по ТУ 6-09-3000. Поглотительный и вспомогательный растворы в соответствии с типом применяемого анализатора.

Проведение анализа

Прибор приводят в рабочее состояние согласно инструкции по эксплуатации анализатора. В фарфоровую лодочку помещают 0,2 г плавня (оксида ванадия (V)), навеску сплава 0,5 г, при необходимости промывают эфиром или спиртом, и покрывают сверху 0,2 г плавня (оксида ванадия (V)). Лодочку с навеской пробы и плавнем помещают при помощи крючка в трубку для сжигания, закрывают затвор, устанавливают показания цифрового табло на «0» и сжигают навеску в течение 4 мин. В процессе сжигания пробы поглотительный раствор закисляется, и стрелка рН-метра отклоняется вправо от исходного положения. Автоматически включается ток титрования, а на табло осуществляется непрерывный отсчет показаний. Анализ считают законченным, когда стрелка рН-метра возвращается в исходное положение, а показания цифрового табло не изменяются или изменяются на величину холостого счета прибора; записывают показания цифрового табло, открывают затвор и извлекают лодочку из трубки.

Градуировку экспресс-анализатора осуществляют по стандартным образцам стали типа углеродистой. Результаты анализа используют для корректировки настройки анализатора.

Инфракрасно-абсорбционный метод (ИК-спектроскопия)

Метод основан на сжигании навески сплава в токе кислорода при температуре 1700 °С в присутствии плавня. Массовую долю серы в процентах определяют по количеству образовавшегося оксида серы (IV) измерением количества поглощенных ею инфракрасных лучей.

Аппаратура, реактивы

Анализатор любого типа, основанный на принципе ИК-спектроскопии и обеспечивающий точность анализа, предусмотренную стандартом. Тигли керамические огнеупорные. Перед употреблением тигли прокаливают в муфельной печи при температуре 900–1000 °С в течение 3–4 ч и хранят в эксикаторе. Шлиф крышки эксикатора не рекомендуется покрывать смазывающим веществом. Плавень: смесь вольфрама металлического ШВЧ по ТУ 48-19-57 и олова металлического по ТУ 6-09-2705 в соотношении 1:1. Смесь оксида ванадия(V) по ТУ 6-09-1948 и железа карбонильного осч. по ТУ 6-09-3000 в соотношении 1:5. Эфир этиловый уксусной кислоты по ГОСТ 22300 или спирт этиловый по ГОСТ 18300.

Проведение анализа

Прибор приводят в рабочее состояние согласно инструкции по эксплуатации анализатора. В керамический тигель помещают навеску сплава 1,0 г при необходимости промытую эфиром или спиртом и покрывают приблизительно 2,0 г плавня. Анализ проводят согласно инструкции по эксплуатации анализатора.

Градуировку анализатора проводят по стандартным образцам стали типа углеродистой. Результаты анализа используют для корректировки настройки анализатора.

Титриметрический метод

Метод основан на сжигании навески сплава в токе кислорода при температуре 1350–1380 °С в присутствии плавня. Образовавшийся оксид серы (IV) поступает в абсорбционный сосуд, поглощается водой с образованием сернистой кислоты, которую оттитровывают раствором йодид-йодата калия в присутствии индикатора крахмала.

Аппаратура, реактивы и растворы

Установка для определения серы титриметрическим методом, приведенная на рисунке 1, состоит из баллона с кислородом 1 (допускается использование кислорода из кислородопровода); редукционного вентиля 2; промывной склянки 3, содержащей раствор марганцевокислого калия с массовой концентрацией 40 г/дм³ в растворе гидроокиси калия с массовой концентрацией 400 г/дм³; склянки Тищенко 4 с концентрированной серной кислотой; U-образной трубки 5, заполненной безводным хлористым кальцием или ангидроном (допускается проводить сухую очистку кислорода: для этого вместо склянок 3, 4 и 5 используют хлоркальциевую трубку, колонку с аскаритом и U-образную трубку, содержащую в первой половине (по ходу газа) асбест, пропитанный двуокисью марганца, а во второй – ангидрон); ротаметра 6; двухходового крана 7; трубки муллитокремнеземистой 8; горизонтальной печи 9 с карбидкремниевыми нагревателями, обеспечивающей температуру до 1400 °С; трубки 10 с шарообразным расширением, заполненным ватой для улавливания частиц продуктов сгорания; двухходового крана 11, служащего для пуска газовой смеси в поглотитель, бюретки 12 вместимостью 25 см³; стеклянного поглотительного сосуда 13 высотой 250 мм и диаметром 40 мм; в сосуд входит Г-образная трубка 14, оканчивающаяся барбатором 15 для распыления газов с целью лучшего поглощения двуокиси серы водой; стеклянного сосуда сравнения 16 высотой 250 мм и диаметром 40 мм.

Допускается применение поглотительной ячейки, состоящей из двух стеклянных сосудов внутренним диаметром 30-35 мм высотой 150 мм. В левом сосуде происходит поглощение оксида серы (IV) и титрование полученного раствора сернистой кислоты, в правом сосуде находится раствор сравнения. Сосуды имеют общий слив, который закрывается трехходовым краном и соединены стеклянной переключкой.

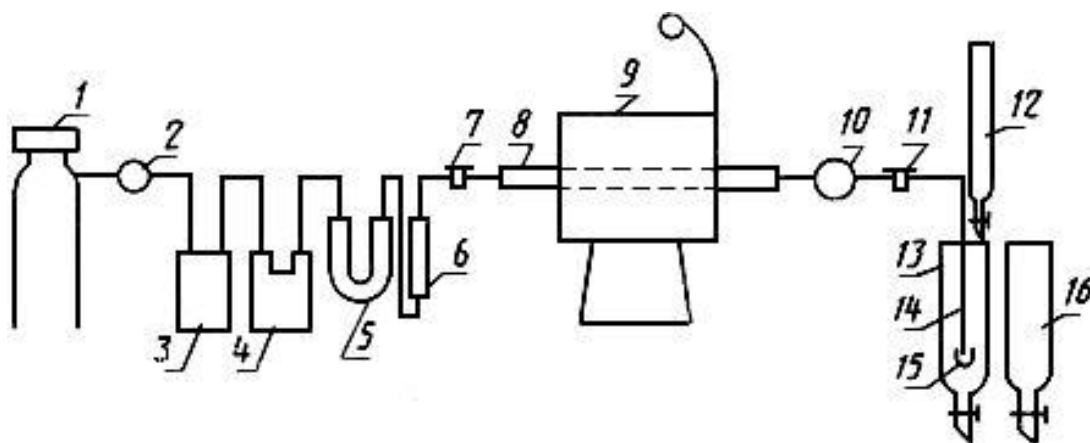


Рис. 1. Схема установки для определения серы титриметрическим методом

Лодочки фарфоровые по ГОСТ 9147. Лодочки прокаливают в токе кислорода при рабочей температуре и хранят в эксикаторе. Шлиф крышки эксикатора не рекомендуется покрывать смазывающим веществом. Трубки муллитокремнеземистые длиной 650–800 мм с внутренним диаметром 18–22 мм. Крючок из жаропрочной низкоуглеродистой стали длиной 500–600 мм, диаметром 3–5 мм. Кислород технический газообразный по ГОСТ 5583. Калий йодно-ватокислый по ГОСТ 4202. Калий йодистый по ГОСТ 4232. Калия гидроокись, раствор с массовой концентрацией 400 г/дм³. Калий марганцевокислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой концентрацией 40 г/дм³ в растворе гидроокиси калия с массовой концентрацией 400 г/дм³. Кальций хлористый по нормативно-технической документации. Аскарит по ТУ 6-09-4128. Ангидрон по ТУ 6-09-3880. Калий сернокислый по ГОСТ 4145. Кислота серная по ГОСТ 4204. Кислота соляная по ГОСТ 3118. Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой концентрацией 0,5 г/дм³: 0,5 г растворимого крахмала смешивают с 50 см³ холодной воды. Полученную суспензию вливают в стакан, содержащий 950 см³ кипящей воды, прибавляют 10 см³ соляной кислоты и кипятят 2-3 мин. После охлаждения прибавляют раствор йодид-йодата калия до получения бледно-голубой окраски раствора и перемешивают. Калия йодид-йодата титрованные растворы. Раствор А: 0,1110 г йодата калия, 15 г йодида калия и 0,4 г гидроксида калия помещают в стакан вместимостью 250 см³ и растворяют в 100 см³ воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в темной бутылке. 1 см³ раствора А соответствует приблизительно 0,00005 г серы. Раствор Б: 100 см³

раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют водой до метки и перемешивают. 1 см³ раствора Б соответствует приблизительно 0,00001 г серы. Массовую концентрацию раствора Б йодид-йодата калия устанавливают по стандартным образцам с известной массовой долей серы, близких по химическому составу к анализируемым пробам.

Подготовка к анализу

Перед проведением анализа проверяют полноту выгорания серы из муллитокремнеземистой трубки. Поглотительный сосуд и сосуд сравнения наполняют на 1/3 высоты раствором крахмала, окрашенного йодид-йодатом калия до светло-голубого цвета. Через поглотительный сосуд пропускают поток кислорода. Если через 4–5 мин раствор обесцветится, добавляют йодид-йодат калия до получения светло-голубой окраски и снова пропускают кислород. Устойчивость окраски в поглотительном сосуде говорит о полном выгорании серы из трубки.

Проверяют установку на герметичность. Для этого в нагретую до рабочей температуры муллитокремнеземистую трубку пропускают кислород при закрытом двухходовом кране. Установку считают герметичной, если в промывной склянке через некоторое время прекратится появление пузырьков газа. В противном случае установку следует разобрать, проверить стеклянные стыки, краны, смазать их вазелином, собрать установку и снова проверить ее герметичность.

Проведение анализа

В фарфоровую лодочку помещают навеску сплава 0,5–1,0 г, при необходимости промытую эфиром или спиртом и 1,5 г смеси оксида меди (II) и железа (III) (при использовании оксида ванадия(V) навеска плавня составляет 0,4 г). Поглотительный сосуд и сосуд сравнения наполняют раствором крахмала, окрашенным раствором йодид-йодата калия до бледно-голубого цвета. Лодочку с навеской пробы и плавнем помещают в наиболее нагретую зону трубки. При закрытых кранах 7 и 11 (рис. 1) трубку закрывают резиновой пробкой (или затвором). Затем осторожно открывают один кран 7 для подачи кислорода в печь и выдерживают пробу под давлением газа 20 с, после чего открывают кран 11 и пропускают поток газа через поглотительный раствор. Для контроля скорости подачи кислорода используют газовый счетчик или реометр и поддержи-

вают расход кислорода 1–1,5 дм³/мин. Когда оксид серы (IV), поступающий из печи в поглотительный раствор, начинает обесцвечивать нижний слой жидкости, из бюретки по каплям прибавляют раствор Б йодид-йодата калия с такой скоростью, чтобы жидкость все время оставалась бледно-голубого цвета. Титрование считают законченным, если интенсивность окраски в растворе в обоих сосудах становится одинаковой и не изменяется в течение 1 мин. Для полноты сжигания навески кислород подают еще в течение 1 мин. Если интенсивность окраски в поглотительном сосуде не уменьшается, то анализ считают законченным.

Для проведения контрольного опыта в лодочку помещают навеску плавня и выполняют анализ как описано выше.

Контрольные вопросы:

1. Какими методами определяют содержание серы в сплавах на никелевой основе?
2. Назовите сущность кулонометрического метода определения содержания серы в никелевых сплавах?
3. Перечислите основную аппаратуру, реактивы и растворы, необходимые для определения содержания серы кулонометрическим методом.
4. Опишите основные этапы кулонометрического метода определения содержания серы в жаропрочных сплавах на никелевой основе.
5. В чем состоит сущность ИК спектроскопического метода определения серы?
6. Перечислите основную аппаратуру и реактивы, применяемые при определении серы ИК спектроскопическим методом?
7. Назовите основные этапы проведения анализа ИК спектроскопическим методом.
8. На чем основан титриметрический метод определения серы в сплавах никеля?
9. Опишите установку для определения серы титриметрическим методом.
10. Перечислите основную аппаратуру, реактивы и растворы, необходимые для определения содержания серы титриметрическим методом.
11. Назовите этапы подготовки к проведению анализа титриметрическим методом.

12. Опишите этапы проведения анализа на определение серы титриметрическим методом.

Практическое занятие 7

Тема: Решение расчетных задач по теме «Расчеты и обработка результатов анализа»

Цель: сформировать умение применять теоретический материал при расчетах и обработке результатов анализа.

Задания к практической работе:

Номера заданий по [7]:

Глава 5.4; Варианты 1-25.

Каждый студент решает свой индивидуальный вариант. Номер варианта совпадает с порядковым номером студента в журнале.

Контрольные вопросы:

1. Какие измерения называются равноточными?
2. С какой целью проводят обработку результатов многократных измерений?
3. На чем основана обработка результатов многократных измерений?
4. Расскажите алгоритм обработки результатов прямых многократных измерений?
5. Какие измерения называются косвенными?
6. Как рассчитывают погрешность результата измерения, выполненного косвенным методом?
7. Расскажите алгоритм расчета абсолютной погрешности результата измерения, выполненного косвенным методом при измерении ряда разноименных величин.
8. Что такое доверительный интервал?
9. Как рассчитать доверительный интервал результата измерения, выполненного косвенным методом?

Практическое занятие 8
Тема: Решение расчетных задач по теме
«Технический анализ вод»

Цель: сформировать умение применять теоретический материал в решении практических задач.

Задания к практической работе:

Номера заданий по [5]:

Глава 4.5; № 4.96-4.110.

Контрольные вопросы:

1. Чем обусловлена жесткость воды?
2. Какие виды жесткости различают?
3. Присутствием каких солей вызвана временная жесткость?
4. Наличием каких солей обусловлена постоянная жесткость воды?
5. Какую жесткость называют общей?
6. Назовите основные методы устранения жесткости?
7. В чем сущность известкового метода устранения временной жесткости?
8. В чем сущность натронного метода устранения временной жесткости?
9. В чем сущность содового метода устранения временной жесткости?
10. В чем сущность содового и фосфатного методов устранения постоянной жесткости?

Практическое занятие 9
Тема: Решение расчетных задач по теме «Анализ газов».

Цель: сформировать умение применять теоретический материал в решении практических задач.

Задания к практической работе:

Номера заданий по [5]:

Глава 2.2; № 2.13, 2.15, 2.16, 2.18, 2.20, 2.23, 2.24, 2.25, 2.27, 2.29, 2.31, 2.45, 2.47, 2.50, 2.51.

Контрольные вопросы:

1. Дайте определение относительной плотности газа.
2. Как вычисляют относительную плотность одного газа по другому?
3. Из какого закона вытекает формула для вычисления относительной плотности газа?
4. Как определить среднюю молярную массу смеси газов? Приведите формулу для расчета в общем виде?
5. Как определить относительную плотность смеси газов по другому газу?
6. Как определить состав газовой смеси по ее молярной массе и плотности?

Практическое занятие 10

***Тема: Решение расчетных задач на тему
«Анализ металлов и сплавов»***

Цель: сформировать умение применять теоретический материал в решении практических задач.

Задания к практической работе:

Номера заданий по [6]:

Глава 5; № 95-97, 106, 112, 117, 119, 134, 140, 144, 148, 154, 160, 162, 175, 184.

Глава 6; № 1, 35.

Контрольные вопросы:

1. Что такое массовая доля?
2. Дайте определение титриметрическому анализу?
3. Как с помощью титриметрического анализа определить содержание металла в образце? Ответ поясните на примере любой задачи.
4. Что такое гравиметрический анализ?
5. Как с помощью гравиметрического анализа определить содержание металла в образце? Ответ объясните с помощью задачи.

Основная литература

1. Апарнев, А. И. Аналитическая химия: учебное пособие для СПО / А. И. Апарнев. – 2-е изд., испр. и доп. – Москва : Юрайт, 2025. – 77 с. Режим доступа: <https://urait.ru/book/analiticheskaya-himiya-555817>.
2. Александрова, Э. А. Аналитическая химия в 2 книгах. Книга 1. Химические методы анализа / Э. А. Александрова. – 3-е изд., испр. и доп. – Москва : Юрайт, 2018. – 551 с. – Режим доступа: <https://biblio-online.ru/book/analiticheskaya-himiya-v-2-knigah-kniga-1-himicheskie-metody-analiza-426267>.
3. Александрова, Э. А. Аналитическая химия в 2 книгах. Книга 2. Физико-химические методы анализа / Э. А. Александрова. – 3-е изд., испр. и доп. – Москва : Юрайт, 2018. – 355 с. – Режим доступа: <https://biblio-online.ru/book/analiticheskaya-himiya-v-2-knigah-kniga-2-fiziko-himicheskie-metody-analiza-426268>.
4. Алексеев, Л. С. Контроль качества воды / Л. С. Алексеев. – Москва : НИЦ ИНФРА-М, 2018. – 159 с. – Режим доступа: <http://znanium.com/go.php?id=953964>.
5. Олейников, Н. Н. Химия. Алгоритмы решения задач и тесты : учебное пособие для среднего профессионального образования / Н. Н. Олейников, Г. П. Муравьева. – 3-е изд., испр. и доп. – Москва : Издательство Юрайт, 2018. – 249 с. – (Профессиональное образование). – ISBN 978-5-9916-9665-4. – Текст : электронный // Образовательная платформа Юрайт [сайт]. – URL: <https://web0.urait.ru/bcode/415083> (дата обращения: 18.03.2026).

Дополнительная литература

6. Борисов, А. Н. Аналитическая химия. Расчеты в количественном анализе / А. Н. Борисов. – 2-е изд., испр. и доп. – Москва : Юрайт, 2018. – 119 с. – Режим доступа: <https://biblio-online.ru/book/analiticheskaya-himiya-raschety-v-kolichestvennom-analize-426639>.
7. Кайнова, В. Н. Метрология, стандартизация и сертификация / В. Н. Кайнова. – Практикум. – Санкт-Петербург : Лань, 2015. – 368 с. – Режим доступа: http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=61361.