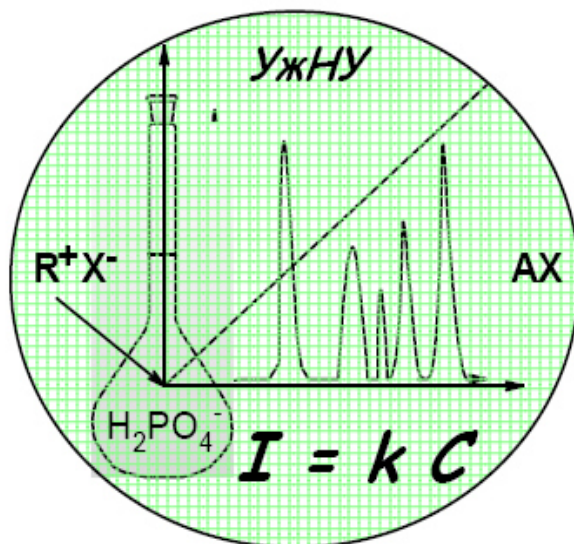


МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД
«УЖГОРОДСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ»
КАФЕДРА АНАЛІТИЧНОЇ ХІМІЇ

О. Г. Воронич, Я. Р. Базель, Я. І. Студеняк, М. В. Фершал

АНАЛІЗ ТЕХНІЧНИХ ОБ'ЄКТІВ

НАВЧАЛЬНО-МЕТОДИЧНИЙ ПОСІБНИК



Ужгород-2016

Воронич О.Г., Базель Я. Р., Студеняк Я. І., Фершал М.В.

Аналіз технічних об'єктів: Навчально-методичний посібник. – Ужгород, 2016. – 72 с.

Навчально - методичний посібник призначений для самостійної роботи студентів - при підготовці до виконання лабораторних робіт, здачі колоквіумів. В посібнику подано інформацію про особливості проведення аналізу деяких технічних об'єктів та їх основні властивості.

Приведено прописи методик визначення деяких компонентів та інтегральних параметрів вод, металів і сплавів, добрив, нафтопродуктів та біопалив. В посібнику містяться переліки контрольних питань (тестових та розрахункових задач), а також робоча програма курсу «Аналіз технічних об'єктів» за якою студенти проходять навчання на хімічному факультеті.

Посібник призначений для студентів хімічних спеціальностей вищих навчальних закладів. Може бути корисним для хіміків-аналітиків, які працюють в аналітичних лабораторіях різного профілю.

Рекомендовано до друку методичною комісією та Радою хімічного факультету

ДВНЗ «Ужгородський національний університет»

Рецензенти:

Балог Йосип Степанович, д.х.н., професор кафедри хімії Ниредьгазької Вищої Школи

Онисько Михайло Юрійович, к.х.н., доцент, зав. кафедри органічної хімії ДВНЗ «УжНУ».

© **Воронич О.Г., Базель Я. Р.,
Студеняк Я. І., Фершал М.В., 2016**

ЗМІСТ

| | |
|---|----|
| ВСТУП | 5 |
| ПРОГРАМА КУРСУ «АНАЛІЗ ТЕХНІЧНИХ ОБ'ЄКТІВ» | 7 |
| ТЕМАТИЧНИЙ ПЛАН лабораторних занять з курсу «Аналіз технічних об'єктів»: | 10 |
| РОЗДІЛ I. АНАЛІЗ СТІЧНИХ ТА ПРИРОДНИХ ВОД | 11 |
| 1.1. Загальні положення | 11 |
| 1.2. Відбір, консервація та зберігання проб води | 13 |
| 1.3. Методики аналізу стічних вод | 14 |
| Лабораторна робота № 1. Визначення “активного хлору” | 14 |
| Лабораторна робота № 2. Екстракційно-фотометричне визначення поверхнево-активних речовин | 16 |
| Лабораторна робота № 3. Визначення перманганатної окиснюваності вод (перманганатного індекса). | 18 |
| Лабораторна робота №4. Визначення вмісту мангану у технічній воді. | 19 |
| Лабораторна робота №5. Фотометричне визначення загального хрому та хрому (VI) з дифенілкарбазидом у стічній воді. | 21 |
| Лабораторна робота №6. Одночасне полярографічне визначення плюмбуму та цинку у пробі води. | 23 |
| Лабораторна робота №7. Визначення натрій ацетату в технічному зразку (стічній воді) з розділенням на катіоніті | 25 |
| Контрольні питання та задачі для самопідготовки | 27 |
| РОЗДІЛ II. АНАЛІЗ АГРОХІМІЧНИХ ОБ'ЄКТІВ | 29 |
| 2.1. Загальна характеристика добрив | 29 |
| 2.2. Контроль виробництва азотних добрив | 30 |
| Лабораторна робота № 8. Фотометричний метод визначення амонійного азоту | 30 |
| Лабораторна робота № 9. Іонометричне визначення нітрат-іонів у добривах | 31 |
| 2.3. Контроль виробництва фосфорних добрив | 31 |
| Лабораторна робота 10. Фотометричний метод визначення фосфору в мінеральних добривах | 31 |
| Контрольні питання, задачі та тести для самопідготовки | 33 |
| РОЗДІЛ III. АНАЛІЗ РУД, МЕТАЛІВ ТА СПЛАВІВ | 35 |
| 3.1 Загальна характеристика сплавів | 35 |
| 3.2 Способи переведення металів та сплавів в розчин | 36 |
| 3.3. Методи хімічного аналізу сплавів | 38 |
| Лабораторна робота №11. Визначення нікелю в кольорових сплавах комплексонометричним методом | 38 |
| Лабораторна робота № 12. Фотометричне визначення титану в сплаві | 38 |
| Лабораторна робота № 12. Фотометричне визначення титану в сплаві | 39 |
| Лабораторна робота № 13. Фотометричне визначення кобальту в нікелевих сплавах | 40 |
| Контрольні питання, задачі та тести для самопідготовки | 42 |
| РОЗДІЛ IV. АНАЛІЗ НАФТОПРОДУКТІВ, ТВЕРДОГО ПАЛИВА ТА БЮПАЛИВА | 45 |
| 4.1 Аналіз нафтопродуктів | 45 |
| Лабораторна робота № 14. Якісний аналіз нафтопродуктів щодо присутності водорозчинних кислот і лугів | 45 |
| Лабораторна робота №15. Тест-метод оцінки забрудненості та окислення олив. Крапельна проба. | 47 |
| Лабораторна робота № 16. Визначення бензену та сумарного вмісту ароматичних вуглеводнів в бензинах методом газової хроматографії. | 48 |

| | |
|---|----|
| 4.2. Аналіз та характеристика біопалив. Біодизель та пелети. | 52 |
| Лабораторна робота 17. Визначення зольності твердого біопалива | 54 |
| Контрольні питання та тести для самопідготовки | 55 |
| Перелік питань , що виносяться на екзамен з курсу «Аналіз технічних об'єктів» | 58 |
| Перелік рекомендованої літератури | 60 |
| ДОДАТКИ | 62 |
| Д.1. Поширені методи визначення хімічного складу природних та стічних вод | 62 |
| Д.2. Хімічний склад, маркування та області використання поширених металів та сплавів. | 65 |
| Д.3. Способи переведення в розчин металів та сплавів | 69 |

Вступ

Навчальна дисципліна “Аналіз технічних об’єктів” є логічним продовженням вивчення аналітичної хімії, яка нерозривно зв’язана з контролем технологічних процесів переробки різних речовин в будь якій галузі промисловості. **Метою** даної дисципліни є поглиблення теоретичних та практичних знань студентів з методів якісного та кількісного аналізу речовин та матеріалів, встановлення тісних зв’язків між класичними і сучасними методами аналізу реальних об’єктів та засвоєння науково-обґрунтованих методів, наближення навчання студентів до умов і вимог сучасних виробництв, розвиток хімічної грамотності, вироблення навиків для самостійної організації науково-дослідних робіт, що наближує освіту до вимог Болонського процесу. Загальна кількість годин, яка відводиться для вивчення дисципліни складає 120 годин (кількість кредитів: 4), з яких лекції - 24 год., лабораторні – 36 год., самостійна навчальна і наукова діяльність - 60 год. Завершується вивчення курсу – екзаменом.

Кваліфікаційні вимоги до знань, умінь та навичок які ставляться до студента прививченні курсу

Студент повинен:

знати: основи теорії і практики методів аналітичного контролю неорганічних та органічних речовин; основні хімічні інгредієнти в об’єктах; переваги і недоліки кожного методу при вирішенні певних завдань; загальну схему і етапи аналізу об’єктів; теоретичні основи, області використання різноманітних методів в аналізі об’єктів.

вміти: самостійно виконувати різноманітні хімічні операції по аналізу реальних об’єктів (відбір та підготовка проб для аналізу, пошук методів розкладу проб та їх безпосереднього аналізу, проведення різноманітних методів аналізу технічних об’єктів, перевірка правильності результатів контролю, статистична обробка та інтерпретування даних).

Предметом курсу «Аналіз технічних об’єктів» є вивчення хімічних та інструментальних методів контролю відповідності вихідної сировини, матеріалів та готової продукції встановленим нормативам, а також контроль за викидами в результаті технологічних операцій у промисловості. До *технічних об’єктів* відносять: необхідну для виробництва сировину (концентрати, речовини, суміші), напівфабрикати, різноманітні технічні продукти, а також відходи промисловості. В посібнику приведено описи лабораторних робіт по аналізу різноманітних об’єктів: стічних вод, агрохімічних об’єктів, металів та сплавів, нафтопродуктів.

В першому розділі розглянуто основні етапи аналізу стічних та природних вод, приведено способи відбору, консервації, зберігання проб води, методики визначення деяких хімічних інгредієнтів та їх характеристики.

Другий розділ присвячено методам аналізу агрохімічних об'єктів, передусім методам аналізу мінеральних добрив. Приведено класифікацію та фізико-хімічні властивості добрив, що можуть бути корисними при їх аналізі.

У третьому розділі розглянуто загальні характеристики металів та сплавів, способи переведення у розчин, а також класичні методи визначення основних компонентів та домішок.

Четвертий розділ присвячено енергоносіям – нафтопродуктам та біопаливам (біодизель, пелети), де приведено їх важливіші характеристики та описи деяких методик аналізу.

Приведені в посібнику тестові завдання, розрахункові задачі та питання для самопідготовки сприятимуть розвитку самостійної роботи студентів.

ПРОГРАМА КУРСУ «АНАЛІЗ ТЕХНІЧНИХ ОБ'ЄКТІВ»

Організація проведення технічного аналізу

Загальні принципи технічного аналізу

Предмет і завдання курсу. Класифікація об'єктів аналізу: за агрегатним станом, по хімічній природі, по походженню об'єкта, по ступеню поширення та їх важливості. Загальна схема та етапи проведення технічного аналізу.

Методи відбору і підготовки проб

Класифікація проб та техніка їх відбору. Відбір генеральної проби. Розрахунки наважки проби. Відбір проби газів. Види проб газів: середня, верхня, центральна, нижня, складна, періодична, разова проби. Відбір проб рідин: гомогенних та гетерогенних. Методи відбору проб твердих речовин: злитків, стержнів і прутків (дроту), сипучих матеріалів. Розрахунок маси проби твердих речовин. Пробопідготовка. Консервація, зберігання проб. Гомогенізація проб. Методи скорочення проб: квадратування, квартуванням, шаховим способом або за допомогою механічних скорочувачів.

Методи розкладу проб

Якісний склад проби, вибір методу аналізу. Етапи підготовки проб до аналізу залежно від мети аналізу, природи об'єкту і вибраного методу. Вода в пробах :хімічно незв'язана, хімічно зв'язана. Визначення води по методу Фішера. Висушування зразків.

Розклад проб за допомогою хімічних реакцій “мокрим” і “сухим” шляхом. “Мокрі” методи – розчинення проби в кислотах і лугах. Кислоти – неокисники: HCl , HI , H_2SO_4 (розв), CH_3COOH . Кислоти-окисники: HNO_3 , HClO_4 , H_2SO_4 (к). Луги і лужні розчини (Na_2CO_3 , $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{K}_2\text{CO}_3$, NaOH). Використання “сухих” методів. Термічний розклад. Піроліз. Мікрохвильові печі. Сплавлення. Спікання, метод Лоуренса-Сміта. Фізичні методи .

Методи розкладу органічних речовин. Мокре озолення (окиснення), сухе озолення; метод спалювання в трубці в струмені O_2 або повітря. Метод спалювання киснем в закритій ємності по Штонігеру.

Методи аналізу

Методи аналізу технічних об'єктів: хімічні, фізико-хімічні та фізичні , їх загальна характеристика.

Використання хімічних методів аналізу (гравіметрія, титриметрія) для контролю ТО , їх переваги та недоліки. Перспективи їх розвитку та розширення

областей використання. Автоматизація хімічних методів аналізу. Використання тест – методів аналізу: тест-папірці, індикаторні трубки. Метрологічні характеристики методу. Аналітичні можливості, метрологічні характеристики та області використання електрохімічних методів аналізу: потенціометрія (йонOMETрія), вольтамперометрія. Використання оптичних методів (фотометрія, спектрофотометрія, люмінесценція) для контролю ТО, можливості методів, метрологічні характеристики. Переваги та недоліки методів. Хроматографічні методи контролю, основні різновидності, аналітичні можливості. Біологічні методи контролю ТО, область використання, метрологічні характеристики.

Вибір методу аналізу. Перевірка правильності результатів контролю та статистична обробка даних. Автоматизація методів контролю технічних об'єктів. Стандартизація, державні стандарти України (ДЕСТУ), види стандартів.

Аналіз агрохімічних об'єктів

Добрива, їх класифікація, властивості. Контроль у виробництві добрив.

Азотні добрива

Азотні добрива, їх види та властивості. Кількісне визначення різних форм нітрогену – амонійної, нітратної, нітритної. Визначення загального азоту (метод Дюма) та органічного по методу Кьельдаля. Методи визначення амонійної форми – формальдегідний метод та метод відгонки, фотометричний метод по Неслеру, Грісу. Визначення азоту в нітратах і нітритах – нітрометричний метод, перманганатометричний, метод Деварда.

Фосфорні добрива

Фосфорні добрива, класифікація, властивості. Пробопідготовка при визначенні різних форм фосфору – загального, засвоюваного, водорозчинного та фосфорної кислоти. Визначення вологи. Титриметричні, фотометричні та екстракційно-фотометричні методи визначення фосфору на основі утворення гетерополікислот. Аналіз суперфосфатів.

Калійні добрива

Калійні добрива, види. Методи визначення калію (полум'яно-фотометричний, йонOMETричний, та радіометричний). Методи визначення інших макроелементів – кальцію, магнію, феруму, алюмінію.

Пестициди

Пестициди, їх класифікація та методи аналізу.

Аналіз неорганічних та органічних речовин

Аналіз металів, сплавів, руд та мінералів

Загальна характеристика металів і сплавів, їх класифікація. Типи руд.

Аналіз сплавів чорних металів

Визначення основних домішок в сталях. Форми вуглецю в сплавах: вільний (елементний), зв'язаний, твердий розчин, газоподібний. Методи визначення різних форм вуглецю. Визначення CO_2 газооб'ємним, гравіметричним або об'ємним чи потенціометричним методами. Методи визначення сірки (S): метод відгонки, гравіметричний, йодометричний. Визначення Р в сплавах: гравіметричний, титриметричний (молібдатний), фотометричний методи.

Визначення легуючих добавок. Гравіметричний та фотометричний методи визначення Ni та Co. .

Кількісні методи визначення Mn – хлоратний, комплексонометричний, потенціометричний, фотометричний.

Аналіз кольорових та спеціальних сплавів

Характеристика сплавів. Латуні. Бронзи. Маркувальні реакції для сплавів. Йодометричний метод визначення Cu. Титриметричний метод визначення Zn в бронзах з дитизоном. Фотометричний метод визначення Sn з фенілфлуороном.

Аналіз легких сплавів.

Загальна характеристика сплавів, особливості пробопідготовки. Методи кількісного визначення алюмінію, магнію, кальцію.

Аналіз силікатних матеріалів.

Загальна характеристика силікатів. Визначення вологості – загальної, гігроскопічної, хімічно зв'язаної і кристалізаційної. Способи розчинення силікатних матеріалів. Визначення летучих компонентів – прокалюванням, окисненням та фотометрично. Аналіз рідкого скла. Визначення модулю скла. Аналіз піску. Аналіз вогнетривких матеріалів.

Аналіз твердого палива та нафтохімічних продуктів.

Загальна характеристика твердого палива. Визначення вологи, золи, сульфуру та летких продуктів у паливі. Методи визначення деяких основних показників нафтопродуктів: густини, в'язкості, текучості. Визначення вологи, мінеральних кислот та солей в нафтопродуктах.

Продукти промислово - органічного синтезу.

Технологічних стадії виготовлення виробів з полімерів. Аналіз полімерів. Визначення в мономері основної речовини, домішок, інгібітора, ініціатора. Технологічні характеристики полімерів: коксове число, життєздатність, число омилення, кислотне, йодне, ацетильне.

Тематичний план лабораторних занять з курсу «Аналіз технічних об'єктів»:

| № п/п | Назва лабораторної роботи | Кількість годин |
|------------------|--|------------------------|
| Модуль 1. | | |
| 1 | Техніка безпеки при виконанні лабораторних робіт. Правила відбору середньої проби. Приготування стандартних розчинів. | 4 |
| 2 | Визначення натрію ацетату в стічних водах та технічному зразку з розділенням на катіоніті. Колоквіум №1 (тема: організація проведення технічного аналізу). | 5 |
| 3 | Фотометричний метод визначення фосфору в мінеральних добривах. Колоквіум №2 (тема: аналіз агрохімічних об'єктів). | 8 |
| 4 | Фотометричний метод визначення амонійного азоту | 5 |
| Модуль 2. | | |
| 5 | Визначення нікелю в кольорових сплавах комплексонометричним метод. | 5 |
| 6 | Фотометричне визначення кобальту в нікелевих сплавах. Колоквіум №3 (тема: аналіз металів, сплавів, руд та мінералів). | 10 |
| 7 | Якісний аналіз нафтопродуктів щодо присутності водорозчинних кислот і лугів. Колоквіум №4 (тема : аналіз твердого палива та нафтохімічних продуктів). | 5 |

РОЗДІЛ І. АНАЛІЗ СТИЧНИХ ТА ПРИРОДНИХ ВОД

1.1. Загальні положення

Залежно від походження та за призначенням розрізняють: природні, питні та стічні води. Таку класифікацію доцільно враховувати при проведенні аналізу, оскільки такі об'єкти відрізняються, як за хімічним складом, так і показниками, що регламентуються Держстандартом України. В результаті діяльності людини, відмінності між цими водами поступово нівелюються, передусім внаслідок зростаючого забруднення природних вод, внаслідок чого зникають “старі” види вод і виникають нові “культурні” води. Змінюється також і характер забруднення природних вод в плані появи у їх складі таких забруднюючих речовин, як нафтопродукти, важкі метали, синтетичні органічні сполуки (детергенти, пестициди та ін.).

В зв'язку з цим виникають нові аналітичні проблеми, пов'язані з розробкою більш надійних - селективних, експресних і простих методик визначення забруднювачів вод. Зрозуміло, що за відсутності належних методик неможливе й успішне проведення природоохоронних заходів, спрямованих на усунення забруднення гідросфери.

Алгоритм вибору методики визначення певного компоненту чи параметра об'єкту аналізу майже однаковий для всіх видів проб, як рідких, так і газоподібних чи твердих. При виборі методики аналізу слід враховувати:

- а) інтервал концентрацій компоненту, що визначається;
- б) необхідну точність отриманих результатів;
- в) присутність у зразках компонентів, які можуть впливати на результати (селективність);
- г) фізичні та хімічні властивості проби;
- д) число проб, що підлягають аналізу.

Методи кількісного аналізу, в яких використовують зразки порівняння, називаються *відносними* методами хімічного аналізу. Серед поширених в аналітичній практиці способів (методів) проведення кількісного визначення можна назвати: метод градуювального графіка, метод стандартів та метод добавок (розрахунковий чи графічний). Значно рідше використовують *безеталонні (абсолютні)* методи аналізу – гравіметрію чи кулонометрію.

Важливою проблемою, що виникає в ході аналізу є досягнення правильних результатів. Вважається, що кращим способом перевірки правильності методик є аналіз стандартних зразків (СЗ) - зразків, для яких вміст визначуваного компонента відомий, а хімічний склад - близький до аналізованих проб (як за домішками, так і за матрицею). При відсутності стандартних зразків перевірку методики здійснюють методом стандартних добавок. Для цього до зразка що аналізують, вводять певну кількість визначуваного компоненту і перевіряють результат визначення введеної кількості. В деяких випадках використовують метод добавок в поєднанні з

методом подвоєння наважки, який дозволяє виявити помилки, обумовлені способом обробки зразка та негативним впливом сторонніх компонентів.

Результати аналізу, отримані однією і тією ж методикою у постачальника та споживача можуть не збігатись. В такому випадку проводять *арбітражний* аналіз.

За хімічним складом стічні води є більш складними, ніж природні і в їх складі можна зустріти практично всі компоненти, що використовуються чи виготовляються промисловістю чи сільським господарством. Тому арсенал аналітика повинен бути достатньо потужним і включати різноманітні хімічні, фізико-хімічні та фізичні методи аналізу. За своїми можливостями ці методи дещо відрізняються, що ілюструється приведеними (Таблиця 1.1) загальними аналітичними характеристиками.

Таблиця 1.1

Основні характеристики груп методів аналізу природних та стічних вод

| Характеристика методу | Хімічні | Фізико-хімічні | Фізичні |
|---|----------------|----------------|------------|
| 1. Межа визначення, мг/л | 1,0 - 0,1 | 0,05-0,005 | 0,01-0,001 |
| 2. Точність аналізу, відн. % | 0,01 - 0,5 | 1 – 10 | 1 – 20 |
| 3. Тривалість аналізу (без пробопідготовки), хв. | 30 - 200 | 15 – 60 | 10-30 |
| 4. Селективність | помірна | висока | висока |
| 5. Вартість у відносних одиницях | 1 | 20 – 100 | 100 – 500 |
| 6. Можливість швидкого виконання масових аналізів | Низька-помірна | помірна-висока | висока |
| 7. Рівень автоматизації | низький | високий | високий |

Зрозуміло, що приведені в таблиці 1.1 характеристики є узагальнюючими і не враховують особливостей того чи іншого методу. Крім цього, можливості методу часто залежать від хімічного складу об'єкту аналізу. Для складних об'єктів приведені показники погіршуються в результаті необхідності використання методів попереднього розділення та концентрування речовин.

Найбільш поширені методи визначення основних параметрів та хімічних компонентів вод приведено в додатку (таблиця Д1).

1.2. Відбір, консервація та зберігання проб води

Відбір проб води є важливим етапом аналізу. Правильна оцінка якості води в значній мірі залежить від умов відбору, консервування та зберігання проб. Помилки, допущені при цьому, виправити практично неможливо.

В зв'язку з тим, що хімічний склад природних та стічних вод не є сталим, достатньо повна характеристика досягається шляхом проведення серійного відбору проб. Причому, залежно від походження, відбір проб проводять по різному. У випадку природних водних об'єктів (річки, озера, водойми тощо) вибирають певні точки по акваторії, в яких відбирають проби з різних глибин і в різний час, хоча б один раз в гідрологічний сезон (весна, літо, осінь, зима). З річок відбирають пробу в фарватері, з глибини 20-50 см. З озер, водоймищ та інших об'єктів з стоячою або мало протічною водою проби відбирають з різних глибин - 20-50 см від поверхні, на середній глибині і 50 см від дна. Такі проби називають *простими*; вони характеризують якість води у даному пункті і в певний час. При об'єднанні серії простих проб одержують *змішані* проби, які характеризують середній хімічний склад води в певній частині водного об'єкту (в цілому об'єкті) за певний проміжок часу.

Для визначення хімічного складу *стічних* вод проби відбирають через певні проміжки часу, у відповідності до режиму їх спуску. Середній склад за певний проміжок часу встановлюють аналізом суміші проб, відібраних у кількостях, пропорційних витратам стічної води в момент відбору.

Консервація проб вод націлена на збереження їх хімічного складу у ході транспортування або зберігання. Консервацію проб проводять у випадках коли неможливо виконати аналіз на місці відбору проби, або ж потрібно визначити (після транспортування та зберігання на протязі певного часу) такі інгредієнти, концентрація яких може змінитися внаслідок біологічних та фізико-хімічних процесів, що самовільно протікають у природній чи стічній воді. В табл. 1.2 наведено найбільш поширені правила консервації проб води при визначенні відповідних компонентів.

Порушення правил консервації може призвести до значних змін концентрації нестабільних інгредієнтів. Взагалі, найбільш достовірні, хоча, можливо, і не досить точні результати одержують при аналізі води безпосередньо після відбору проби. Тому для обстеження гідрохімічної ситуації на природних водних об'єктах все частіше застосовують переносні прилади або пересувні лабораторії, які можуть працювати в автономному режимі в польових умовах. При аналізі більшості стічних вод виникає менше проблем, тому що на потужних промислових та сільськогосподарських виробництвах наявні стаціонарні лабораторії здатні вирішувати такі завдання.

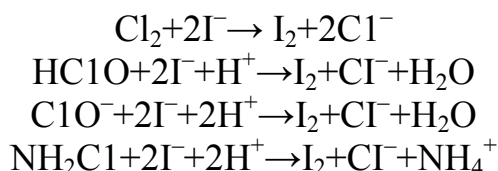
Таблиця 1.2

Консервація проб природних та стічних вод

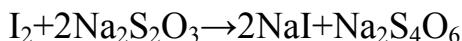
| Порядок проведення консервації | Компонент, що визначають |
|--|--|
| Аналіз проводять відразу після відбору проби (без консервації) | pH, кисень, кислотність, лужність, компоненти карбонатної системи, агресивний CO ₂ , хлор, БСК, озон, формальдегід, різні форми феруму (II, III) |
| Проби можна зберігати певний час без консервації. | Зависі (1 доба), БСК (3-4°C, 1 доба), смак (2 год.), запах (2 год.), каламутність (1 доба), прозорість (1 доба), питома електропровідність (1 доба), гумусові речовини (3 доби), лігнінсульфонові кислоти (3 доби), ароматичні вуглеводні (холодильник, 1 доба), жирні кислоти (в день відбору), цукри (1 доба), сульфіді та сульфіти (якомога скоріше після відбору проби), феноли (не більше 5 діб), ціаніди (підтримують pH 11-12 і витримують при 3-4°C) |
| Консервація не потрібна | Твердість води (Ca ²⁺ та Mg ²⁺), калій, натрій, флуориди, хлориди |
| 5 см ³ концентрованої HCl на 1 дм ³ проби | Алюміній, купрум, арсен (III) |
| 1 см ³ концентрованої H ₂ SO ₄ на 1 дм ³ проби | Амоніак, амоній, нітрати, азот загальний, ХСК, С _{орган.} , цинк |
| 5 см ³ концентрованої HNO ₃ на 1 дм ³ проби | Кадмій, манган, купрум, ніколь, плюмбум, арсен (V), хром (III, VI), меркурій |
| 25см ³ концентрованої HNO ₃ на 1 дм ³ проби | Загальний вміст феруму |
| 2-4 см ³ хлороформу на 1 дм ³ проби | Амоніак, амоній, нітрати, нітрити, азот загальний, фосфати, сульфати, аніоноактивні сПАР |

1.3. Методики аналізу стічних вод**Лабораторна робота № 1. Визначення “активного хлору”.**

1. Принцип методу. “Активний хлор” з’являється у стічних або питних водах внаслідок їх обробки хлоруючими засобами (хлором, хлорним вапном, хлорамінами, тощо) з метою розкладу ціанідів, органічних речовин та знезараження. Під терміном “Активний хлор” розуміють сумарний вміст вільного хлору Cl₂, гіпохлорит – іонів (ClO⁻) та хлорамінів. Ці речовини при додаванні калій йодиду та підкисленні проби води виділяють вільний йод:



Йод, що виділяється титрують розчином натрію тіосульфату в присутності крохмалю:



Метод дозволяє визначити $\geq 0,05$ мг/дм³ «активного хлору» в пробі води.

Якщо проводити титрування у присутності розведеної ацетатної кислоти, визначенню «активного хлору» не заважають нітрити, манган та ферум. Перешкоджають визначенню значні кількості органічних речовин.

2. Реактиви.

Калій дихромат, стандартний розчин з молярною концентрацією еквіваленту $C(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1$ моль/дм³ (розчиняють 4,9032 г $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ у дистильованій воді і доводять об'єм водою до 1,0 дм³ в мірній колбі).

Натрій тіосульфат, розчин з $C(1/2 \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1$ моль/дм³ (розчиняють 25 г $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$ у дистильованій воді, додають 0,2 г Na_2CO_3 і доводять об'єм водою до 1,0 дм³. Стандартизацію виготовленого розчину проводять йодометрично за стандартним розчином калій дихромату.

Натрій тіосульфат, розчин з концентрацією $C(1/2 \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01$ моль/дм³ (розводять 100 см³ 0,1 моль/дм³) робочого розчину до 1,0 дм³ дистильованою водою і додають 0,2 г Na_2CO_3). Точну концентрацію отриманого розчину встановлюють за стандартним розчином калій дихромату.

Калій йодид, 10 % водний розчин.

Крохмаль, 0,5 % водний розчин.

Ацетатна кислота, 30% розчин.

3. Обладнання.

Бюретка об'ємом 25 см³; конічні колби ємністю 100 см³; мірні колби ємністю 1000 см³, мірні піпетки на 5 та 10 см³.

4. Методика аналізу. До 0,5 – 1,0 дм³ проби води додають 5 см³ 30 % розчину ацетатної кислоти і 10 см³ 10% розчину калій йодиду. Титрують розчином натрій тіосульфату до слабо жовтого кольору, після чого додають 1 см³ 10% розчину крохмалю і титрують до зникнення синього забарвлення. Аналогічно титрують “холосту” пробу, якою служить дистильована вода. Якщо на титрування витрачається більше як 20 см³ розчину натрій тіосульфату то для наступного титрування відбирають відповідно менший об'єм проби.

5. Розрахунки.

Вміст «активного хлору» (у мг/см³) в перерахунку на хлор розраховують за рівнянням:

$$C = \frac{(V_1 - V_2) \cdot C_m \cdot 35,45 \cdot 1000}{V}$$

де V_1 , V_2 – об'єми розчину натрій тіосульфату, витрачені на титрування досліджуваного зразку та “холостого” дослідження відповідно, см³;

C_m – молярна концентрація еквіваленту натрій тіосульфату, моль/дм³;

V - об'єм води взятої для титрування, см³;

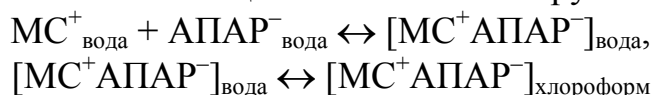
35,45 - атомна маса хлору.

Лабораторна робота № 2. Екстракційно-фотометричне визначення поверхнево-активних речовин

1. Принцип методу (ДСТУ 2161– 93). Внаслідок широкого застосування у промисловості та побуті миючих засобів, основними компонентами яких є синтетичні поверхнево-активні речовини (сПАР), вони є забруднювачами природних, господарсько-побутових та промислових стічних вод.

За природою утворюваних в розчинах частинок (зарядом іонів) сПАР поділяють на аніоноактивні, катіоноактивні та неіоногенні. Нижче приведено стандартну методику визначення аніонних поверхнево-активних речовин.

Аніоноактивні поверхнево-активні речовини (АПАР) при розчиненні у воді дисоціюють з утворенням великих гідрофобних органічних аніонів та малих неорганічних катіонів. Визначення базується на здатності аніонів АПАР утворювати з катіонами основного барвника - метиленової сині (МС) розчинні в хлороформі забарвлені іонні асоціати синього кольору:



Метод чутливий, молярний коефіцієнт поглинання іонних асоціатів становить $\varepsilon = 2,3 \cdot 10^4$.

Визначенню АПАР перешкоджають сульфіді, сульфіти та інші відновники, що здатні переводити метиленову синь в безбарвну лейко-форму. Позбавитись відновників можна шляхом їх попереднього окиснення гідроген пероксидом. Визначенню заважають великі кількості нітратів, тіоціанатів та білків. Вплив останніх усувають шляхом екстракції іонного асоціату з лужного середовища (рН=10) і наступним промиванням екстрактів кислим розчином метиленової сині. В значній мірі визначенню АПАР заважають катіонні поверхнево-активні речовини (КПАР), які можна видалити шляхом пропускання проби через колонку з катіонітом.

2. Реактиви.

Фосфатний буферний розчин рН=10. Наважку 12,5 г натрій дигідроген фосфату дигідрату розчиняють в 300 см³ дистильованої води у стакані об'ємом 600 см³. Введенням 0,2 М розчину NaOH, встановлюють рН 10, при контролі за допомогою рН-метру зі скляним рН-електродом.

Нейтральний розчин метиленової сині (розчиняють 0,35 г метиленової сині у дистильованій воді і розбавляють розчин водою до 1,0 дм³).

Кислий розчин метиленової сині (розчиняють 0,35 г метиленової сині у 500 см³ дистильованої води, додають 13,0 см³ сульфатної кислоти (1:1) і розбавляють розчин дистильованою водою до 1000 см³).

Стандартний розчин АПАР з концентрацією $0,01 \text{ мг/см}^3$ за сульфанолам чи натрій лаурилсульфатом або натрій додецилсульфатом чи іншим з відомою масовою часткою основної речовини. Наважку $0,100 \text{ г}$ відповідного АПАР розчиняють у дистильованій воді і розбавляють розчин до 1000 см^3 – отримують вихідний розчин з концентрацією $0,1 \text{ мг/см}^3$. Відбирають 10 см^3 вихідного розчину і розбавляють його дистильованою водою до 100 см^3 . При наведенні результатів аналізу обов'язково слід вказувати сполуку, яка виступила в ролі стандартної.

Хлороформ.

3. Обладнання. Ділильні лійки об'ємом $200\text{--}250 \text{ см}^3$ (2 шт.); мірні колби об'ємом 50 см^3 (2 шт.) та 1000 см^3 ; лійка; мірні піпетки на 5 см^3 (3 шт.), 10 см^3 (3 шт.), 15 см^3 (3 шт.); мірний циліндр на 100 см^3 ; фарфорова чашка, вата.

Спектрофотометр.

4. Методика аналізу. Для аналізу відбирають порцію стічної води, що містить від 20 до 300 мкг АПАР. Відібрану порцію проби переносять у ділильну лійку місткістю 200 см^3 , розбавляють дистильованою водою до 100 см^3 , додають 10 см^3 фосфатного буферного розчину, 5 см^3 нейтрального розчину метиленової сині та 15 см^3 хлороформу. Обережно збовтують вміст протягом 1 хвилини, після чого вичікують 1-3 хв. до повного розшарування фаз. Нижній шар (екстракт) зливають у другу ділильну лійку, завчасно заповнену 100 см^3 дистильованої води та 5 см^3 кислого розчину метиленової сині. Вміст другої лійки збовтують аналогічно першій і зливають нижній хлороформний шар у мірну колбу на 50 см^3 через лійку що містить шар просоченої хлороформом медичної вати.

В першу ділильну лійку наливають ще 10 см^3 хлороформу і повторюють наведені вище операції. Проводять екстракцію ще два рази порціями хлороформу 10 та 5 см^3 . Всього у мірній колбі повинно бути близько 40 см^3 хлороформних екстрактів. Доводять вміст колби до мітки хлороформом і перемішують. Забарвлений хлороформний розчин переносять в кювету із довжиною шару 3 см і вимірюють на спектрофотометрі оптичну густину відносно “холостого” досліду при довжині хвилі $\lambda=650 \text{ нм}$. Концентрацію АПАР знаходять за градувальним графіком, отриманим з використанням стандартних розчинів.

За результат випробувань беруть середнє арифметичне результатів паралельних визначень, допустима розбіжність між якими не перевищує: для діапазону АПАР від $2,50$ до $5,00 \text{ мг/дм}^3$ – $0,23 \text{ мг/дм}^3$; для діапазону $5,0$ – $0,50 \text{ мг/дм}^3$ – $0,12 \text{ мг/дм}^3$. Границя допустимого значення абсолютної сумарної похибки за довірчої ймовірності $P=0,95$ становить:

для діапазону від $2,50$ до $5,0 \text{ мг/дм}^3$ – $\pm 0,26 \text{ мг/дм}^3$;

для діапазону від $5,0$ – $0,50 \text{ мг/дм}^3$ – $\pm 0,14 \text{ мг/дм}^3$.

Побудова градувального графіка

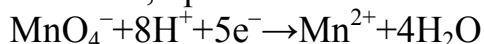
Для побудови градувального графіка відбирають 2 ; 5 ; 10 ; 15 ; 20 ; 30 см^3 стандартного розчину АПАР, розбавляють кожну аліквоту водою до 100 см^3 і продовжують аналіз, як вказано вище.

Лабораторна робота № 3. Визначення перманганатної окиснюваності вод (перманганатного індекса).

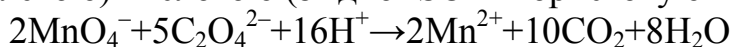
Окиснюваністю води називають показник, який характеризує загальний вміст у воді відновників (органічних та неорганічних), що реагують з сильними окисниками (ISO 8467:1993 Water quality-Determination of permanganate index.)

Окиснюваність виражається кількістю кисню (мг/дм^3), що витрачається на окиснення, причому, джерелом кисню виступають такі сильні окисники, як перманганат чи біхромат іони у кислому середовищі. Найбільш повне окиснення речовин-відновників вод досягається при застосуванні біхромату в сірчанокиислому середовищі у присутності Ag_2SO_4 . Відповідний показник називають хімічним споживанням кисню (ХСК). Перманганатний метод експресний і придатний для аналізу слабо забруднених вод – від 0,25 до 100 мг/дм^3 в перерахунку на атомарний кисень. Проте цей метод не рекомендують при аналізі забруднених органічними речовинами стічних вод, для яких використовують біхроматний метод (ДСТУ ISO 6060-2003 Якість води. Визначання хімічної потреби в кисні (ISO 6060:1989, IDT)).

1. Принцип методу. Калій перманганат у кислому середовищі, реагуючи з присутніми у воді відновниками, проявляє свої окиснювальні властивості:



Залишок калій перманганату після окиснення взаємодіє з введеною в розчин оксалатною (щавлевою) кислотою (згідно ISO використовують натрій оксалат):



Надлишок оксалатної кислоти, відтитровують калій перманганатом згідно вище наведеного рівняння.

При титруванні перманганатом в кислому середовищі заважають хлориди (при їх вмісті більш як 300 мг/дм^3) та нітрити. Для видалення останніх в колбу додають по 10 мг сульфанілової кислоти на кожні 3 мг NO_2^- .

2. Реактиви.

Оксалатна кислота $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, стандартний розчин з концентрацією $\text{C}(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,01$ моль/ дм^3 (0,6303 г оксалатної кислоти розчиняють в мірній колбі на 1000 см^3 в невеликій кількості дистильованої води, підкисленої 1 см^3 сульфатної кислоти (1:3), після чого розчин доводять до мітки дистильованою водою).

Сульфатна кислота, розведена 1:3.

Калій перманганат $\text{C}(1/5 \text{KMnO}_4) = 0,01$ моль/ дм^3 розчин (0,32 г KMnO_4 розчиняють у мірній колбі на 1000 см^3 у дистильованій воді і доводять об'єм до мітки дистильованою водою).

Встановлення титру розчину калій перманганату.

До 100 см^3 дистильованої води добавляють 5 см^3 розчину сульфатної кислоти (1:3), 10 см^3 0,01 моль/ дм^3 розчину оксалатної кислоти, нагрівають до 60-70 $^\circ\text{C}$ і титрують 0,01 моль/ дм^3 розчином калій перманганату до появи блідо рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 1-2 хв.

Розраховують коефіцієнт до титру розчину KMnO_4 за формулою:

$$k = \frac{10}{V_{KMnO_4}}$$

де V - об'єм розчину $KMnO_4$, який пішов на титрування 10 см^3 $0,01 \text{ моль/дм}^3$ розчину оксалатної кислоти.

3. Обладнання. Конічна колба ємністю 250 см^3 (2 шт.); піпетка об'ємом 10 см^3 (2 шт.), бюретка, мірна пробірка або циліндр на 10 см^3 , мірна колба на 1000 см^3 .

4. Методика аналізу. 100 см^3 досліджуваної води поміщають у конічну колбу ємністю 250 см^3 , додають 5 см^3 H_2SO_4 (1:3) та 10 см^3 $0,01 \text{ моль/дм}^3$ розчину $KMnO_4$ і, закривши колбу годинниковим склом, нагрівають рідину до кипіння, попередньо опустивши в колбу кип'ятильники. Після 10 хвилин кипіння нагрівання припиняють, вносять в колбу 10 см^3 $0,01 \text{ моль/дм}^3$ розчину $H_2C_2O_4$ і перемішують. Знебарвлений гарячий розчин титрують $0,01 \text{ моль/дм}^3$ розчином калій перманганату до появи слабо рожевого забарвлення.

5. Розрахунки.

Окиснюваність води (C) розраховують згідно формули:

$$C = \frac{[V_1 - (V_2 + V_3)] \cdot k \cdot C(KMnO_4) \cdot 8 \cdot 1000}{V_4} \text{ мг/дм}^3$$

V_1 – загальний об'єм $0,01 \text{ моль/дм}^3$ розчину $KMnO_4$, введеного в пробу перед кип'ятінням, см^3 ; V_2 – об'єм $0,01 \text{ моль/дм}^3$ $KMnO_4$, що витрачається на окиснення речовин у дистильованій воді, яка вводиться для розбавлення досліджуваної води, см^3 ; V_3 – об'єм $0,01 \text{ моль/дм}^3$ розчину $KMnO_4$, що витрачається на окиснення 10 см^3 $0,01 \text{ моль/дм}^3$ розчину оксалатної кислоти, см^3 ; k - коефіцієнт до титру $KMnO_4$; 8 – молярна маса для перерахунку на кисень; V_4 – об'єм досліджуваної води, см^3 .

Лабораторна робота №4. Визначення вмісту мангану у технічній воді.

Визначення мангану в технічних водах є важливим, оскільки присутність мангану негативно впливає на роботу обладнання внаслідок утворення осадів на поверхні труб і теплообмінників, що призводить до зменшення тиску в трубопроводах, підвищує енергетичні та економічні затрати.

1. Принцип методу. Метод базується на переведенні сполук мангану у перманганат-іон шляхом окислення амоній персульфатом у кислому середовищі з використанням як каталізатора іонів аргентуму. Межа визначення методу 10 мкг/см^3 Mn .

2. Реактиви

Стандартний розчин калій перманганату. $9,0 \text{ см}^3$ $0,01 \text{ моль/дм}^3$ розчину калій перманганату переносять в колбу на 100 см^3 та доводять об'єм до мітки дистильованою водою. 1 см^3 розчину містить $0,01 \text{ мг Mn}^{2+}$.

Приготування стандартного розчину манган сульфату. $0,2748 \text{ г MnSO}_4$, прожареного при 500°C розчиняють приблизно в 10 см^3 гарячої сульфатної кислоти (1:4) та доводять дистильованою водою до 1 дм^3 . 1 см^3 розчину містить $0,01 \text{ мг Mn}^{2+}$. Розчин слід готувати в день проведення аналізу.

1 % розчин AgNO_3 .

10% розчин $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Перед приготуванням препарат слід перевірити на забрудненість манганом. Для цього в мірну колбу на 50 см^3 вносять 5 см^3 розчину магній сульфату, 10 см^3 дистильованої води, 10 см^3 20 % розчину фосфатної кислоти, 1 см^3 аргентум нітрату, 0,2 г калій чи амоній персульфату. Нагрівають до кипіння та витримують на водяній бані 5 хв, після чого охолоджують та доводять об'єм до мітки. Якщо розчин забарвлюється у малиновий колір це свідчить що реактив забруднений манганом. В цьому випадку до 1 дм^3 розчину 10 % $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ по краплям додають 20 см^3 1% розчину луку ретельно перемішуючи вміст колби до появи осаду. Осаду дають осісти, а прозорий розчин використовують для аналізу(осад магній гідроксиду адсорбує манган із розчину).

20 % розчин ортофосфорної кислоти готують змішуванням $20 \text{ см}^3 \text{H}_3\text{PO}_4$ ч.д.а. з 80 см^3 дистильованої води.

3. Обладнання. Колби мірні на 50, 100, 1000 см^3 , бюретка на 25 см^3 , піпетки на 1 та 10 см^3 , циліндри мірні, колби з плоским дном, випарні чашки, фільтрувальний папір, стакани, лійки для фільтрування, фотоколориметр, кювети.

4. Методика аналізу. До 500 см^3 досліджуваної води, що не була підкислена при відборі проби, додають 5 см^3 4% розчину натрій гідроксиду, перемішують, додають 5 см^3 10 % $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, знову перемішують та залишають до повного відстоювання отриманого осаду.

Після відстоювання більшу частину розчину над осадом зливають (або декантують), а осад відфільтровують через нещільний фільтр. Осад розчиняють на фільтрі 20% розчином H_3PO_4 та збирають розчин у колбу на 50 см^3 . Промивають фільтр 2-3 рази таким чином, щоб об'єм у колбі становив близько 35 см^3 . Додають 10 см^3 1% розчину аргентум нітрату (при цьому слідкують, щоб розчин не помутнів від випадання хлориду), вносять близько 0,3 г амоній персульфату, нагрівають до кипіння, та витримують на водяній бані протягом 10 хв. Після охолодження розчин доводять до мітки дистильованою водою і вимірюють оптичну густину при $\lambda=590 \text{ нм}$ в кюветах з товщиною світлопоглинаючого шару 2,0 см. При аналізі вод з високим вмістом хлорид-іонів осад промивають декілька разів дистильованою водою. Якщо ж при додаванні аргентум нітрату розчин все ж мутніє, тоді колбу струшують до утворення більших частинок осаду аргентум хлориду і додатково вводять надлишок аргентум нітрату. Отриманий розчин відділяють від осаду, додають до розчину 0,3 г амонію персульфату і повторюють вище описані операції.

4. Побудова градуювального графіку. В колби місткістю 50 см^3 вносять 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 8,0; 10 см^3 стандартного розчину мангану. В кожену колбу додають по: 10 см^3 20 % розчину ортофосфорної кислоти, 10 см^3 1% розчину нітрату срібла та близько 0,3 г натрій чи амоній персульфату, дистильовану воду до об'єму 40 мл і нагрівають до кипіння та витримують на водяній бані 10 хвилин. Після охолодження доводять об'єм розчину до мітки

водою. При цьому отримують серію розчинів з вмістом мангану 0,0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,08 та 0,1 мг.

Оптичну густину виготовлених розчинів вимірюють на фотометрі при $\lambda=590$ нм, використовуючи кювети з товщиною 2,0 см. За отриманими даними будують градувальний графік, за яким знаходять вміст мангану у пробі.

5. Обробка результатів.

Вміст мангану X в мг/дм³, розраховують за формулою:

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V}$$

де a - вміст мангану, знайдений за градувальним графіком, мг.

V - об'єм води, взятий для аналізу, см³

Лабораторна робота №5. Фотометричне визначення загального хрому та хрому (VI) з дифенілкарбазидом у стічній воді.

Лабораторна робота ґрунтується на міжнародному стандарті ISO 18412:2005 Water quality — Determination of chromium(VI) — Photometric method for weakly contaminated water (Якість води - визначення хрому (VI) – фотометричний метод для слабо забруднених вод). Стандарт регламентує методику визначення хрому в питних водах у межах концентрацій від 2 мкг/дм³ до 50 мкг/дм³. При визначенні більших концентрацій проби розбавляють. Методика може бути використана для слабо забруднених ґрунтових та поверхневих вод за відсутності відновників.

1. Принцип методу. При взаємодії хрому (VI) з дифенілкарбазидом при рН 1,2-2,6 утворюється комплексна сполука розчинна у воді і забарвлена в червоно-фіалковий колір ($\lambda_{\text{max}} = 546$ нм, $\varepsilon = 4,17 \cdot 10^4$). Ця сполука може екстрагуватись спиртами та хлороформом у присутності ClO_4^- , CH_3COO^- іонів, проте близько половини від загальної кількості хрому залишається у водній фазі. Методика передбачає визначення загального вмісту хрому (після попереднього окиснення хрому (III) до хрому (VI) амоній персульфатом у присутності каталізатора - іонів Ag^+) та окремо визначення хрому (VI), а вміст хрому (III) знаходять за різницею між отриманими результатами.

Вказаним методом можна визначити хром тільки у кислих стічних водах, що не містять значної кількості органічних речовин, а також меркурію(II), ванадію(V), молібдену(VI). Вплив феруму усувають введенням фосфатної кислоти, а Mn(II) окиснюють і осаджують у вигляді MnO_2 . В нейтральних та лужних водах роздільне визначення хрому (VI) та (III) ускладнене тим, що при підкисленні таких вод проходить відновлення хрому (VI) за рахунок відновників, що зазвичай містяться в таких водах (сульфіти, органічні речовини та ін.). Інколи виникають проблеми що пов'язані з окисненням Cr(III) у присутності значних кількостей Cl^- , Br^- , які зв'язують каталізатор іони Ag^+ . В зв'язку з цим вдається провести тільки визначення сумарного вмісту хрому.

2. Реактиви.

Дифенілкарбазид, 0,5%-ний розчин в ацетоні (використовують свіжоприготовленим).

Сульфатна кислота, розведена 1:1.

Ортофосфатна кислота концентрована, ($\rho = 1,7 \text{ г/см}^3$).

Амоній персульфат, 0,2 %-ний свіжоприготовлений водний розчин.

Калій біхромат, стандартний розчин. Вихідний розчин з $T=1 \text{ мг/см}^3$ одержують розчиненням $2,8285 \text{ г } K_2Cr_2O_7$ (попередньо висушеного при 105°C) у дистильованій воді і доводять об'єм до $1,0 \text{ дм}^3$.

Робочий розчин №1 з $T=0,05 \text{ мг/см}^3$ одержують розведенням 25 см^3 вихідного розчину до 500 см^3 бідистилятом.

Робочий розчин № 2 з $T= 0,002 \text{ мг/см}^3$ готують розведенням 20 см^3 робочого розчину № 1 бідистилятом до 500 см^3 в день використання.

1 % розчин $AgNO_3$

3. Обладнання. Мірні колби на 100 см^3 (10 шт.), піпетка на 1 см^3 (3 шт.), піпетка на 5 см^3 , піпетка на 20 см^3 (2 шт.), піпетка на 10 см^3 , стакан термостійкий на $250\text{-}400 \text{ см}^3$. Спектрофотометр, кювети з $l = 1$ чи 5 см .

4. Методика аналізу.

А. Визначення хрому (VI). В мірну колбу на 100 см^3 поміщають такий об'єм профільтрованої води, який містить від $0,005$ до $0,1 \text{ мг}$ хрому. Доливають 1 см^3 сульфатної кислоти (1:1), $0,3 \text{ см}^3$ фосфатної кислоти, дистильовану воду до об'єму близько - 90 см^3 . Вносять 2 см^3 0,5 %-ного розчину дифенілкарбазиду, доводять до мітки водою і перемішують. Через 10 хв. вимірюють оптичну густину розчину при довжині хвилі $\lambda = 540 \text{ нм}$ в кюветах з $l=1$ чи 5 см відносно проби води, обробленої аналогічно, але без дифенілкарбазиду. Вміст хрому (VI) у пробі знаходять за градувальним графіком.

Б. Визначення загального вмісту хрому. До 100 см^3 проби води яка містить $0,005\text{-}0,1 \text{ мг}$ хрому, добавляють $0,3 \text{ см}^3$ 1 моль/дм^3 розчину H_2SO_4 , $5\text{-}10 \text{ см}^3$ 0,2 % розчину амоній персульфату, $0,2 \text{ см}^3$ розчину 1 % аргентум нітрату і кип'ятять розчин протягом 20-25 хв. (до повного розкладу надлишку персульфату). Розчин випарюють приблизно до об'єму 50 см^3 , переносять у мірну колбу на 100 см^3 і продовжують аналіз аналогічно варіанту А.

Побудова градувального графіку. У мірні колби на 100 см^3 вносять 0; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0; 30,0; 50,0 см^3 стандартного розчину хрому №2 з $T=0,002 \text{ мг/см}^3$, що відповідає концентрації хрому у воді 0; 0,02; 0,04; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 1,0 мг/дм^3 , після чого проводять операції згідно варіанту А (Визначення хрому (VI)).

6. Розрахунки.

Вміст хрому (VI) та загальний вміст хрому у воді в мг/дм^3 розраховують за формулами:

$$X(Cr(VI)) = \frac{C^A_{Cr} \cdot 100}{V} \quad X(\Sigma Cr) = \frac{C^B_{Cr} \cdot 100}{V}$$

де C_{Cr}^A - концентрація хрому, знайдена за градувальним графіком, мг/дм³ (метод А),

C_{Cr}^B - концентрація хрому в пробі знайдена за градувальним графіком, мг/дм³ (метод Б);

V - об'єм проби води, взятої для аналізу, см³;

100 - об'єм, до якого була розбавлена проба, см³.

Лабораторна робота №6. Одночасне полярографічне визначення плумбуму та цинку у пробі води.

1. Принцип методу. Метод базується на відновленні йонів плумбуму та цинку на ртутному краплинному електроді. В середовищі 1М Н₃РО₄ потенціал півхвилі ($E_{1/2}$) плумбуму становить -0,53 В, а цинку -1,13 В (відносно каломельного електроду порівняння). Межа визначення складає 0,01 мг/дм³ для плумбуму та 0,1 мг/дм³ для цинку. Можливість визначення цинку в кислому середовищі зумовлена використанням фазочутливої зміннострумової високочастотної полярографії, або зміннострумової полярографії з швидкою розгорткою потенціалу (200 мВ/с). При використанні таких методів усуваються хвилі виділення водню.

Визначенню плумбуму заважає станум (II) при його 1000-кратному надлишку, а визначенню цинку - 10-кратні кількості Ni.

2. Реактиви.

Хлоридна кислота, розведена (1:1) та 0,001 М розчин.

Нітратна кислота, розведена 1:5 та 0,001 М.

Сульфатна кислота, розведена (1:1).

Фосфатна кислота, 1 М розчин.

Гідроген пероксид, 3 % розчин.

Стандартний розчин плумбуму. Вихідний розчин з $T = 0,1$ мг/см³. (0,160 г Pb(NO₃)₂, висушеного до постійної маси при 105 °С розчиняють в невеликій кількості бідистиляту, підкислюють 0,5 см³ розчином HNO₃ (1:5) і доводять до 1,0 дм³ бідистилятом).

Робочий стандартний розчин з $T = 1$ мкг/см³ готують в день проведення аналізу шляхом розведення 1 см³ вихідного розчину до 100 см³ 0,001 М розчином HNO₃.

Стандартний розчин цинку.

Вихідний розчин з $T = 1$ мг/см³. (1,0000 г металічного цинку розчиняють в 7 см³ розчину HCl (1:1), переносять в мірну колбу на 1,0 дм³ і доводять бідистилятом до мітки.

Робочий розчин з $T = 10$ мкг/см³ готують в день аналізу, шляхом розведення 10 см³ вихідного 0,001 М розчином HCl до 1,0 дм³.

3. Обладнання. Полярограф змінного струму ПУ-1 чи аналогічний. Центрифуга (3000 об/хв). Балон зі стисненим азотом. Мірні колби на 1,0 дм³ (3 шт.), мірні колби на 100 см³ (7 шт.), термостійкий стакан на 250 см³ (2 шт.). Піпетка на 1 см³ (4 шт.), піпетка на 5 см³ (2 шт.), піпетка на 10 см³ (3 шт.).

4. Методика аналізу. 100 см³ досліджуваної води поміщають в стакан і випаровують на водяній бані. Сухий залишок мінералізують на піщаній бані, для чого доливають 1,0 см³ розчину розведеної (1:1) H₂SO₄ і по краплях 2 см³ HNO₃, після чого випаровують досуха. Доливають 0,5 см³ 5 % розчину гідроген пероксиду, 1 см³ концентрованої хлоридної кислоти і знову випаровують. Сухий залишок обробляють 10 см³ дистильованої води, і знову випаровують. Отриманий залишок розчиняють в 10 см³ 1 М розчину H₃PO₄, переносять у центрифужну пробірку і центрифугують 2-3 хвилини при швидкості 3000 об/хв.

Поміщають розчин в електролітичну комірку полярографа, продувають азотом протягом 5 хв. (для видалення кисню) і записують полярограму за умов, використаних при побудові градуовального графіка (зміннострумовий фазочутливий режим $\Delta E=10$ мВ, $f=400$ Гц). Вміст Pb та Zn знаходять за одержаними висотами полярографічних хвиль.

Побудова градуовального графіку. В 7 мірних колб на 100 см³ поміщають відповідно 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ стандартного розчину Pb з $T = 1$ мкг/см³ та стандартного розчину Zn з $T = 10$ мкг/см³, додають 10 мл фону (1 М розчину H₃PO₄). Після чого об'єм розчину в колбах доводять до мітки водою, одержуючи розчини з концентрацією Pb 0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10 мг/дм³ та концентрацією Zn - 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг/дм³. Після реєстрації полярограм будують два градуовальні графіки в координатах висота полярографічної хвилі - концентрація плюмбуму/цинку (мг/дм³). Умови реєстрації полярограм вибирають, використовуючи розчин Zn в 1 М H₃PO₄, таким чином, щоб не спостерігалась поява хвилі виділення H₂, яка маскує хвилю Zn.

5. Розрахунки. Вміст плюмбуму та цинку в мг/дм³ знаходять безпосередньо за градуовальними графіками.

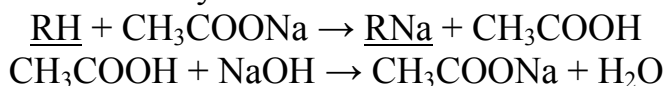
- **Примітка.** На вольтамперометричній залежності між полярографічними хвилями плюмбуму та цинку може спостерігатись хвиля кадмію. Методом стандартної добавки (0,5 см³ стандартного розчину кадмію з $T=0,01$ мг/см³) можна встановити, чи ця хвиля відповідає кадмію. Якщо це так (підвищення інтенсивності хвилі із збереженням її форми), то вміст кадмію в зразку можна розрахувати за формулою:

$$C_{Cd} = \frac{h_x \cdot V_c \cdot C_c}{h_c \cdot V - h_x \cdot V_x}$$

де h_x - висота хвилі невідомої кількості речовини, h_c - висота хвилі кадмію в зразку із стандартною добавкою, V_c - об'єм введеного стандартного розчину, см³, V_x - об'єм аналізованого розчину, см³, $V = V_c + V_x$, см³, C_c - концентрація стандартного розчину Cd в мг/дм³.

Лабораторна робота №7. Визначення натрій ацетату в технічному зразку (стічній воді) з розділенням на катіоніті.

1. Принцип методу полягає у виділенні ацетатної кислоти з її солі шляхом іонного обміну за допомогою катіоніту в H^+ -формі та подальшим титруванням виділеної кислоти лугом.



За масою кислоти, що виділилася та за наважкою вихідної солі можна обчислити вміст сухої речовини в зразку натрій ацетату або ж знайти концентрацію ацетату в технологічному розчині ацетату та стічній воді, що містить ацетати.

2. Реактиви.

Оксалатна кислота, розчин з $C(\frac{1}{2}H_2C_2O_4)=0,05$ моль/дм³;

Натрій гідроксид, розчин з $C(NaOH)=0,05$ моль/дм³;

Проба технічної солі натрій ацетату CH_3COONa ;

Катіоніти КУ-1 або КУ-2 в H^+ -формі;

Індикатори: фенолфталеїн, метилоранж.

3. Обладнання. Мірні колби на 100, 250, 1000 см³, піпетка на 1 см³ (3 шт.), піпетка на 5 см³, піпетка на 10 см³, стакан термостійкий на 250-400 см³, хроматографічна колонка.

4. Методика аналізу.

Приготування стандартного розчину оксалатної кислоти.

Для приготування 250 см³ 0,05 моль/дм³ розчину оксалатної кислоти необхідно зважити наважку її дигідрату, розраховану за формулою:

$$m_{o.k.} = 0,05 \cdot 250 \cdot 0,063034 = 0,7879 \text{ г.}$$

Відважують на аналітичних терезах, з точністю до четвертого знаку після коми, близьку до теоретично розрахованої (0,7879 г) наважку оксалатної кислоти. Наважку розчиняють у дистильованій воді, переносять у мірну колбу на 250 см³, доводять об'єм водою до мітки і перемішують.

Концентрацію виготовленого розчину оксалатної кислоти розраховують за формулою:

$$C_{o.k.} = \frac{m \cdot 1000}{V_{o.k.} \cdot 63,034},$$

де $C_{o.k.}$ – молярна концентрація еквіваленту оксалатної кислоти, моль/дм³;

$V_{o.k.}$ - об'єм оксалатної кислоти, см³;

m - наважка кислоти (відібрана), г;

63,034 – молярна маса еквіваленту оксалатної кислоти, г/моль.

Приготування розчину луку.

Для титрування зазвичай використовують розчини калій чи натрій гідроксиду. Препарат натрій гідроксид не володіє властивостями вихідних речовин: він гігроскопічний, легко реагує з вуглекислим газом повітря, і часто

містить інші домішки. Тому спочатку готують розчин приблизно $0,05 \text{ моль/дм}^3$, а точну концентрацію встановлюють за відповідною вихідною речовиною чи за стандартизованим розчином хлоридної кислоти. Масу NaOH, необхідну для приготування 1000 см^3 $0,05 \text{ моль/дм}^3$ розчину, підраховують за формулою:

$$m = 0,05 \cdot 1000 \cdot 0,040 = 2 \text{ г}$$

Зважують на технічних вагах 2 г їдкого натру в стакані ємністю 100 - 150 см^3 і розчиняють в 30-50 см^3 води. Після повного розчинення наважки розчин переносять в мірний циліндр і доводять дистильованою водою до 1000 см^3 . При виготовленні розчину лугу необхідно використовувати дистильовану воду, позбавлену розчиненого вуглекислого газу (свіжо перегнану чи кип'ячену).

Стандартизація розчину натрій гідроксиду.

При встановленні концентрації розчину лугу за стандартним розчином оксалатної кислоти використовують придатні кислотно-основні індикатори. Поблизу точки еквівалентності відбувається значна зміна рН, у межах значень яких знаходяться показники титрування багатьох індикаторів.

В зв'язку з частою присутністю у розчині NaOH домішок динатрій карбонату титрування краще проводити з метилоранжем (рТ=4).

Для встановлення концентрації лугу в конічну колбу на 100 см^3 відбирають піпеткою аліквотну частину стандартного розчину оксалатної кислоти, додають 2-3 краплі метилоранжу і титрують із бюретки робочим розчином лугу до появи оранжевого забарвлення.

Титрування повторюють 3-4 рази і для підрахунку концентрації використовують середнє значення із результатів, що добре сходяться.

Розрахунок точної концентрації розчину NaOH проводять за формулою:

$$C_{NaOH} = \frac{C_{H_2C_2O_4} \cdot V_{H_2C_2O_4}}{V_{NaOH}}$$

Підготовка хроматографічної колонки.

Наважку 5-10 г катіоніту (КУ-1) промивають 2-3 рази дистильованою водою і залишають набухати на 6-12 год. при кімнатній температурі. Підготовленим таким чином катіонітом заповнюють хроматографічну колонку, якою може слугувати скляна бюретка, довжиною 15-50 см (номінального об'єму 25 см^3) з внутрішнім діаметром 1 см.

В нижню частину колонки, на висоті 0,5 см від звуження трубки, вставляють тампон з вати. Колонку закріплюють в штатив, кран закривають і трубку заповнюють катіонітом, змиваючи його в хроматографічну трубку. При заповненні слід стежити за тим, щоб в шар катіоніту не потрапляли бульбашки повітря. Висота заповнення трубки катіонітом повинна складати близько 20 см. Поверхню катіоніту в трубці закривають невеликим тампоном вати, для того щоб зерна катіоніту не спливали. Над ватним тампоном повинен завжди знаходитись шар рідини 1 см. При необхідності регенерації колонки її промивають 250 см^3 5% хлоридної кислоти. Катіоніт при цьому переходить в H^+ -форму. Після цього колонку промивають дистильованою водою до

нейтральної реакції (за метиловим оранжевим) фільтрату, що виходить з колонки.

Хід визначення.

Близько 4-5 г солі натрій ацетату, зваженого на аналітичних терезах, розчиняють в невеликій кількості дистильованої води і кількісно переносять в мірну колбу на 100 см³. Аліквоту 10 см³ отриманого розчину або стічної води пропускають через хроматографічну колонку з швидкістю 1 см³/хв. Кислоту вимивають з катіоніту дистильованою водою до нейтральної реакції (порції води вводять не допускаючи значного оголення шару іоніту), збираючи фільтрат і промивні води в мірну колбу на 100 см³. Об'єм доводять до мітки дистильованою водою.

Аліквотну частину 10 см³ отриманого розчину титрують 0,05 моль/дм³ розчином NaOH в присутності індикатору фенолфталеїну до слабо-рожевого забарвлення.

5. Розрахунки.

Розрахунок масової частки ацетату у технічній солі знаходять за наступною формулою:

$$\omega(\text{CH}_3\text{COONa}), \% = \frac{C_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot f \cdot M_r}{10 \cdot m} \cdot \frac{V_k}{V_n}$$

де m- маса солі взятої для аналізу, 100- коефіцієнт розведення проби. Концентрацію солі ацетатної кислоти у стічній воді у г/дм³ знаходять за формулою:

$$C_{\text{ас}} = \frac{C_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot f \cdot M_r}{V_{\text{проби}}}$$

де f-фактор еквівалентності, M_r – молярна маса ацетату, V_{проби} – об'єм проби води введеної у колонку.

Контрольні питання та задачі для самопідготовки

1. Чим зумовлені проблеми аналізу конкретних об'єктів?
2. Класифікація об'єктів аналізу.
3. Основні етапи аналітичного дослідження.
4. Що таке технічний аналіз, які установи його здійснюють?
5. Стандартизація, її основне завдання.
6. Які Ви знаєте види стандартів? Що таке ДСТУ?
7. Загальна характеристика методів технічного аналізу.
8. Основні фізико-хімічні методи аналізу, що використовуються для аналізу технічних об'єктів.
9. Критерії вибору методу і схеми аналізу.
10. Причини необхідності правильного відбору проби.
11. Класифікація проб.
12. Середня (первинна) проба, спосіб її відбору.
13. Етапи відбору проби.
14. Відбір генеральної проби, її розмір.

15. Фактори, які враховують при відборі проби.
16. Відбір проби газів.
17. Відбір проби рідин.
18. Відбір проби твердих речовин.
19. Методи скорочення проб.
20. Етапи підготовки проби до аналізу.
21. Вода в пробах, її види.
22. Способи видалення води із зразків.
23. Розклад проб «мокрим» шляхом.
24. Розчинення проби за допомогою кислот.
25. Розчинення проби за допомогою лугів.
26. Розклад проб “сухим” шляхом.
27. Термічний розклад проб, його види.
28. Сплавлення та спікання як способи розкладу проби.
29. Сучасні методи розкладу органічних матеріалів.
30. Якому з наведених нижче чисел дорівнює сума коефіцієнтів рівняння реакції, що відбувається між розчинами таких сполук

$$\text{K}_2[\text{HgI}_4] + \text{NH}_4\text{Cl} + \text{KOH} \rightarrow$$

| | | | | |
|-------|-------|-------|-------|-------|
| 1. 14 | 2. 19 | 3. 23 | 4. 11 | 5. 16 |
|-------|-------|-------|-------|-------|
31. Полуменево-фотометричне визначення натрію в мінеральній воді виконали методом порівняння. Виміряли інтенсивності стандартного розчину іонів натрію з концентрацією 500 мг/л та аналізуємої проби води. Вони рівні відповідно – 20 и 30 умов. од. Розрахувати вміст іонів натрію в мінеральній воді в мг/л.
32. В дві мірні колби об'ємом 100,0 мл відміряли по 15,0 мл стічної води. В одну колбу додали 10,0 мл стандартного розчину CuSO_4 з концентрацією купруму 1,0000 г/л. В обидві колби прилили розчин амоніаку, рубеановодневої кислоти і довели водою до мітки. При фотометруванні розчинів отримали оптичні густини $A_x=0,260$ і $A_{x+ст}=0,351$. Визначити концентрацію (г/л) купруму в стічній воді.
33. При гравіметричному визначенні магнію його осадили в вигляді MgNH_4PO_4 . Після прокалювання його маса виявилась рівною 0,1669 г. Розрахуйте масу магнію в пробі.
35. Середня концентрація SiO_2 у річковій воді складає 15 мкг/мл. Розрахуйте відповідно молярну концентрацію, вважаючи що густина води рівна 1 г/мл.
36. Середня концентрація Ca^{2+} у річковій воді складає 55 мкг/мл. Розрахуйте відповідно молярну концентрацію, вважаючи що густина води рівна 1 г/мл.

РОЗДІЛ II. АНАЛІЗ АГРОХІМІЧНИХ ОБ'ЄКТІВ

2.1. Загальна характеристика добрив.

Для збагачення ґрунту поживними речовинами у сільському господарстві вносять мінеральні та органічні добрива, що містять азот, фосфор, калій та деякі інші елементи. Мінеральні добрива повинні відповідати певним вимогам, що вказані у відповідних стандартах чи технічних умовах, тобто вони повинні характеризуватись належними фізичними, фізико-хімічними та хімічними показниками.

З числа поширених азотних добрив можна відмітити наступні: $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, NaNO_3 , KNO_3 , NH_4NO_3 та інші. Азотні добрива поділяють на нітратні, амонійні та амідні, у яких нітроген знаходиться в рухливій легкозасвоюваній формі. Відомі й повільно розчинні, довгодіючі добрива, наприклад, сечовинно-формальдегідні. Щорічно з урожаєм та внаслідок інших факторів з ґрунту виносяться значні кількості засвоюваного рослинами азоту, що потребує його поповнення. Вміст азоту у різних добривах відрізняється що потребує врахування при внесенні добрив на основі визначення вологості, кислотності, вмістів амонійного, нітратного та загального азоту.

На відміну від азоту, який частково поповнюється з атмосфери та внаслідок гуміфікації рештків рослинного походження - фосфор виноситься з урожаєм із ґрунту без природного поповнення, що потребує його внесення, часто у вигляді мінеральних добрив. Типові характеристики поширених мінеральних фосфорних добрив наведено в таблиці 2.1.

Калійні добрива поділяють на три групи: концентровані, змішані та отримані з природних солей.

Таблиця 2.1

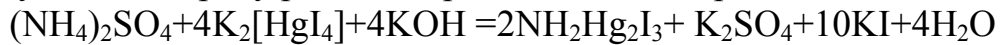
Поширені фосфорні добрива

| Технічна назва добрива | Формула основної складової частини (частин) | Вміст фосфору в перерахунку на P_2O_5 |
|--------------------------|--|---|
| Подвійний суперфосфат | $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ | 37 – 54 % P_2O_5 |
| Преципітат | $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ | 41 % P_2O_5 |
| Суперфосфат амонізований | CaHPO_4 , $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ | ≈ 14 % P_2O_5 |
| Суперфосфат | $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 2CaSO_4 , H_3PO_4 (суміш) | 19,5 – 21 % P_2O_5 |
| Томасшлак | $4\text{CaO} \cdot \text{P}_2\text{O}_5 \cdot \text{CaSiO}_3$ | ≈ 14 % P_2O_5 |
| Фосфоритне борошно | $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ | ≈ 14 % P_2O_5 |
| Аммофос | $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4 + (\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ | 47 – 50 % P_2O_5 |

2.2. Контроль виробництва азотних добрив.

Лабораторна робота № 8. Фотометричний метод визначення амонійного азоту.

1. Принцип методу. Метод базується на кількісному визначенні нітрогену, що міститься в добривах у вигляді солей NH_4^+ . Для цього часто використовують кольорову реакцію з реактивом Неслера:



Реактив Неслера з йонами NH_4^+ утворює важкорозчинну червоно-оранжеву комплексну сполуку. Для стабілізації колоїдного розчину можна використовувати сПАР.

2. Реактиви.

Розчин реактиву Неслера. ($\text{K}_2[\text{HgI}_4]$ в 40 % KOH)

Стандартний розчин $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Наважку 0,3120 г амоній сульфату розчиняють у дистильованій воді і розчин доводять до мітки у мірній колбі на 500 см^3 ($T_1 = 250 \text{ мкгNH}_4/\text{см}^3$). Розчин з $T_2 = 25 \text{ мкг/см}^3$ готують розведенням вихідного.

3. Обладнання. Мірні колби на 100 см^3 (10 шт.), піпетка на 1 см^3 (3 шт.), піпетка на 5 см^3 , піпетка на 10 см^3 , стакан термостійкий на $250\text{-}400 \text{ см}^3$. Фотоелектроколориметр (КФК-2) чи спектрофотометр, кювети з $l = 5 \text{ см}$.

4. Методика аналізу. Наважку 0,200 г сухого добрива розчиняють у дистильованій воді, переносять у мірну колбу на 250 см^3 , доводять до мітки і перемішують. 10 см^3 одержаного розчину переносять у мірну колбу на 100 см^3 , доводять до мітки дистильованою водою і перемішують. З останнього розчину відбирають аліквоту ($5\text{-}10 \text{ см}^3$) у мірну колбу на 100 см^3 додають близько 80 см^3 дистильованої води, $1,0 \text{ см}^3$ реактиву Неслера і доводять об'єм розчину до мітки. Через 10 хвилин вимірюють оптичну густину розчину на фотоелектроколориметрі при довжині хвилі 400 нм і товщині шару 1 см .

Побудова градуювального графіку. Для побудови градуювального графіку у мірних колбах об'ємом 100 см^3 готують серію розчинів, для чого відбирають $0; 1; 2; 3; 4; 5, 6 \text{ см}^3$ стандартного розчину T_2 , що відповідає $0; 25; 50; 75; 100; 125$ та 150 мкг амонійного азоту. Додають близько 80 см^3 дистильованої води, $1,0 \text{ см}^3$ реактиву Неслера і доводять загальний об'єм розчинів водою до мітки. Через 10 хвилин вимірюють оптичну густину розчинів при довжині хвилі 400 нм і товщині шару 1 см відносно «холостого» досліду. У випадку побудови градуювального графіку в межах $5\text{-}60 \text{ мкг}$, використовують кювету з товщиною світло поглинаючого шару 5 см .

5. Розрахунки. Концентрацію NH_4^+ визначають за градуювальним графіком, а масову частку амонію у добриві обчислюють за формулою:

$$\omega(\text{NH}_4^+), \% = \frac{X \cdot 10^{-6}}{m} \cdot \frac{V_{\text{к}}}{V_{\text{п}}} \cdot 100,$$

де X – кількість NH_4^+ в мкг визначена за градуювальним графіком;

m - маса наважки добрива, г;

10^{-6} коефіцієнт перерахунку мкг у г.

Лабораторна робота № 9. Іонометричне визначення нітрат-іонів у добривах.

1. Принцип методу. Для визначення нітратів в промислових та інших об'єктах широкого поширення набули потенціометричні (іонометричні) методи з використанням нітрат-селективних електродів. Визначенню нітратів не заважають хлориди (до 300 мг/дм³), сульфати, фосфати, карбонати та ряд інших іонів. Завишають результати йодиди, борфториди, перхлорати.

2. Реактиви.

Розчин фону, (0,5 М розчин K₂SO₄ або алюмокалієвієвих галунів).

Калій нітрат, (вихідний 0,100 М стандартний розчин KNO₃ (100 см³) готують розчиненням 1,011 г сухого препарату у 0,5 М розчині K₂SO₄),

Робочі стандартні розчини 10⁻²-10⁻⁵ М KNO₃ готують послідовним розведенням розчином фону, починаючи з вихідного.

3. Обладнання. Іонометр чи рН-метр, нітрат-селективний електрод, хлорсрібний електрод порівняння, скляні стакани на 100 см³, мірні піпетки на 10 см³, мірні колби на 100 см³.

4. Методика аналізу. 1,000 г зразка добрива розчиняють у розчині фону і доводять останнім об'єм до 100 см³. В одержаній пробі вимірюють активність нітрат-іонів, шляхом занурення електродів у розчин. Вміст нітратів-іонів у пробі знаходять за градувальним графіком.

Побудова градувального графіку. Для побудови градувального графіку використовують значення ЕРС, виміряні в стандартних розчинах KNO₃ (0,1; 0,01; 0,001; 0,0001; 0,00001 М). Графік будують в координатах: E(мВ) = f(-lg[NO₃⁻]), з якого оцінюють крутизну електродної функції використаного нітрат-селективного електроду.

6. Розрахунки. Вміст нітратів в зразку X (у %), розраховують за формулою:

$$X = \frac{C_{NO_3} \cdot 62 \cdot V_k}{m} \cdot 100\%$$

де C_{NO_3} - концентрація нітрату у витяжці, моль/л, $pNO_3 = -\lg C_{NO_3}$, 62 - молярна маса нітрат іону, V_k об'єм колби у дм³, m – маса проби.

2.3. Контроль виробництва фосфорних добрив

Лабораторна робота 10. Фотометричний метод визначення фосфору в мінеральних добривах

1. Принцип методу полягає у вимірюванні оптичної густини забарвленого розчину фосфор-ванадій-молібденового комплексу відносно розчину порівняння (дистильована вода). Типові характеристики поширених фосфорних добрив наведено в табл. 2.1.

2. Реактиви.

Хлоридна кислота розведена (1:1).

Стандартний розчин фосфору.

На аналітичних терезах зважують 0,3834 г KH_2PO_4 . Отриману наважку розчиняють в 25 см^3 дистильованої води, додають 4 см^3 HNO_3 (1:1) і переносять в мірну колбу на 1,0 дм^3 . Об'єм розчину в колбі доводять дистильованою водою до мітки. Титр за P_2O_5 одержаного розчину складає 0,2 мг/см^3 .

Реактив на фосфати.

а) розведений розчин HNO_3 (1:1), 200 см^3 .

б) розчин амоній молібдату 10 %. 180 см^3 води нагрівають до кипіння і в киплячу воду повільно при перемішуванні додають 20 г молібдату амонію

в) розчин амоній ванадату (2,5 г/дм^3). Воду нагрівають до кипіння і в киплячу воду повільно, перемішуючи, додають 0,5 г амоній ванадату. Після повного розчинення солі до розчину додають 4 см^3 концентрованої HNO_3 і доводять об'єм водою до 200 см^3 .

Реактив на фосфати готують шляхом зливання вихідних розчинів (а, б, в) у співвідношенні 1:1:1 в наступній послідовності: HNO_3 + амонію молібдат + амонію ванадат. (Послідовність зливання розчинів змінювати не можна, це може призвести до утворення осаду та непридатності реактиву).

3. Обладнання. Мірні колби на 100 см^3 (10 шт.), піпетка на 1 см^3 (3 шт.), піпетка на 5 см^3 , піпетка на 10 см^3 , стакан термостійкий на 250-400 см^3 . Фотоелектроколориметр чи спектрофотометр, кювети з $l=2,0$ см.

4. Методика аналізу. В хімічному стакані наважку добрива ($m \sim 0,200$ г) розчиняють в 5 см^3 HCl (1:1). Отриманий розчин кількісно переносять в мірну колбу на 100 см^3 , доводять дистильованою водою до мітки і перемішують. До аліквотної частини (1 - 2 см^3) розчину добрива в мірній колбі на 100 см^3 доливають 25 см^3 реактиву на фосфати, доводять до мітки дистильованою водою і перемішують. Через 5 – 10 хвилин отриманим і забарвленим у жовтий колір розчином заповнюють кювету і вимірюють оптичну густину при $\lambda_{\text{еф}}=450$ нм відносно розчину порівняння.

Побудова градуювального графіку. В мірні колби на 100 см^3 доливають 0; 1; 2; 3; 4; 5 см^3 стандартного розчину фосфору (0, 200, 400, 600, 800, 1000 мкг P_2O_5). Доводять об'єм розчинів в колбах дистильованою водою до 20 см^3 і додають 25 см^3 реактиву на фосфати. Виготовлені розчини доводять до мітки дистильованою водою, перемішують і через 5 – 10 хвилин вимірюють оптичну густину при $\lambda = 450$ нм в кюветі з товщиною шару 2,0 см. За отриманими даними будують градуювальний графік.

5. Розрахунки. Вміст P_2O_5 (X%) у добриві обчислюють за формулою:

$$X\% = \frac{C_{\text{ст}} \cdot 10^{-6}}{m} \cdot \frac{V_{\text{к}}}{V_{\text{п}}} \cdot 100\%$$

де $C_{\text{ст}}$ - кількість P_2O_5 , знайдена за градуювальним графіком у мкг , $V_{\text{к}}$ – об'єм мірної колби, см^3 ; $V_{\text{п}}$ – об'єм піпетки, см^3 , 10^{-6} коефіцієнт переходу від мкг до г.

- У випадку якщо оптичні густини досліджуваних розчинів виходять за межі 1,5-2 одиниць оптичної густини, визначення фосфору можна провести

диференційним методом, при використанні як розчину порівняння – стандартного розчину фосфору певної концентрації.

Контрольні питання, задачі та тести для самопідготовки

1. Опишіть найбільш поширені фосфорні добрива та дайте їх класифікацію.
2. Які форми фосфору найбільш часто визначають?
3. Опишіть способи вилучення різних форм фосфору.
4. Які основні компоненти містяться в простому суперфосфаті?
5. На основі чого оцінюють якість суперфосфатів?
6. Опишіть методи визначення: загального фосфору; засвоюваного та вільної фосфорної кислоти.
7. Опишіть хроматографічний метод визначення фосфору (які іони сорбуються, а які виділяються в розчин).
8. Методи визначення макроелементів – кальцію, магнію, феруму, алюмінію флуору.
9. Опишіть найбільш поширені азотні та калійні добрива.
10. Форми знаходження азоту.
11. Опишіть методи визначення загального азоту по Дюма та органічного по К'ельдалю.
12. Визначення різних форм нітрогену: нітритної (NO_2^-), нітратної (NO_3^-), амонійної (NH_4^+) у добривах.
13. Чому при визначенні нітритів спочатку додають титрований розчин KMnO_4 , а потім розчин підкислюють?
14. Методи визначення калію.
15. Характеристика комплексних добрив.
16. Як впливає якість помолу (тонина) на результати аналізу добрив?
17. Пестициди, їх класифікація та методи аналізу.
18. Для визначення води в добривах наважку масою 1.500 г відтитрували 9.82 мл йод піридинового розчину (SO_2 , I_2 , $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$ – реактив Фішера), титр якого встановили за стандартним розчином води в метанолі з $T(\text{H}_2\text{O}) = 0.0100$. На титрування 2.00 мл стандартного розчину води витрачено 5.85 мл реактиву Фішера. Обчислити масову частку (%) води в добриві. (Відповідь: 2.24 %).
19. З наважки суперфосфата, який містить 14.50 % води, масою 0.5302 г отримали 0.3240 г $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$. Обчислити масову частку (%) P_2O_5 у вологому та сухому суперфосфаті. (Відповідь: 38.98 %, 45.59 %).
20. Для визначення амонійного азоту наважку добрива обробили формаліном. На нейтралізацію кислоти, яка виділилась при проходженні реакції, затратили 21,0 мл розчину NaOH з $T_{\text{NaOH}} = 0,003991$. Яку наважку добрива необхідно взяти для аналізу, якщо вміст азоту в добриві складає 20% . (Відповідь: 0,1468 г).

Варіанти тестового контролю знань

Варіант 1

1. Який із цих показників не визначають в азотних добривах?

- | | |
|---------------------|-----------------------|
| А. Кислотність. | Б. Волога. |
| В. Вміст Нітрогену. | Г. Летучі компоненти. |

2. В якій з цих формул азотних добрив Нітроген знаходиться відразу в двох формах?

- | | |
|-----------------------------------|---------------------------------|
| А. KNO_3 . | Б. NH_4NO_3 . |
| В. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. | Г. $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$. |

3. Яку форму азоту визначають перманганатометричним методом?

- | | |
|--------------------|--------------------|
| А. Амонійний. | Б. Органічний. |
| В. Нітритна форма. | Г. Нітратна форма. |

4. Яку форму азоту визначають формальдегідним методом?

- | | |
|--------------------|--------------------|
| А. Амонійний. | Б. Органічний. |
| В. Нітритна форма. | Г. Нітратна форма. |

5. За методом Дюма:

- | | |
|--|--|
| А. На наважку добрива діють сульфатною кислотою. | Б. Нітроген відновлюють металічною ртуттю. |
| В. Осаджують нітрити розчином кобальт (III) хлориду. | Г. Наважку спалюють з купрум (II) оксидом та металічною міддю. |

Варіант 2

6. За методом К'єльдаля:

- | | |
|--|--|
| А. На наважку добрива діють сульфатною кислотою. | Б. Нітроген відновлюють металічною ртуттю. |
| В. Осаджують нітрити розчином кобальт (III) хлориду. | Г. Наважку спалюють з купрум (II) оксидом та металічною міддю. |

7. Нітрати в ґрунтах визначають фотометричним методом з використанням:

- | | |
|-------------------------------|---------------------------|
| А. Ферум (II) фенантролілату. | Б. Реактиву Грісса. |
| В. Калій перманганату. | Г. Фенолдисульфо кислоти. |

8. Газоволюмометричний метод визначення Нітрогену ще називається:

- | | |
|-----------------------|------------------|
| А. Методом К'єльдаля. | Б. Методом Мора. |
| В. Методом Деварда. | Г. Методом Дюма. |

9. У якому з цих методів для визначення Нітрогену не використовують титрування?

- | | |
|---------------------------|---------------------|
| А. Перманганатометричний. | Б. Метод К'єльдаля. |
| В. Цериметричний. | Г. Нітрометричний. |

10. В якому з цих азотних добрив вміст Нітрогену найбільший?

- | | |
|---------------------------|----------------------|
| А. Натрієва селітра. | Б. Амонійна селітра. |
| В. Амоній сірчано кислий. | Г. Сечовина. |

РОЗДІЛ III. АНАЛІЗ РУД, МЕТАЛІВ ТА СПЛАВІВ

3.1 Загальна характеристика сплавів.

Сплави це тверді розчини одних металів в інших. В сплавах слід розрізняти “основу”, тобто компонент (метал), якого в сплаві найбільше, а також технічні та легуючі домішки. Наприклад, сталь - це сплав на залізній основі, що зазвичай містить технічні домішки Mn, P, Si, C, Cu, Ni, Al. Легуючими елементами, що надають сталі особливих властивостей, можуть бути Co, Ni, Cr, Mn, Ti, W, V, Mo, B та ін.

Сплави класифікують за хімічним складом та за призначенням (табл. 3.1-3.3). Причому, назви сплавів та їх маркування походять здебільшого від їх складових (додаток табл.Д.2). Саме така класифікація для аналітика є найбільш придатною, і дозволяє полегшити проводити процедуру ідентифікації та маркування.

Таблиця 3.1

Наближений склад деяких сплавів на основі міді (%)

| Назва | Cu | Sn | Zn | Mn | Ni |
|-----------------|----|----|----|----|----|
| Бронза звичайна | 90 | 10 | | | |
| Томпак | 90 | | 10 | | |
| Маганіт | 85 | | | 12 | 3 |
| Мельхіор | 80 | | | | 20 |
| Латунь звичайна | 60 | | 40 | | |
| Константан | 59 | | | 1 | 40 |

Таблиця 3.2

Вміст деяких металів в латуні (%)

| Марка | Cu | Pb | Sn | Fe | Sb | Bi | Zn |
|---------|-------|---------|---------|------|-------|-------|-------|
| Л 62 | 60-63 | 0,08 | - | 0,15 | 0,005 | 0,002 | 36-49 |
| ЛС 59-1 | 57-60 | 0,8-1,9 | - | 0,5 | 0,01 | 0,003 | 40-43 |
| ЛО 70-1 | 69-71 | 0,07 | 1,0-1,5 | 0,10 | 0,005 | 0,002 | 29-31 |

Таблиця 3.3

Вміст деяких металів в бронзі (%)

| Марка | Cu | Sn | Zn | Pb | Ni | Sb | Al |
|--------------|-------|----------|---------|-----|---------|-------|----------|
| Бр ОНЦ 9-3-1 | 84-88 | 8,0-10,0 | 0,5-1,5 | 0,2 | 2,0-4,0 | 0,2 | 0,02 |
| БрОЦС 6-6-3 | 82-88 | 5,0-7,0 | 5,0-7,0 | 2-4 | - | 0,5 | 0,05 |
| Бр АМц 9-2 | 86-88 | 0,1 | 1,0 | - | 0,5 | 0,002 | 8,0-10,0 |

Аналіз металів та сплавів передбачає визначення компонентів основи, після чого за вмістом домішок встановлюється марка сплаву. На сьогодні

ідентифікацію сплавів проводять спектральними методами (атомно-емісійні та рентген-флюорисцентні) за допомогою відповідного спектрометричного обладнання, яке дозволяє відразу провести якісний та принаймні півкількісний аналіз близько 70 елементів. Іноді для встановлення марки того чи іншого сплаву достатньо визначити вміст двох-трьох компонентів сплаву, що можна здійснити в лабораторіях з обмеженим бюджетом та відсутністю високовартісного обладнання. Завдяки високій точності хімічні та деякі інструментальні методи аналізу використовують для прецизійної оцінки вмісту деяких компонентів сплавів. Більшість таких методів потребують кількісного переведення сплавів у розчин.

3.2 Способи переведення металів та сплавів в розчин.

Вибір реактиву для переведення в розчин металів та сплавів залежить від ряду факторів і повинен відповідати певним умовам:

1. Розчинення сплаву повинно протікати з достатньою швидкістю та кількісно.
2. Визначуваний елемент не повинен втрачатися при розчиненні (наприклад, за рахунок випаровування). Він повинен переводитись у форму, придатну для наступного визначення.
3. Розчинник чи продукти його розкладу, а також домішки, присутні в ньому, не повинні створювати перешкод для наступного визначення.

Реактиви та способи переведення в розчин металів та сплавів приведено в додатку табл.Д.3.

Легкі сплави:

а) алюмінієві сплави розчиняються в лугах чи розведених кислотах. З основних компонентів таких сплавів при дії лугів в розчин переходять зазвичай тільки алюміній та цинк.

При дії сульфатної кислоти (1:5) в розчин переходять всі складові сплаву, за винятком купруму та силіцію. При додаванні невеликої кількості нітратної кислоти розчиняються майже всі компоненти сплаву (при значному вмісті у пробі кремнію, він осаджується у вигляді кремнієвої кислоти).

б) магнієві сплави в лугах не розчиняються, але легко розчиняються в розведених кислотах.

Сплави на основі заліза (чавуни, сталі). Залежно від природи легуючих добавок, для розчинення таких сплавів використовують розведені HCl (1:1), HNO₃(1:1), H₂SO₄ (1:5), H₃PO₄ (к) або їх суміші.

Мідні сплави (латуні, бронзи) частіше розчиняють в HNO₃ (1:1), при цьому Sn, Sb, Si осаджуються у вигляді малорозчинних кислот, а для їх розчинення використовують суміші HCl(1:1)+H₂O₂ + H₂SO₄.

Нікелеві сплави розчиняють в HNO₃ (1:1), **хромонікелеві** - в сумішах HCl + HNO₃

Таблиця 3.4

Приклади сумішей для розкладу металів та сплавів

| Аналізований сплав | Визначуваний елемент | Реагент для розкладу | V, см ³ | m, г |
|--------------------|--------------------------------|--|--------------------|----------|
| Срібло | Ag | HNO ₃ (1:2) | 4 | 5 |
| Сплави Ag | Ag та інші метали | HNO ₃ (1:1) | 10-20 | 0,5-1 |
| Алюмінію сплави | Be, Ca, Fe, Ga, Ti, Zn, Na | HCl(1:1) | 10 | 1 |
| | B, Cr, Cu, Pb, Ti, V, Co, Mg | HCl(1:1) | 15-20 | 0,5-2,5 |
| | B, Cr, Cu, Pb, Ti, V, Co, Mg | NaOH (25%) | 10-20 | 0,5-3 |
| | Mn | H ₂ SO ₄ (1:1)+HNO ₃ (к) | 20 | 1-2 |
| | Ga | HCl, 7M | 20 | 1 |
| Al-Be | Be | HCl (1:1)+2 см ³ HNO ₃ (1:1) | 20 | 0,25-0,5 |
| Al-Cu | Cu | H ₂ SO ₄ (1:1)+HNO ₃ (к)+ HCl(к)= 70:30:7 | 20 | 1 |
| Al легований | Co, Cu, Mn, Na, Sb, Sn, Zn | HCl(1:1) + H ₂ O ₂ | 20-100 | 1-5 |
| | Cr, Fe, Ni, Pb, Ti | NaOH (20%) | 10-100 | 0,5-2 |
| Al-Mg | Mg | NaOH (20%) | 10-80 | 0,25-2 |
| Al-Si | Si | NaOH + H ₂ O ₂ | 10-20 | 0,25-2 |
| Al-V | | H ₂ SO ₄ + H ₃ PO ₄ + H ₂ O=3:1:6 | 50-100 | 1-5 |
| Al-Zn | | NaOH (20%) | 20 | 1 |
| сплави золота | Au, Ag, Cd, Cu, Fe, Pd, Pt, Sn | HCl (1:1)+ HNO ₃ к.) | 12-15 | 0,5-1 |
| Феробор | B | HCl (1:1)+HNO ₃ (к). | 50 | 0,5 |

Нижче приведено методики визначення деяких елементів у сплавах.

3.3. Методи хімічного аналізу сплавів.

Лабораторна робота №11. Визначення нікелю в кольорових сплавах комплексонометричним методом

1. Принцип методу полягає в прямому титруванні іонів нікелю, отриманих шляхом розчинення сплавів у кислотах, розчином трилону Б у присутності мурексиду. Найбільш чіткий перехід забарвлення індикатора спостерігається при рН 10-12, однак титрування починають при рН 7 для запобігання осадження нікель гідроксиду (або ж його основних солей), а лужну реакцію середовища створюють перед точкою еквівалентності, коли більша частина нікелю зв'язана у стійку комплексну сполуку. Титрування припиняють при переході забарвлення розчину із жовтого на синьо-фіалкове.

2. Реактиви.

Розчин HNO_3 (1:1).

Винна кислота, 20%-ний розчин.

Розчин трилону Б 0,05 моль/дм³.

Розчин амоніаку (конц.).

Мурексид. Суха суміш індикатору мурексиду з натрій хлоридом (1:100).

Стандартний розчин нікелю з концентрацією 1,0 мг/см³. Розчиняють 1,000 г металевого нікелю в 20 см³ HNO_3 (1:1) і переводять в мірну колбу на 1 дм³.

3. Обладнання. Термостійкий стакан на 250 см³, мірний циліндр на 25 см³; 2 мірні колби на 100 см³, піпетка на 5 та 10 см³, конічна колба на 250 см³, бюретка.

4. Розчинення сплаву. Наважку сплаву (0,25-0,50 г) поміщають в стакан ємністю 250 см³ і розчиняють в 20 см³ HNO_3 (1:1). Після повного розчинення наважки доливають невелику кількість дистильованої води і вміст стакану кількісно переносять в мірну колбу на 100 см³.

5. Методика аналізу Для аналізу в колбу для титрування відбирають аліквоту 5 см³, додають 50 см³ води, нагрівають розчин до 70 °С, вносять 10 см³ 20% розчину винної кислоти, нейтралізують аміаком до слабко-кислої реакції (рН=4-5) за універсальним індикаторним папірцем, після чого вносять індикатор – мурексиду. Розчин при цьому повинен забарвитись в жовтий чи жовто-помаранчевий колір; якщо це не відбувається, то необхідно ввести ще невелику кількість амоніаку. Після цього розчин титрують 0,05 моль/дм³ розчином трилону Б до переходу забарвлення від жовто-помаранчевого до малиново-фіалкового.

6. Розрахунки. Вміст нікелю в сплаві розраховують за формулою:

$$\%Ni = \frac{V \cdot T}{10 \cdot m} \quad \text{або} \quad \%Ni = \frac{N \cdot V \cdot f \cdot Ar}{10 \cdot m} \cdot \frac{V_k}{V_n}$$

де V- об'єм 0,05 моль/дм³ трилону Б, см³; T- титр трилону Б за нікелем, мг/дм³; m - наважка сплаву, г; f- фактор еквівалентності; A_r – атомна маса нікелю; V_к - об'єм колби; V_п - об'єм піпетки, см³, N-молярна концентрація еквіваленту трилону Б.

Титр трилону Б за нікелем попередньо встановлюють, титруючи стандартний розчин, що містить 20 мг нікелю (20 см^3 розчину з концентрацією нікелю рівною $1,0 \text{ мг/см}^3$), розчином трилону Б.

Лабораторна робота № 12. Фотометричне визначення титану в сплаві.

1. Принцип методу. Фотометричний метод визначення титану базується на утворенні в сульфатнокислом (1,5–5,0 М H_2SO_4) середовищі жовто-оранжевого комплексу титану з гідроген пероксидом складу: $[\text{TiO}_2(\text{H}_2\text{O}_2)_2]^{2+}$ ($\lambda_{\text{max}} = 410 \text{ нм}$, $\varepsilon = 7,2 \cdot 10^2$). Визначенню заважає ферум (III), який маскують фосфатною кислотою. Методика придатна для визначення від 0,01 до 0,7 % титану у сплаві.

2. Реактиви:

Розчин HCl (1:1).

Розчини H_2SO_4 (1:1), (1:4).

Розчин HNO_3 конц.

H_2O_2 , 30% розчин.

Розчин H_3PO_4 , конц.

Стандартний розчин титану. 0,2000 г стружки металевого титану розчиняють в 100 см^3 сульфатної кислоти (1:4) при нагріванні. Для окиснення титану(III) в киплячий розчин по краплях вносять нітратну кислоту до знебарвлення розчину. Розчин продовжують кип'ятити ще 2-3 хвилини, і після охолодження кількісно переносять в мірну колбу на 500 см^3 , доливають до мітки водою і перемішують. Титр отриманого розчину титану становить $0,4 \text{ мг/см}^3$.

3. Обладнання. Термостійкий стакан на 250 см^3 (2 шт.), мірні колби на 100 см^3 (11 шт.), 500 см^3 піпетки на 20 (1 шт) та на 5 см^3 (3 шт), мірний циліндр на 25 см^3 (1 шт), кювети $l=1 \text{ см}$.

Спектрофотометр.

4. Методика аналізу. Наважку 0,200 -1,000 г сплаву (при вмісті титану до 1%) поміщають в стакан ємністю 250 см^3 , приливають 15 см^3 суміші кислот ($\text{HCl}_{\text{к.}} + \text{HNO}_{3\text{к.}} = 3:2$), накривають годинниковим склом і розчиняють при нагріванні. Після розчинення сплаву доливають 20 см^3 розчину H_2SO_4 (1:1) і випарюють до появи білого диму. Нагрівання припиняють, охолоджують, скло та стінки стакана обережно змивають водою і переносять розчин в мірну колбу на 100 см^3 , доводять об'єм до мітки дистильованою водою та перемішують.

Аліквотну частину розчину (20 см^3) відбирають у мірну колбу ємністю 100 см^3 , доливають 10 см^3 розчину H_2SO_4 (1:4), 3 см^3 H_3PO_4 конц., 1 см^3 30% розчину гідроген пероксиду, доводять до мітки дистильованою водою і перемішують. Вимірюють оптичну густину розчинів на фотометрі при $\lambda = 420 \text{ нм}$ в кюветах з $l=1 \text{ см}$ відносно аналогічно отриманого розчину порівняння, який не містить H_2O_2 .

Побудова градувального графіку. В мірні колби на 100 см^3 додають 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 та $7,0 \text{ см}^3$ стандартного розчину титану (що відповідає 200, 400, 800, 1200, 2000, 2800 мкг Ti), 20 см^3 розчину сульфатної кислоти (1:4),

3 см³ розчину ортофосфорної кислоти конц., 1 см³ 30% розчину гідроген пероксиду, доливають до мітки водою та перемішують. Оптичну густину вимірюють на спектрофотометрі при $\lambda=420$ нм в кюветах з $l=1$ см.

5. Розрахунки. Масову частку титану у сплаві розраховують за формулою:

$$\%Ti = \frac{m_{Ti} \cdot V_0 \cdot 10^{-6}}{m \cdot V_{al}} \cdot 100$$

де m_{Ti} - маса титану, знайдена за градувальним графіком, мкг;

V_0 - об'єм колби, у яку перевели розчин сплаву, см³;

V_{al} - об'єм аліквотної частини розчину, см³;

m – наважка сплаву, г;

6. Метод стандарту. Масову частку титану можна знайти і за методом стандартів (без побудови градувального графіку), провівши вказану вище обробку - вимірювання двох розчинів: а) аліквоти проби (х) і б) стандартного розчину титану (St) та провівши обчислення за формулою:

$$\%Ti = \frac{m_{St} \cdot A_x \cdot V_0}{A_{St} \cdot m \cdot V_{al}} \cdot 100$$

де m_{St} - маса титану у використаному стандартному розчині, г;

A_{St} - оптична густина стандартного розчину, що містить m_{St} , г титану;

A_x - оптична густина аналізованого розчину.

m – наважка сплаву, г;

Лабораторна робота № 13. Фотометричне визначення кобальту в нікелевих сплавах.

1. Принцип методу. Метод базується на вимірюванні оптичної густини розчину забарвленої сполуки, що утворюється при взаємодії кобальту(III) з нітрузо-*R*-сіллю. Спочатку реакцію проводять в слабо-кислому середовищі при нагріванні, а потім розчин підкислюють (для руйнування комплексів нітрузо-*R*-солі з іншими металами), чим досягається висока селективність визначення. При $\lambda=500$ нм молярний коефіцієнт поглинання (ϵ) забарвленого в червоний колір комплексу кобальту складає $1,5 \cdot 10^4$. В звичайних умовах визначенню кобальту перешкоджає ферум (III) (за рахунок власного поглинання у вибраній області спектру), вплив якого усувають переведенням Fe(III) у стійкі фосфатні чи фторидні комплекси (маскування).

2. Реактиви.

Нітрузо-*R*-сіль, 0,1%-ний водний розчин (зберігають в склянці з темного скла).

Сульфатна кислота, розчини (1:1) та (1:4).

Розчин HNO₃ конц.

Натрій ацетат, 40% розчин.

“Царська водка”, суміш $\text{HCl} + \text{HNO}_3 = 3:1$.

Стандартний розчин кобальту з $T=100 \text{ мкг/см}^3$: 0,100 г металічного кобальту розчиняють в 10 см^3 сульфатної кислоти (1:4), переносять в мірну колбу на 1,0 дм^3 і доливають до мітки дистильованою водою.

3. Обладнання. Стакан на 250 см^3 , мірний циліндр на 25 см^3 , мірні колби на 100 см^3 , конічні колби, піпетки на 10 см^3 . Спектрофотометр, кювети $l=0,5 \text{ см}$.

4. Методика визначення кобальту методом градувального графіку.

Наважку 0,2-0,5 г сплаву поміщають в стакан ємністю 250 см^3 , накривають годинниковим склом і розчиняють в 20 см^3 суміші $\text{HCl}+\text{HNO}_3$ (3:1) при повільному нагріванні. Після розчинення сплаву доливають 10 см^3 H_2SO_4 (1:1) і випарюють до появи білого диму. Залишок охолоджують, додають близько 30-40 см^3 води, кількісно переносять розчин в мірну колбу на 100 см^3 , доливають до мітки водою і перемішують.

В конічну колбу вносять 10 см^3 одержаного розчину сплаву, доливають 15-20 см^3 40%-ного розчину CH_3COONa до встановлення рН 5 (контроль за індикаторним папірцем), після чого вводять 10 см^3 розчину нітрозо-R-солі і нагрівають суміш до кипіння. В киплячий розчин вводять 2 см^3 HNO_3 (конц.) і продовжують кип'ятити ще 2 хв. Охолоджений розчин переносять в мірну колбу на 100 см^3 і доводять об'єм до мітки водою. Оптичну густину розчину вимірюють на фотоколориметрі при $\lambda = 540 \text{ нм}$ в кюветі з $l=0,5 \text{ см}$, відносно розчину порівняння, який містить аналогічну аліквотну частину відповідного сплаву та всі вищевказані компоненти, за винятком нітрозо-R-солі (відсутня).

Побудова градувального графіка: В шість конічних колб відбирають 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см^3 стандартного розчину кобальту. В наступному поступають як описано вище. Градувальний графік будують в координатах $A=f(m_{\text{Co}}, \text{мкг})$.

5. Розрахунки: вміст кобальту в сплаві розраховують за формулою:

$$\%Co = \frac{m_{Co} \cdot V_0 \cdot 100}{10^6 \cdot m \cdot V_{al}} \quad \text{чи} \quad \%Co = \frac{m_{Co} \cdot V_0}{10^4 \cdot m \cdot V_{al}}$$

де m_{Co} - маса кобальту, знайдена за градувальним графіком, мкг;

V_0 - об'єм колби, см^3 ;

V_{al} - об'єм аліквотної частини розчину, см^3 ;

m – наважка сплаву, г;

10^6 – коефіцієнт перерахунку із мкг у г;

100 – коефіцієнт перерахунку у відсотки (%).

6. Методика визначення кобальту в нікелевих сплавах за методом добавок.

У три конічні колби відбирають по 10 см^3 розчину нікелевого сплаву і додають у другу колбу 2,0, а в третю 4,0 см^3 стандартного розчину кобальту (у першу колбу добавку не вносять). Доливають по 10 см^3 H_2SO_4 (1:4) і випарюють до появи білого диму. Залишок охолоджують, вносять по 30-40 см^3 води, доливають 15-20 см^3 40%-ного розчину CH_3COONa до встановлення рН 5 (перевіряють за забарвленням універсального індикаторного папірця), вводять

10 см³ розчину нітрато-R-солі і нагрівають до кипіння. В киплячий розчин вносять 2 см³ HNO₃ (конц.) і продовжують кип'ятити розчин ще 2 хв. Охолоджені розчини переносять в мірні колби на 100 см³ і доводять об'єм до мітки водою. Оптичну густину вимірюють на спектрофотокolorиметрі при $\lambda = 540$ нм в кюветі з $l = 0,5$ см відносно розчину порівняння, який не містить нітрато-R-солі.

6.1. Графічний спосіб обробки результатів: З отриманих значень оптичної густини будують залежність: $A=f(V_{\text{добавки}})$. Екстраполяцією прямолінійної ділянки на вісь абсцис (по іншу сторону осі ординат) знаходять об'єм стандартного розчину кобальту, що відповідає його вмісту в аліквотній частині розчину проби: $(m_{Co}=m_{St} \cdot V_{St}/V_{al})$. Масову частку кобальту у нікелевому сплаві розраховують за формулою:

$$\%Co = \frac{m_{Co} \cdot V_0 \cdot 100}{10^6 \cdot m \cdot V_{al}}$$

6.2. Розрахунковий варіант (у випадку однократної добавки).

У розрахунковому варіанті методу добавок для обчислень використовують виміряні значення оптичних густин двох розчинів:

- а). без добавки (A_x) та
- б). з добавкою ($A_{x+cm.}$)

Відповідна формула матиме вигляд:

$$\% Co = \frac{A_x \cdot V_{cm} \cdot T_{cm}}{A_{x+cm} \cdot (V_x + V_{cm}) - A_x \cdot V_x} \cdot \frac{V_0 \cdot 100}{m}$$

де A_x та $A_{x+cm.}$ - оптичні густини досліджуваного розчину без добавки та із добавкою відповідно; T_{cm} – титр стандартного розчину (г/см³); V_x та V_{cm} - об'єми досліджуваного та введенного стандартного розчинів відповідно, см³.

Контрольні питання, задачі та тести для самопідготовки

1. Загальна характеристика металів і сплавів.
2. Методи відбору проб.
3. Аналіз чорних металів та сплавів:
4. Форми вуглецю у сплавах (вільний, зв'язаний, газоподібний).
5. Визначення загального вуглецю в сплавах (газооб'ємний, титриметричний, потенціометричний, гравіметричний).
6. Методи визначення сірки (S): метод відгонки, гравіметричний, йодометричний.
7. Визначення фосфору (P) в сплавах (гравіметричний молібдатний, фотометричний).
8. Методи визначення легуючих добавок:
 - Об'ємні, гравіметричні, колориметричні та електрохімічні методи визначення нікелю.
 - Методи визначення кобальту (гравіметричні, об'ємні, фотометричні)
 - Методи визначення мангану (титриметричний, фотометричний чи електрохімічний)

9. Аналіз кольорових сплавів. Характеристика сплавів.

- Латуні (маркування, способи розчинення).
- Бронзи (маркування, способи розчинення).
- Визначення Cu (електрогравіметричним, йодометричним та атомно-абсорбційним методами)
- Визначення цинку в бронзах. Гравіметричний фосфатний метод
- Визначення Sn.

9. Аналіз легких та спеціальних сплавів.

10. Чому при осадженні диметилгліоксимату нікелю при його визначенні в сталі додають винну кислоту ?
11. Концентрат поліметалічної руди містить сульфід талію(III), цинку, кадмію і свинцю. Вміст компоненту у перерахунку на метал: Tl – 0,2%, Zn – 20%, Cd – 5% і Pb – 30%. Які методи їх визначення використовують при вказаних вмістах?
12. Яку масу руди, що містить близько 60% Fe_2O_3 , необхідно зважити для аналізу, щоб після відповідної обробки на титрування отриманої солі феруму(II) було витрачено $20,00 \text{ см}^3$ 0,1 моль-екв/дм³ розчину KMnO_4 ($f=1/5$).
13. Після розчинення наважки сталі масою 1,2430 г хром окислили до $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$. До розчину додали $35,00 \text{ см}^3$ розчину солі Мора і надлишок Fe^{2+} відтитрували $16,12 \text{ см}^3$ розчину KMnO_4 . Розрахуйте масову частку долю (%) Cr в сталі, якщо $T(\text{KMnO}_4) = 0,001510$, а 25 см^3 розчину солі Мора еквівалентні $24,10 \text{ см}^3$ розчину KMnO_4 . (Відповідь: 1,17%).
14. Розрахуйте масову частку (%) міді в руді, якщо із наважки руди масою 0,6215 г купрум перевели в розчин у вигляді Cu^{2+} , додали до цього розчину KI і на титрування отриманого I_2 витратили $18,23 \text{ см}^3$ розчину тіосульфату натрію з $T(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3/\text{Cu}) = 0,006208$. (Відповідь: 18,21%).
15. Визначте масову частку (%) Co в сплаві, якщо при осадженні кобальту α -нітрозо- β -нафтолом із зразка масою 0,2100 г. отримали після прожарювання осад масою 0,1012 г Co_3O_4 . (Відповідь: 35,38 %).
16. Визначте масову частку (%) Ag в сплаві, якщо з наважки сплаву масою 0,2466 г після відповідної обробки отримали 0,2675 AgCl. (Відповідь: 81,64%).

17. Який з даних сплавів відноситься до кольорових?

- | | |
|-----------|----------|
| А. Залізо | В. Чавун |
| Б. Томпак | Г. Сталь |

18. Для чого проводять маркірувальну реакцію?

- | | |
|------------------------------------|--------------------------------------|
| А. Для визначення структури сплаву | Б. Для визначення компонентів сплаву |
| В. Для визначення марки сплаву | Г. Для визначення вмісту купруму |

19. В присутності якого індикатору визначають цинк в кольорових сплавах?

- | | |
|------------------------|----------------------|
| А. Фенолфталеїн | Б. Еріохром чорний Т |
| В. Метилловий червоний | Г. Дифеніламін |

20. До якої групи кольорових металів відносяться Cu, Pb, Ni, Au, Zn, Mn, Co?

- | | |
|-------------|-----------------|
| А. Легкі | Б. Важкі |
| В. Рідкісні | Г. Радіоактивні |

21. У якому вигляді знаходиться С у сполуці $W_2C \times 3Cr_3C$?

- | | |
|-------------|------------------|
| А. Вільному | Б. Зв'язаному |
| В. Твердому | Г. Газоподібному |

22. Встановіть відповідність між сплавами і вмістом основних компонентів у них:

- | | |
|--------------------|--------------------------|
| А. Бронза звичайна | 1. 90% Cu, 10% Zn |
| Б. Томпак | 2. 90% Cu, 10% Sn |
| В. Константан | 3. 85% Cu, 12% Mn, 3% Ni |
| Г. Манганіт | 4. 59% Cu, 1% Mn, 40% Ni |
| | 5. 60% Cu, 40% Zn |

23. Якого кольору утворюється осад при проведенні маркувальної реакції з латунню?

- | | |
|-----------------------|-----------------------|
| А. Зелений | Б. Темно – коричневий |
| В. Темно – фіолетовий | Г. Червоний |

24. У вигляді якої сполуки осаджують Zn при визначенні гравіметричним фосфатним методом?

- | | |
|------------------------------|-------------------|
| А. $ZnNH_4PO_4 \times 2H_2O$ | Б. $ZnNH_4PO_4$ |
| В. $Zn_2P_2O_7$ | Г. $Zn_3(PO_4)_2$ |

25. Який метал визначають за допомогою о-фенантроліну або $\alpha\alpha$ дипіридилу?

- | | |
|-------|-------|
| А. Cu | Б. Al |
| В. Fe | Г. Sn |

26. В якій кислоті розчиняють сплав при йодометричному визначенні Cu в латунях?

- | | |
|--------------|------------------|
| А. H_2SO_4 | Б. HCl |
| В. HNO_3 | Г. $HNO_3 + HCl$ |

РОЗДІЛ IV. АНАЛІЗ НАФТОПРОДУКТІВ, ТВЕРДОГО ПАЛИВА ТА БІОПАЛИВА

4.1 Аналіз нафтопродуктів

Нафта є сировиною для отримання різних видів палива, мастильних і спеціальних олив, штучного каучуку, різних лікарських препаратів, вибухових та інших речовин. Основні нафтопродукти поділяють на 3 класи: 1) паливо рідке і газоподібне; 2) оливи; 3) нафтопродукти промислового та побутового призначення (парафін, вазелін та ін.). Парафін це суміш твердих аліфатичних вуглеводнів (від $C_{19}H_{40}$ до $C_{35}H_{72}$). Парафін застосовують у текстильній промисловості для вощення ниток, в паперовій промисловості для просочування паперу при виготовленні особливих сортів, в електротехнічній промисловості - як ізоляційний матеріал. Він є основною сировиною для приготування вазеліну та інших мастил. В залежності від природи сировини, процесу отримання, ступеня очищення та області застосування випускають наступні марки парафіну: А і Б – високої очистки, Г і Д – медичної очистки, а також неочищений сірниковий.

За хімічним складом нафта та нафтопродукти є складними системами, які можуть містити і значні кількості сірчистих та азотистих сполук, що потребує відповідних методів контролю.

Так, при аналізі олив частіше визначають їх густину, в'язкість, температуру спалаху, вміст механічних домішок, золи, вологи, мінеральних кислот і лугів в т.ч. «кислотне (лужне) число», сульфур, та ін.

При аналізі парафінів визначають температуру плавлення, вміст води, водорозчинних кислот і лугів, органічних домішок, хлоридів і сульфатів, механічних домішок. Показниками якості вазеліну є вміст жирів, смол, присутність кислот і лугів, вміст води, сторонніх домішок, органічних і сірчистих сполук, тощо.

Лабораторна робота № 14. Якісний аналіз нафтопродуктів щодо присутності водорозчинних кислот і лугів

1. Принцип методу. В основі методу визначення присутності кислот чи лугів у нафтопродуктах лежить їх вилучення водою з наступною індикацією за зміною забарвлення відповідних кислотно-основних індикаторів чи вимірюванням кислотності витяжки потенціометричним методом зі скляним рН електродом.

2. Реактиви.

Нафтопродукти (парафін, вазелін, нафта та ін.)

Водний розчину метилового оранжевого.

Спиртового розчину фенолфталеїну.

3. Обладнання. Конічні колби, лійки, фільтрувальний папір, пробірки.

4. Методика визначення водорозчинних кислот і лугів в нафтопродуктах за допомогою індикаторів.

До нафтопродукту (10 г парафіну чи 5 г вазеліну) у конічній колбі додають 50 – 70 см³ нагрітої до 80 °С дистильованої води. (Для аналізу рідких нафтопродуктів (нафти, моторної оливи) відбирають близько 10 см³ продукту). Суміш перемішують і нагрівають на водяній бані 5 хв. до повного розтоплення або утворення емульсії. Суміш охолоджують до кімнатної температури і зливають водний шар через лійку з паперовим фільтром. Затвердлий шар парафіну попередньо проколюють скляною паличкою.

В дві пробірки відбирають невелику кількість отриманої водної витяжки нафтопродукту. В одну з пробірок додають 1 – 2 краплі розчину метилового оранжевого, а в іншу – спиртового розчину фенолфталеїну. При наявності кислот розчин першої пробірки набуває рожевого забарвлення, а при наявності лугів розчин другої пробірки забарвлюється в малиновий колір. Еталоном служить дистильована вода. Результати експерименту оформляють у вигляді таблиці.4.1.

Таблиця 4.1

Показники кислотності нафтопродуктів за індикаторами

| Нафтопродукт | Ефект реакції | |
|---------------|----------------------|--------------|
| | Метилловий оранжевий | Фенолфталеїн |
| Парафін | | |
| Вазелін | | |
| Моторна олива | | |
| Нафта | | |

5. Визначення величини рН водної витяжки нафтопродуктів потенціометричним метром.

Для визначення присутності водорозчинних кислот чи лугів за величиною рН, в стакан відбирають 35–50 см³ водної витяжки нафтопродукту, приготованої описаним вище способом, занурюють електроди рН-метра і вимірюють значення рН. Результати аналізу записують у вигляді таблиці.4.3

Таблиця 4.2

Показники кислотності нафтопродуктів

| Характеристика водної витяжки нафтопродуктів | Величина рН |
|--|--------------|
| Кисла | Нижче 4,5 |
| Слабкокисла | Від 4,5 до 5 |
| Відсутність водорозчинних кислот і лугів | Від 5 до 9 |
| Слабколужна | Від 9 до 10 |
| Лужна | Вище 10 |

На основі отриманих результатів (табл. 4.1 - 4.3) роблять висновок про вміст водорозчинних кислот і основ у досліджуваних нафтопродуктах.

Таблиця 4.3

Показники кислотності нафтопродуктів потенціометричним метром

| Нафтопродукт | pH розчину |
|----------------|------------|
| Парафін | |
| Вазелін | |
| Двигунна олива | |
| Нафта | |

4.1.2. Лабораторна робота №15. Тест-метод оцінки забрудненості та окислення олив. Крапельна проба.

1. Принцип методу. «Крапельна проба» це тест-метод візуальної оцінки забрудненості олив та їх окислення, що полягає в нанесенні оливи на хроматографічний папір із наступною візуальною оцінкою. При виконанні роботи використовують хроматографічний папір чи фільтрувальний папір «Червона стрічка» або «Біла стрічка» .

2. Реактиви.

Нафтопродукти (парафін, вазелін, нафта, тощо.)

3. Обладнання. Дротина діаметром 2-2,5 мм, хроматографічний чи фільтрувальний папір «Червона стрічка» або «Біла стрічка» .

4. Методика проведення аналізу.

Для нанесення крапель досліджуваних олив використовують дротину діаметром 2-2,5 мм з міткою рівня занурення в пробу. Папір поміщають на спеціальну підставку, яка не допускає торкання плями оливи з поверхнею (наприклад на стакан). Після ретельного перемішування у пробовідбірнику проби в неї занурюють дротину до мітки 30 мм. Дротину виймають, дають стекти першим краплям назад у пробу, а на папір наносять п'яту – сьому краплю оливи. Перед нанесенням проби фільтр ділять на 4 частини. Біля кожної проби записують дату та об'єкт аналізу.

Після нанесення краплин вичікують не менш як 1 годину до необхідної сорбції компонентів оливи папером. Через 1-6 години після нанесення проводять візуальну оцінку плям шляхом порівняння з еталонами (рис. 4.1).

За виглядом отриманих масляних плям та зображень плям еталонів роблять висновок про ступінь окиснення масла та його забрудненості нерозчинними у бензині домішками.

Зразки еталонів крапельних проб показують ступінь забрудненості слабо лужних олив (плями № 1,3,5 та 7 - вихідне лужне число 8-12 мг КОН/г), середньо лужних олив (плями № 2,4,6,8 - вихідна лужність 20-30 мг КОН/г), а також оцінку окиснення (плями - № 9,10,11,12).

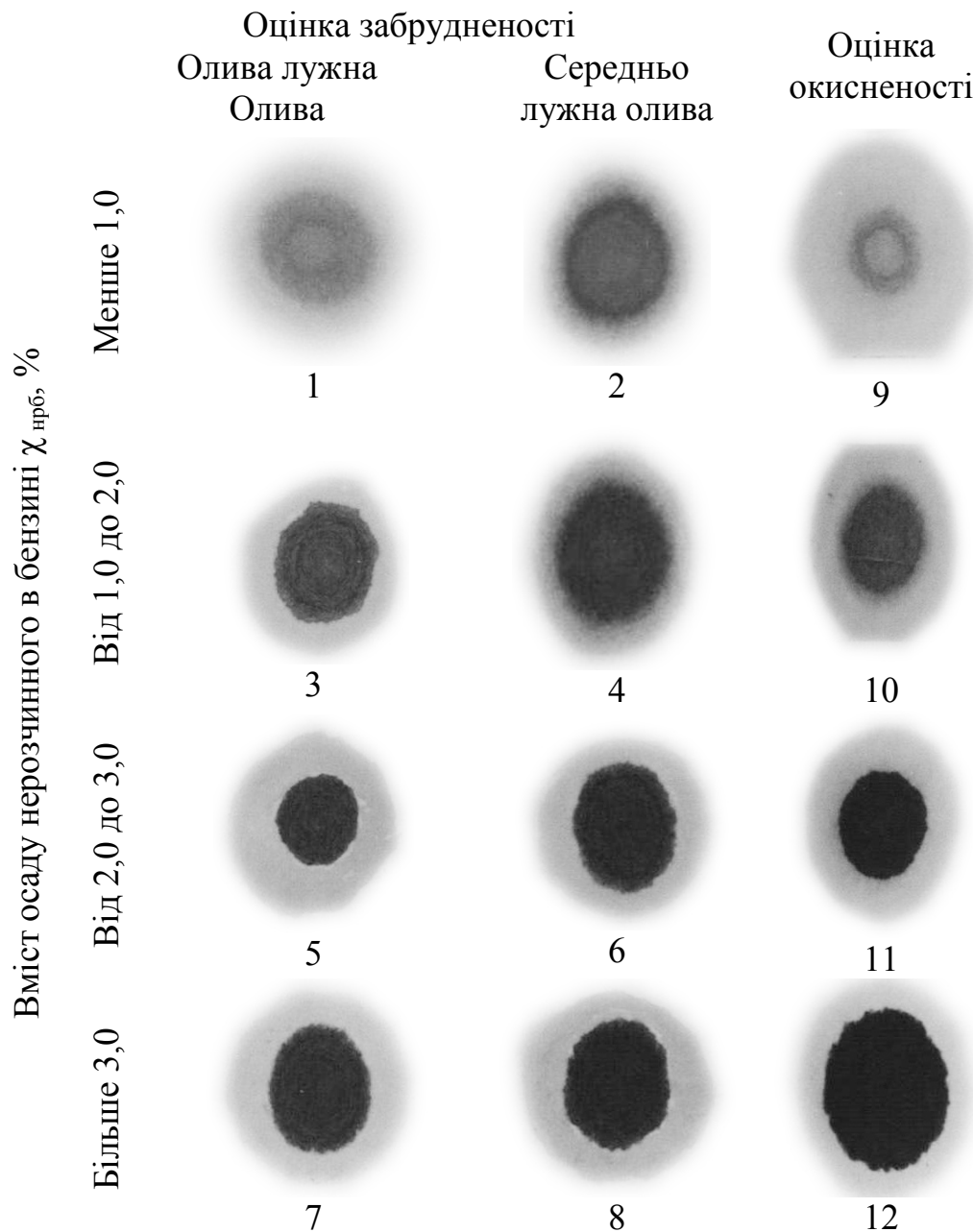


Рис. 4.1. Еталони оцінки окиснення та забруднення моторної оливи

В горизонтальних рядках приведено зразки еталонів для оцінки вмісту осаду не розчинного в бензині ($\chi_{\text{нрб}}$, %). Еталонні крапельні проби № 11 та 12 вказують на недопустимий ступінь окиснення оливи (масла).

Лабораторна робота № 16. Визначення бензену та сумарного вмісту ароматичних вуглеводнів в бензинах методом газової хроматографії.

1. Принцип методу. Лабораторна робота виконується відповідно до ГОСТ 29040-91 в основі якого лежить газохроматографічний метод визначення бензену (при вмісті від 1,0% до 10,0 %), та сумарного вмісту ароматичних вуглеводнів. Суть методу полягає в газо-хроматографічному розділенні вуглеводнів бензину на високополярній селективній нерухомій

рідкій фазі, яка забезпечує елюювання бензену та інших ароматичних вуглеводнів після насичених та олефінових.

2. Апаратура методу. Для аналізу може бути використаний хроматограф ЛХМ-80 чи інший з детектором за теплопровідністю (катарометр) або полум'яно-іонізаційним детектором, інтегратором та колонкою з нержавіючої сталі діаметром 3 мм і довжиною 1-6 м. Газом носієм при застосуванні катарометра служить високочистий гелій, а у випадку полум'яно-іонізаційного – зазвичай, азот.

Тверді носії:

Хроматон N-AW-HMDS (0,2-0,25 мм), цветохром ДМДХС (оброблений диметилдихлорсиланом) чи інший комерційний алюмосилікатний носій оброблений кислотою, або ж Хромосорб PAW (0,15-0,18 мм)

Нерухома рідка фаза: 1,2,3,3,5,6-гексакис-бета(ціанетокси)гексан (ГЦЕГ); нітрилсилікон (OV-275)

Розчинники: хлороформ, ацетон, спирт етиловий.

Еталони для хроматографії, х.ч.: бензен; толуен; етилбензен; о,м,п – ксилен; нонан, декан, додекан; 1,2,4-триметилбензен; 1,3,5- триметилбензен; алкіл бензин (алкілат) або деароматизований бензин.

Мікро-шприц об'ємом до 1 мкл з ціною поділки 0,02 мкл.

Підготовка нерухомої фази.

Нерухому фазу (носій + рідка фаза) готують залежно від властивостей досліджуваного бензину. Для аналізу бензинів з температурою кипіння до 205 °С: нерухому фазу готують в кількості 10 г з яких 10 % складає рідка фаза та 90% - твердий носій хроматон N-AW-HMDS. Як розчинник використовують хлороформ об'ємом 100 см³.

Для аналізу бензинів з температурою кипіння до 215 °С: нерухому фазу готують в кількості 17 г, з яких 30% складає рідка фаза OV-275 та 70 % - твердий носій хромосорб PAW. Як розчинник використовують ацетон об'ємом 100 см³. Нанесення нерухомої фази на носій проводять у витяжній шафі на водяній бані при постійному перемішуванні до повного видалення розчинника.

Підготовка хроматографічної колонки та її наповнення проводять відповідно до інструкції хроматографа. Колонку приєднують до виходу із дозатора (другий кінець колонки не підєднують) і терmostатують в потоці газу-носія від 50 °С до 140 °С (у випадку ГЦЕГ) чи 160 °С (для OV-275) при програмуванні температури з градієнтом 2 °С/хв. Колонку витримують при максимальній температурі 3 години, після чого термостат охолоджують і приєднують колонку до іншого входу (до детектора).

3. Методика проведення аналізу.

Ввімкнення хроматографа, установка відповідних параметрів, налаштування електричних блоків та реєстратора проводять згідно інструкції хроматографа. Оптимальні умови проведення аналізу бензинів приведено в таблиці 4.4.

Таблиця 4.4

Оптимальні параметри отримання хроматограми

| Показник | Значення |
|--|----------|
| Швидкість діаграмної стрічки мм/год | |
| При роботі з ГЦЕГ | 600, 720 |
| При роботі з OV-275 | 240, 300 |
| Об'єм проби, мкл | 1 |
| Температура колонки (термостата), °С | |
| для ГЦЕГ | 90-110 |
| для OV-275 | 150 |
| Температура випарника °С | 250 |
| Температура детектора °С | 150 |
| Струм детектора по теплопровідності, мА | 150 |
| Витрата газу-носія см ³ /хв. | 30-40 |
| Витрата газів для полум'яно-іонізаційного детектора см ³ /хв. | |
| Водень | 30 |
| Повітря | 300 |

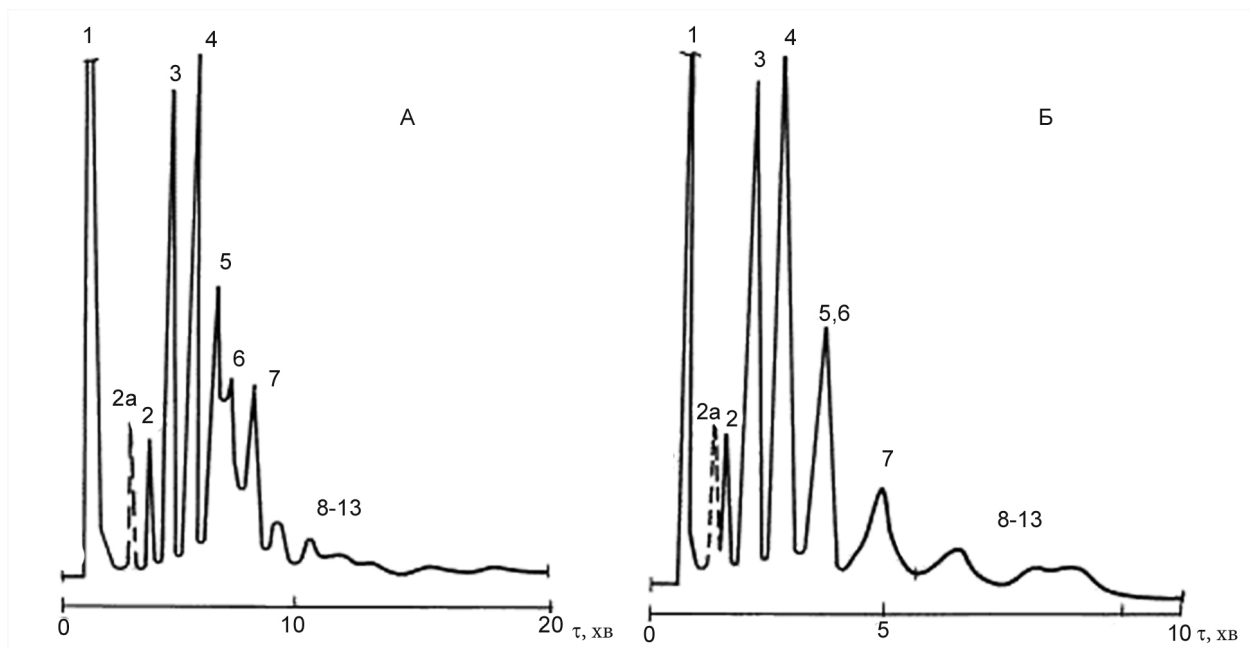


Рис.4.2. Хроматограма бензину А-92 на фазі OV-275 (А) та ГЦЕГ(Б): 1- неароматичні вуглеводні; 2а-додекан, 2- бензен, 3- толуен, 4- етилбензен, *n*-,*m*-ксилен, 5,6- о-ксилен, ароматичні вуглеводні C₉, 7-13 – ароматичні вуглеводні C₉-C₁₀.

При використанні інших приладів або носіїв допускається зміна параметрів роботи, за умови, що бензен виходить після н-додекана, а чіткість

розділення вуглеводнів є не гіршою ніж на приведених хроматограмах (рис.4.2).

Для встановлення нормувальних коефіцієнтів чутливості детектора до вуглеводнів відносно стандарту (бензен), для якого коефіцієнт приймають рівним 1, готують 3-5 градувальних сумішей, які за своїм складом імітують бензин. Наприклад, використовують суміш наступного складу (в масових відсотках): бензин деароматизований (50-45), нонан (4-5), декан (1-2), бензен (5-2), толуен (7-10), етилбензен (3-4), *n*-ксилен (5-4), *m*-ксилен (15-20), *o*-ксилен (5-4), ароматичний вуглеводень C_9 ($100 - \sum C_i$). Де $\sum C_i$ сума масових часток всіх попередніх компонентів у %.

Аналіз суміші проводять за умов вказаних у табл. 4.4. Нормувальний коефіцієнт чутливості детектора до *i*-го вуглеводню K_i розраховують за формулою:

$$K_i = \frac{m_i \cdot S_{cm}}{m_{cm} \cdot S_i}$$

де: m_i - маса компонента в градувальній суміші;

m_{cm} - маса стандартного компоненту (бензен) в градувальній суміші;

S_i - площа піку компонента в градувальній суміші;

S_{cm} - площа піку стандартного компоненту в градувальній суміші.

Хроматограму бензину обробляють за методом внутрішньої нормалізації (суму площ всіх піків на хроматограмі приймають рівною 100% з врахуванням нормувальних множників).

Масову частку бензену (X) у відсотках розраховують за формулою:

$$X = \frac{S_2 \cdot K_2}{\sum_{i=1}^n S_i \cdot K_i} \cdot 100$$

де: S_2 - площа піку бензену; K_2 - нормувальний коефіцієнт бензену, рівний 1;

$\sum_{i=1}^n S_i \cdot K_i$ - сума площ піків з врахуванням нормувальних коефіцієнтів.

Сумарну масову частку ароматичних вуглеводнів (X_a) у відсотках знаходять за формулою:

$$X = \frac{\sum_{i=1}^n S_i \cdot K_i - S_1 \cdot K_1}{\sum_{i=1}^n S_i \cdot K_i}$$

де: $\sum_{i=1}^n S_i \cdot K_i$ - сума площ піків з врахуванням коефіцієнтів;

S_1 - площа піку насичених та олефінових вуглеводнів;

K_1 - нормувальний коефіцієнт чутливості для насичених та олефінових вуглеводнів.

При визначенні у бензині тільки масової частки бензену, можна скористатися методом внутрішнього стандарту. Як внутрішній стандарт використовують *n*-додекан в кількості 3-5 %. Масову частку бензену у відсотках розраховують за формулою:

$$X_i = \frac{S_i \cdot K_i}{S_{cm} \cdot K_{cm}} \cdot 100 \text{ R}$$

де S_i та S_{cm} - площі піків бензену та внутрішнього стандарту;

R- відношення маси внутрішнього стандарту до маси проби (бензин);

K_i , K_{cm} - нормувальні коефіцієнти чутливості бензену та внутрішнього стандарту.

4.2. Аналіз та характеристика біопалив. Біодизель та пелети.

В останній час зростає поширення в якості палив двигунів внутрішнього згорання набувають продукти переробки біосировини, наприклад біодизель.

Таблиця 4.5

Порівняльна характеристика показників біодизелю B100

| № | Показник | Одиниці | ДСТУ 6081:2009 | ASTM 6751 | EN14214 |
|----|---|-------------------------|----------------|------------|-----------|
| 1 | Кальцій + магній (максимум) | мг/кг | | 5 | 5 |
| 2 | Температура спалаху (закр.тигель) <i>мінімум</i> | °C | 120 (норма) | 93 | 101 |
| 3. | Вміст спирту А. Метанол Б. За температурою спалаху | % мас.* °C | - | 0,2 130 | 0,20 - |
| 4. | Вода та осад | %, об.** | 500 мг/кг | 0,050 | 0,050 |
| 5 | Кінематична в'язкість, 40 °C | мм ² /с | 3,5-5,0 | 1,9-6,0 | 3,5-5,0 |
| 6 | Зола (сульфатна), <i>максимум</i> | % мас. | 0,02 | 0,020 | 0,020 |
| 7 | Сірка (<i>максимум</i>) | % мас. | 10 мг/кг | 0,0015 | 0,0010 |
| 8 | Тест на корозію (мідна пластинка 3 год при T=50 °C) | група | 1 | 3 | 1 |
| 9 | Цетанове число (<i>мінімум</i>) | | 51 | 47 | 51 |
| 10 | Температура застигання | °C | - | вказується | - |
| 11 | Залишок вуглецю (коксованість-10% залишку перегонки) <i>максимум</i> | % мас. | 0,3 | 0,03 | 0,5 |
| 12 | Кислотне число <i>максимум</i> | мг КОН/г | 0,5 | 0,50 | 0,5 |
| 13 | Вільний гліцерин <i>максимум</i> | % мас. | | 0,02 | 0,02 |
| 14 | Гліцерин загальний <i>максимум</i> | % мас. | | 0,24 | 0,25 |
| 15 | Фосфор <i>максимум</i> | % мас. | | 0,001 | 0,001 |
| 16 | Температура перегонки 90% (макс.) | °C | | 360 | - |
| 17 | Калій + натрій <i>максимум</i> | мг/кг | | 5 | 5 |
| 18 | Стійкість до окислення <i>мінімум</i> | годин | | 3 | 6 |
| 19 | Густина (15 °C) | г/см ³ | 0,86-0,9 | | 0,86-0,9 |
| 20 | Механічні домішки <i>максимум</i> | мг/кг | 24 | | 24 макс |
| 21 | Масова частка естерів (<i>мінімум</i>) | % мас. | 96,5 | | 96,5 |
| 22 | Моногліцерида <i>максимум</i> | % мас. | | | 0,8 |
| 23 | Дигліцерида <i>максимум</i> | % мас. | | | 0,2 |
| 24 | Тригліцерида <i>максимум</i> | % мас. | | | 0,2 |
| 25 | Йодне число (<i>максимум</i>) | г I ₂ /100 г | 120 | | 120 |
| 26 | Метилліноленат (<i>максимум</i>) | % мас. | | | 12 |
| 27 | Поліненасичені сполуки (4 і більше подвійних зв'язків) <i>максимум</i> | % мас. | | | 1 |

* *мас.* – масова частка, ***об.* – об'ємна частка.

В зв'язку з особливостями отримання цього палива за реакціями трансестерифікації олій до нього висувається низка специфічних вимог. Як приклад, у таблиці 4.5 наведено вимоги до біодизелю, що висуваються різними стандартами: Державним стандартом України (ДСТУ), стандартом Європейського союзу (EN) та Американською міжнародною добровільною організацією (American Society for Testing and Materials, ASTM). Як можна побачити із табл.4.4, різними організаціями висуваються дещо відмінні вимоги щодо фізичних, хімічних та фізико-хімічних властивостей палив. В зв'язку з чим при експорті палив враховують низку показників характерних для країн замовників продукції.

Тверде біопаливо.

В Україні стандарти на тверде біопаливо - пелети та брикети поки що не затверджені. Наявні проекти по суті є перекладом європейських стандартів. З січня 2011 р. в Європі діють нові, більш жорсткі стандарти якості гранульованого палива (пелети) - EN 14961-2, які підтверджуються міжнародним сертифікатом EN plus. За основними параметрами пелети поділяють на три класи (табл. 4,6):

Таблиця 4.6

Властивості гранульованого твердого біопалива згідно стандартів ЄС

| Параметр | Одиниці вимірювань | Клас пелет | | |
|--------------------------------|---------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| | | ENplus-A1 | ENplus-A2 | EN-B |
| Діаметер | мм | 6 (± 1) 8 (± 1) | 6 (± 1) 8 (± 1) | 6 (± 1) 8 (± 1) |
| Довжина | мм | $3,15 \leq L \leq 40$ | $3,15 \leq L \leq 40$ | $3,15 \leq L \leq 40$ |
| Насипна густина | кг / м ³ | ≥ 600 | ≥ 600 | ≥ 600 |
| Теплота згорання | МДж / кг | $\geq 16,5-19$ | $\geq 16,3-19$ | $\geq 16,0-19$ |
| Вологість | мас.-% | ≤ 10 | ≤ 10 | ≤ 10 |
| Пил | мас.-% | ≤ 1 | ≤ 1 | ≤ 1 |
| Механічна міцність, (стирання) | мас.-% | $\geq 97,5$ | $\geq 97,5$ | $\geq 96,5$ |
| Зольність (при T=550 °C) | мас.-% * | $\leq 0,7$ | $\leq 1,5$ | $\leq 3,5$ |
| Температура розм'якшення золи | °C | ≥ 1200 | ≥ 1100 | - |
| Хлор | мас.-% * | $\leq 0,02$ | $\leq 0,02$ | $\leq 0,03$ |
| Сірка | мас.-% * | $\leq 0,03$ | $\leq 0,03$ | $\leq 0,04$ |
| Азот | мас.-% * | $\leq 0,3$ | $\leq 0,3$ | $\leq 1,0$ |
| Мідь | мг / кг * | ≤ 10 | ≤ 10 | ≤ 10 |
| Хром | мг / кг * | ≤ 10 | ≤ 10 | ≤ 10 |
| Арсен (миш'як) | мг / кг * | $\leq 1,0$ | $\leq 1,0$ | $\leq 1,0$ |
| Кадмій | мг / кг * | $\leq 0,5$ | $\leq 0,5$ | $\leq 0,5$ |
| Ртуть | мг / кг * | $\leq 0,1$ | $\leq 0,1$ | $\leq 0,1$ |
| Плюмбум (свинець) | мг / кг * | ≤ 10 | ≤ 10 | ≤ 10 |
| Нікель | мг / кг * | ≤ 10 | ≤ 10 | ≤ 10 |
| Цинк | мг / кг * | ≤ 100 | ≤ 100 | ≤ 100 |

* В перерахунку на суху речовину, мас.- масова частка

- ENPlus-A1 – пелети найвищої якості із зольністю до 0,5% та діаметром до 8 мм (зазвичай для побутового використання).
- ENPlus-A2 - пелети із зольністю до 1,5% - пелети промислового (індустріального) використання.
- EN-B – пелети із зольністю до 3%. До таких пелет відносяться агропелети – пелети з відходів лушпини зернових, соняшнику, соломи, тощо.

Лабораторна робота 17. Визначення зольності твердого біопалива.

1. Принцип методу. Зольність - це відношення (виражене у відсотках) маси твердого неорганічного залишку, що утворюється після повного спалювання палива на повітрі до маси вихідного сухого матеріалу. Зольність визначають за масою залишку після спалювання наважки палива у муфельній печі при 550 ± 10 °C. Для біопалива отриманого з хвойної та листової деревини зольність коливається в межах 0,1-1,0 та 0,2-1,0 % відповідно.

2. Обладнання та пробопідготовка.

Тиглі для спалювання виготовлені з інертного матеріалу (фарфор, кремній, платина) висотою 10-20 мм з розмірами, що забезпечують розміщення 0,1 г палива на 1 см² дна тигля.

Муфельна піч з доступом повітря.

Ваги лабораторні з точністю зважування до 0,1 мг.

Ексикатор.

Для визначення зольності використовують пробу, подрібнену до розмірів частинок менш як 1 мм. Визначення проводять при одночасному встановленні вологи зразка, або ж з використанням зразка аналітичної проби, яка була попередньо висушена та зберігалась без доступу вологи в ексикаторі.

3. Методика аналізу. Прожарюють порожній тигель при 550 ± 10 °C не менше 60 хв., після чого його охолоджують протягом 5-10 хв. та поміщають в ексикатор. Після охолодження тигля до кімнатної температури, знаходять його масу з точністю до 0,1 мг.

Перед початком аналізу досліджувану пробу ретельно перемішують, після чого зважують наважку близько 1,0000 г і кількісно переносять у тигель та розрівнюють. Записують отримане значення маси тигля та наважки. Якщо аналітична проба потребує висушування, то тигель з пробою висушують у сушильній шафі при 105 ± 5 °C, після чого зважують.

Поміщають тигель з паливом у холодну муфельну піч, після чого її вмикають, а температуру регулюють згідно наступної програми:

- протягом 50 хв. доводять температуру до 250 ± 10 °C (сталій градієнт температури складає 5 °C/хв), після чого з метою видалення летких речовин до займання палива, пробу витримують при цій температурі 60 хв.
- підвищують температуру печі до 550 ± 10 °C протягом 60 хв. після чого витримують при цій температурі не менше 120 хв.

Виймають тигель, поміщають його на товсту металічну пластину та витримують 5-10 хв. Охолоджений тигель поміщають в ексикатор для його остаточного охолодження до кімнатної температури, після чого зважують із точністю до 0,1 мг і записують отримане значення.

Примітка. Якщо виникають сумніви з приводу неповного згорання проби, наприклад, на стінках тигля залишилась сажа (чорний чи темно-сірий залишок), тоді:

а) повторно прожарюють тигель при температурі 550 ± 10 °С протягом 30 хвилин та знову зважують. Прожарювання проводять ще один чи декілька разів до тих пір, доки маса тигля не буде змінюватись більш як на 0,2 мг.

б) у тигель додають декілька крапель води або нітрату амонію і прожарюють його при температурі 550 °С протягом 30 хвилин, охолоджують та зважують з точністю до 0,1 мг. При потребі проводять повторне прожарювання

4. Розрахунки. Зольність, в перерахунку на сухий стан A^d %, обчислюють за рівнянням:

$$A^d = \frac{(m_3 - m_1)}{(m_2 - m_1)} \cdot 100 \cdot \frac{100}{100 - W^a}$$

де :

m_1 - маса порожнього, прожареного до постійної маси, тигля;

m_2 - маса тигля із пробєю,

m_3 - маса тигля з золою,

W^a - масова частка води у досліджуваному зразку в %.

Обчислення виконують з точністю до 0,01 %, а остаточний результат заокруглюють до 0,1 %. За кінцевий результат приймають середнє з двох паралельних дослідів.

Контрольні питання та тести для самопідготовки

1. Загальна характеристика твердого палива.
2. Види води в паливі.
3. Методи визначення води в паливі.
4. Визначення золи, сульфору та летких продуктів у твердому паливі.
5. Калорійність палива.
6. Класифікація нафтопродуктів.
7. Фізико – хімічні властивості нафтопродуктів.
8. Методи визначення деяких основних показників нафтопродуктів: густини, в'язкості, текучості.
9. Визначення води, та мінеральних солей в нафтопродуктах.

Варіанти тестового контролю знань

Варіант 1

1. Виберіть вид палива, що відноситься до природного:

- | | |
|--------------------------|---------------------|
| А. Горючі сланці | Б. Торф'яний кокс |
| В. Кам'яновугільний кокс | Г. Деревне вугілля. |

2. Виберіть вид палива, що відноситься до штучного:

- | | |
|------------------|-------------|
| А. Торф; | Б. Антрацит |
| В. Горючі сланці | Г. Кокс |

3. Визначте хімічний елемент, що входить до складу палива: не горить, є внутрішнім баластом горючої частини, і масова частка якого становить від 0,5 до 43 %

- | | |
|------|------|
| A. C | Б. Н |
| В. О | Г. N |

4. Визначте назву палива, що не має ні вологи, ні золи:

- | | |
|----------------|--------------------|
| A. Робоча маса | Б. Суха маса |
| В. Горюча маса | Г. Аналітична маса |

5. Визначте назву вологи, що є складовою частиною органічної речовини палива та його мінеральних домішок:

- | | |
|-------------------------|-------------------------|
| A. Зовнішня волога | Б. Гігроскопічна волога |
| В. Конституційна волога | Г. Загальна волога |

6. Визначте складову речовину негорючої частини газоподібного палива:

- | | |
|--------------------|-------------------|
| A. CH ₄ | Б. O ₂ |
| В. CO | Г. H |

Варіант 2

7. Визначте основний показник займистості палива у дизельному двигуні, який характеризує тривалість періоду затримки займання палива:

- | | |
|--------------------------|------------------------|
| A. Октанове число | Б. Цетанове число |
| В. Температура загорання | Г. Температура спалаху |

8. Визначте показник, який оцінює властивість бензину протистояти детонації:

- | | |
|-------------------|--------------------------------|
| A. Октанове число | Б. Цетанове число |
| В. Ступінь стиску | Г. Коефіцієнт надлишку повітря |

9. Визначте речовину, яка відноситься до негорючої частини палива – баласту:

- | | |
|--------------------|------------|
| A. Сульфід металів | Б. Вуглець |
| В. Азот | Г. Водень |

10. Установіть відповідність між видами тертя мастильних матеріалів та їх ознаками

- | | |
|--------------------|--|
| A. Тертя ковзання | 1. Сила, що перешкоджає початкові руху |
| Б. Динамічне тертя | 2. Сила, що відноситься до тертя I роду |
| В. Тертя катання | 3. Сила, що виникає при русі поверхонь |
| Г. Статичне тертя | 4. Сила, що відноситься до тертя II роду |

11. Установіть відповідність між видами мастильних матеріалів та їх призначеннями:

- | | |
|------------------------|--|
| A. Моторні масла | 1. Для гідравлічних систем різних машин (електродвигунів, сепараторів, верстатів тощо) |
| Б. Трансмісійні масла | 2. Для підшипників парових і водяних турбін |
| В. Індустріальні масла | 3. Для двигунів внутрішнього згорання |
| Г. Турбінні масла | 4. Для коробок передач у тракторах, автомобілях, комбайнах, самохідних машинах |

12. Установіть відповідність між видами вологи у паливі та їх визначеннями:

- | | |
|-------------------------|--|
| A. Зовнішня волога | 1. Складову частину органічної речовини палива та його мінеральних домішок |
| Б. Гігроскопічна волога | 2. Волога, що адсорбується паливом з повітря |
| В. Конституційна волога | 3. Сума зовнішньої та аналітичної вологи |
| Г. Загальна волога | 4. Тонка плівка води, що покриває окремі частини палива. |

Варіант 3**13. Установіть відповідність між видами твердого палива та їх характеристиками:**

- | | |
|--------------------|---|
| А. Торф | 1. Має найдавніший геологічний вік серед твердого палива. Воно чорного кольору, йому властива висока щільність і міцність |
| Б. Антрацит | 2. Молоде за геологічним віком викопне паливо. Утворюється в результаті розкладання рослинності в умовах надлишку вологи і незначного доступу повітря |
| В. Сланці | 3. Утворюється в результаті повільного розкладу деревовидних рослин без доступу повітря протягом мільйонів років |
| Г. Кам'яне вугілля | 4. Складається із вапняків, що просякнуті продуктами розкладу рослин і тваринних організмів без доступу повітря |

14. Установіть відповідність між показниками та методами їх визначення:

- | | |
|-----------------|--------------------------|
| А. Вологість | 1. Метод Єшка |
| Б. Густина | 2. Метод Діна-Старка |
| В. Вміст сірки | 3. Пікнометричний метод |
| Г. Вміст свинцю | 4. Полярографічний метод |

15. Установіть відповідність між хімічними елементами та їх масовими частками в органічній масі торфу:

- | | |
|------|--------------|
| А. С | 1. 35 - 40 % |
| Б. Н | 2. 0,5 – 3 % |
| В. О | 3. 55 – 56 % |
| Г. N | 4. 6 %. |

16. Установіть послідовність зростання процентного вмісту елементів, що входять до складу нафти:

- | | |
|-------|-------|
| А. С; | Б. О; |
| В. Н; | Г. N. |

17. Установіть послідовність зростання зольності у наступних видах палива:

- | | |
|-------------|----------------|
| А Сланці | Б Буре вугілля |
| В Антрацити | Г Мазут |

18. Установіть послідовність зменшення вологості у наступних видах палива:

- | | |
|---------------------|--------------|
| А. Буре вугілля; | Б. Антрацити |
| В. Кам'яне вугілля; | Г. Мазут. |

**Перелік питань, що виносяться на екзамен з курсу
«Аналіз технічних об'єктів»**

1. Предмет і завдання курсу “Аналіз технічних об'єктів.
2. Класифікація об'єктів аналізу.
3. Основні етапи аналітичного дослідження.
4. Стандартизація, стандартні зразки, види стандартів.
5. Загальна характеристика методів що використовуються для аналізу технічних об'єктів.
6. Критерії вибору методу і схеми аналізу технічних об'єктів.
7. Методи відбору проб. Класифікація проб.
8. Відбір проби газів.
9. Відбір проби рідин.
10. Відбір проби твердих речовин.
11. Методи скорочення проб: квартування, квадратування, механічне скорочення.
12. Етапи підготовки проби до аналізу.
13. Вода в пробах, види, способи видалення.
14. Розклад проб «мокрим» шляхом.
15. Розчинення проби за допомогою кислот.
16. Розчинення проби за допомогою лугів.
17. Розклад проб «сухим» шляхом.
18. Термічний розклад проб, його види.
19. Сплавлення та спікання як способи розкладу проби.
20. Методи розкладу органічних речовин.
21. Методи розкладу проб за допомогою фізичних методів.
22. Класифікація сплавів, відбір проб металів та сплавів.
23. Методи визначення летких компонентів у сплавах чорних металів.
24. Методи визначення неметалів (C, N, S, P) у сплавах чорних металів.
25. Методи визначення легуючих добавок в сталях і чавуні.
26. Методи визначення Ni, Co в сталях і чавуні.
27. Особливості аналізу кольорових металів та сплавів (відбір проб, розчинення, вибір методу аналізу).
28. Методи переведення в розчин проб кольорових металів та сплавів.
29. Методи визначення Cu, Zn, Sn, Pb, Fe, Cr в сплавах кольорових металів та сплавів.
30. Аналіз легких та спеціальних сплавів.
31. Аналітичний контроль у виробництві фосфорних добрив (форми знаходження фосфору, способи їх вилучення).
32. Методи визначення різних форм фосфору в фосфорних добривах.
33. Аналітичний контроль у виробництві азотних добрив (загальна характеристика, форми знаходження азоту).
34. Визначення загального азоту за методами Дюма і К'ельдаля.

35. Визначення нітритної форми азоту (фотометрично, перманганатометрично, йонометрично).
36. Визначення амонійного азоту (фотометричним, формальдегідним та методом відгонки).
37. Аналіз силікатних матеріалів (відбір проби, способи розчинення, вибір методу аналізу).
38. Визначення вологи та летких компонентів в силікатних матеріалах.
39. Аналіз рідкого скла (модуль скла, визначення основних компонентів).
40. Аналіз твердого палива (вологість, зольність).
41. Методи визначення основних показників нафтопродуктів (густина, в'язкість, вологість, мінеральні кислоти, сульфур, солі).
42. Аналітичний контроль виробництва мономерів та полімерів.
43. Аналіз отрутохімікатів (класифікація, вимоги до них, визначення основних інгредієнтів). Елементний аналіз отрутохімікатів.

Перелік рекомендованої літератури

1. Посыпайко И.И., Васина И.А. Аналитическая химия и технический анализ. –М.:Высшая школа, 1979. 384 с.
2. Дымов А.М. Технический анализ –М.: Металлургия, 1964.-335 с.
3. Годовская Л.В., Рябина К.М., Новик Г.Ю., Гернер М.М. Технический анализ. –М: Высшая школа, 1979. 464 с.
4. Моросанова С.А., Прохорова Г.В., Семеновская Е.Н. Методы анализа природных и промышленных объектов.-М.: Изд-во МГУ.1988. 93 с.
5. Р. Бок. Методы разложения в аналитической химии.-М. Химия, 1984. 432 с.
6. Анализ цветных металлов и сплавов /В.А.Степин, Е.В. Силаеа, В.И.Курбатова.М.: Металлургия, 1974.-208 с.
7. Основы аналитической химии, Т.1,2. /Под ред. Ю.А.Золотова/-М.: Высш. шк., 2000.
8. Шаевич А.Б. Стандартные образцы для аналитических целей. - М. Химия, 1987. 184 с.
9. Тараян В.М. Теоретические основы химического анализа. Ереван. 1974. 204 с.
10. Дымов А.М. Технический анализ химического состава железных сплавов – М.: Металлургия, 1965.-235 с.
11. Грошев А.П. Технический анализ. –М.: Госхимиздат. 1958. 431 с.
12. ДСТУ ISO 10381-6-2001. Державний стандарт України. Відбір проб. 2002-07-01.
13. ГОСТ 17.2.4.02-81. Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ. М.
14. ДСТУ ISO 10390-2001. Якість ґрунту. Визначення рН.
15. ДСТУ EN 10036-2002. Національний стандарт України. Сталь та чавун. 2003-07-01.
16. Ю.М. Дедков. Современные проблемы аналитической химии сточных вод /Рос.хим. ж. 2002. Т.66, №4. С.11-17.
17. К.В. Григорович. Аналитическая химия в черной металлургии /Рос.хим. ж. 2002. Т. 66,№4. С. 88-92.
18. Чундак С.Ю., Воронич О.Г., Студеняк Я.І. Методичні вказівки до лабораторних робіт з курсу “Аналіз промислових об’єктів”. Ужгород. 1996. 48 с.
19. Базель Я.Р., Воронич О.Г., Кормош Ж.О. Практичний курс аналітичної хімії. –Луцьк: Вежа. -2004. – 260 с.
20. Городній М.М. Агрохімічний аналіз. Підручник. - 2-ге видання. - К.: Арістей, 2005. - 476 с.
21. ДСТУ 2537-94 (ISO 622:1981, IDT; ГОСТ 1932-93, IDT). Паливо тверде. Методи визначення фосфору
22. ДСТУ 2600-94 (ISO 601:1981, NEQ; ГОСТ 10478-93, IDT) Паливо тверде. Методи визначення миш`яку

23. ДСТУ 3528-97 (ISO 334:1992, IDT; ГОСТ 8606-93, IDT) Паливо тверде мінеральне. Визначення вмісту загальної сірки. Метод Ешка
24. ДСТУ 4082-2002 (ISO 1953:1994, NEQ) Паливо тверде. Ситовий метод визначення гранулометричного складу
25. ДСТУ ГОСТ 9326:2003 (ГОСТ 9326-2002 (ИСО 587-97), IDT). Паливо тверде мінеральне. Методи визначення хлору – *очікується затвердження*
26. ДСТУ CEN/TS 15149-1:2009 (CEN/TS 15149-1:2006, IDT). Тверде біопаливо. Методи визначення гранулометричного складу. Частина 1. Метод з використанням вібраційного решета з отворами 3,15 мм і більше
27. ДСТУ-П CEN/TS 15149-2:2009 (CEN/TS 15149-2:2006, IDT). Біопаливо тверде. Методи визначення гранулометричного складу. Частина 2. Метод з використанням вібраційного решета з отворами 3,15 мм і менше
28. ДСТУ-П CEN/TS 15149-3:2009 (CEN/TS 15149-3:2006, IDT). Біопаливо тверде. Методи визначення гранулометричного складу. Частина 3. Метод з використанням обертового решета
29. ДСТУ-П CEN/TS 15210-1:2009 (CEN/TS 15210-1:2005, IDT) Біопаливо тверде. Методи визначення механічної міцності паливних гранул та брикетів. Частина 1. Гранули
30. ДСТУ-П CEN/TS 15210-2:2009 (CEN/TS 15210-2:2005, IDT) Біопаливо тверде. Методи визначення механічної міцності паливних гранул та брикетів. Частина 2. Брикети
31. ДСТУ-П CEN/TS 15289:2009 (CEN/TS 15289:2006, IDT) Біопаливо тверде. Визначення вмісту загальних сірки та хлору
32. ДСТУ-П CEN/TS 15290:2009 (CEN/TS 15290:2006, IDT). Біопаливо тверде. Визначення основних елементів

ДОДАТКИ

Таблиця Д. 1

Д.1. Поширені методи визначення хімічного складу природних та стічних вод

| Інградієнт | Метод визначення | Межа визначення, мг/л |
|---|---|-----------------------|
| 1 | 2 | 3 |
| Кисень | Йодометричний | 0,2 |
| | Поляррографічний з мембран. Електродом | 0,2 |
| CO ₂ (H ₂ CO ₃) | pH-метричне титрування | 1,0 |
| H ₂ S (сульфід) | Йодометричний | 0,5 |
| | Турбідиметричний | 0,1 |
| | Фотометричний | 0,005 |
| Озон | Йодометричний | 0,05 |
| | Фотометричний | 0,02 |
| Кальцій | Комплексонометричний | 0,5 |
| | Полум'яно-фотометричний | 0,1 |
| | Атомно-абсорбційний | 0,01 |
| Магній | Комплексонометричний | 0,5 |
| | Атомно-абсорбційний | 0,01 |
| Натрій | Полум'яно-фотометричний | 0,1 |
| Калій | Полум'яно-фотометричний | 0,1 |
| Гідрокарбонат та карбонат | pH-метричне титрування | 1,0 |
| Сульфат | Гравіметричний | 20 |
| | Титриметричний | 10 |
| | Турбідиметричний | 2,0 |
| Хлорид | Аргентометричний | 5,0 |
| | Меркуриметричний | 5,0 |
| | Фотометричний | 0,1 |
| | Кулонометричний | 0,05 |
| Амоній (амоніак) | Титриметричний (після відгонки) | 1,0 |
| | Фотометричний | 0,05 |
| Нітрит | Фотометричний | 0,005 |
| Нітрат | Фотометричний | 0,01 |
| Азот (загальний) | Фотометричний (після фотохімічної деструкції органічних сполук) | 0,01 |
| Фосфор (неорг.) | Фотометричний | 0,005 (P) |
| Фосфор (загальний) | Фотометричний (після фотохімічної деструкції органічних сполук) | 0,005 (P) |
| Ортосилікати | Фотометричний | 0,5 (Si) |
| Ферум (II, III) | Фотометричний | 0,05 |
| | Емісійно-спектроскопічний з попереднім концентруванням | 1 мкг у пробі |
| Манган | Фотометричний | 0,05 |
| | Атомно-абсорбційний | 0,005 |
| | Емісійно-спектроскопічний з попереднім концентруванням | 0.1 мкг у пробі |
| | Хемілюмінесцентний | 0,005 |
| Купрум | Екстракційно-фотометричний | 0,005 |
| | Атомно-абсорбційний | 0,05 |
| | Емісійно-спектроскопічний з попереднім концентруванням | 0.1 мкг у пробі |
| | Хемілюмінесцентний | 0,0005 |
| | Поляррографічний | 2,0 |

| | | |
|------------------------------------|---|-------------------|
| Цинк | Екстракційно-фотометричний | 0,002 |
| | Атомно-абсорбційний | 2,0 |
| | Емісійно-спектроскопічний з попереднім концентруванням | 10 мкг у пробі |
| | Полярографічний | 0,1 |
| Кобальт | Екстракційно-фотометричний | 0,001 |
| | Атомно-абсорбційний з концентруванням | 0,0002 |
| | Емісійно-спектроскопічний з попереднім концентруванням | 0,5 мкг у пробі |
| | Кінетичний | 0,00002 |
| Ніколь | Фотометричний | 0,2 |
| | Атомно-абсорбційний | 0,2 |
| | Емісійно-спектроскопічний з попереднім концентруванням | 0.5 мкг у пробі |
| | Кінетичний | 0,001 |
| | Полярографічний | 0,1 |
| Ванадій | Емісійно-спектроскопічний з попереднім концентруванням | 0,2 мкг у пробі |
| | Кінетичний | 0,0001 |
| Молибден | Фотометричний | 0,1 |
| | Емісійно-спектроскопічний з попереднім концентруванням | 0.2 мкг у пробі |
| | Кінетичний | 0.002 мкг у пробі |
| Алюміній | Екстракційно-фотометричний | 0,01 |
| | Емісійно-спектроскопічний з попереднім концентруванням | 0.5 мкг у пробі |
| Хром (III, VI) | Фотометричний | 0,005 |
| | Хемілюмінесцентний | 0,00002 |
| Плюмбум | Екстракційно-фотометричний | 0,02 |
| | Атомно-абсорбційний з концентруванням | 0,0001 |
| | Емісійно-спектроскопічний з попереднім концентруванням | 0.5 мкг у пробі |
| | Полярографічний | 0,5 |
| Кадмій | Екстракційно-фотометричний | 0,00005 |
| | Атомно-абсорбційний з концентруванням | 0,00005 |
| | Емісійно-спектроскопічний з попереднім концентруванням | 4 мкг у пробі |
| | Полярографічний | 0,2 |
| Меркурій | Екстракційно-фотометричний | 0,0005 |
| | Атомно-абсорбційний (метод холодного пару) | 0,0002 |
| Арсен | Фотометричний з концентруванням | 0,01 |
| Фторид | Фотометричний | 0,2 |
| Йодид (йод) | Йодометричний | 0,02 |
| | Потенціометричний з йоно-селективним електродом | 0,03 |
| | Каталітичний | 0,0025 |
| | Полярографічний | 0,2 |
| Хімічне споживання кисню (ХСК) | Хроматометричний | 5 (0) |
| | Хемілюмінесцентний | 0,05 (0) |
| Біохімічне споживання кисню (БСК5) | Титриметричний ("скляночний метод") | 2 (0) |
| Карбон органічний | Титриметричний (після розкладу органічних речовин) | 3,0 |
| | ІЧ-спектроскопічний (після фотохімічного розкладу органічних речовин до CO ₂) | 0,2 |
| Органічні кислоти | Потенціометричне титрування у неводному середовищі після концентрування | 0,01 ммоль екв/л |
| | Розподільна колонкова або тонкошарова хроматографія після попереднього концентрування | 0,001 ммоль екв/л |
| Аміни леткі | Екстракційно-фотометричний | 3-4 мкг N у пробі |
| | Газова хроматографія | 0.1 мкг N у пробі |
| Аміни (сумарний вміст) | Титриметричний | 0,5 (N) |
| | Екстракційно-фотометричний | 0,001 (N) |

| | | |
|--|--|---------------------|
| Амінокислоти | Фотометричний | 4 мкг у пробі |
| Білко- подібні речовини | Фотометричний | 0.05 мг у пробі |
| | Хемілюмінесцентний | 1 мкг у пробі |
| Гумусові речовини | Хроматометричний з попереднім концентруванням | 3-4 |
| | Спектрофотометричний | 0,02 |
| Цукри | Титриметричний | 10,0 |
| | Фотометричний | 0,2 |
| Карбонільні сполуки | Спектрофотометричний | 0,04 |
| Бензен | Фотометричний після концентрування | 0,005 |
| Феноли | Йодометричний | 50 |
| | Фотометричний з концентруванням | 0,002 |
| | Газорідинна хроматографія | 5 мкг у пробі |
| | Тонкошарова хроматографія | 5 мкг у пробі |
| Жири та мила | Гравіметричний | 10 мг у пробі |
| | Тонкошарова хроматографія з попереднім концентруванням | 0,1 |
| Сечовина | Спектрофотометричний | 0,03 (N) |
| "Активний хлор" | Йодометричний | 0,1 |
| Ціаніди | Фотометричний | 0,025 мкг CN у проб |
| Ціанати | Фотометричний | 0.02 мг у пробі |
| Сірковуглець | Екстракційно-фотометричний | 0,3 мг у пробі |
| Метанол | Фотометричний | 0,05 |
| Формальдегід | Фотометричний | 0,05 |
| Фурфурол | Фотометричний | 0,2 |
| | Тонкошарова хроматографія | 0,005 |
| Ацетон | Фотометричний | 0.25 мкг у пробі |
| Ксантогенати | Екстракційно-фотометричний | 0,025 |
| Ароматичні вуглеводні | Фотометричний | 0,025 мг у пробі |
| Поліакриламід | Фотометричний (гідроліз і закінчення з реактивом Неслера) | 0,15 мг у пробі |
| Капролактамі | Фотометричний | 0,1 мг у пробі |
| Піридинові основи | Фотометричний | 0,03 |
| Нафтопродукти | Колонкова хроматографія з ІЧ-спектроскопічним закінченням | 0,05 |
| | Тонкошарова хроматографія (ІЧ-,УФ-спектроскопічне та люмінесцентне закінчення) | 0,02 |
| | Гравіметричний | 0,3 |
| | Газорідинна хроматографія | 0,005 |
| Лігнінсульфо-кислоти | Фотометричний. | 0,5 |
| Синтетичні поверхнево-активні речовини | Титриметричний | 5,0 |
| | Екстракційно-фотометричний | 10-50 мкг у пробі |
| Хлор-органічні пестициди | Тонкошарова хроматографія | 2 мкг у пробі |
| | Газорідинна хроматографія з попереднім концентруванням | 1-10мкг/л |
| Фосфор-органічні пестициди | Газорідинна хроматографія з попереднім концентруванням | 0,002 |

Таблиця Д 2

Д.2. Хімічний склад, маркування та області використання поширених металів та сплавів.

| Найменування | Fe | Cu | Al | Ni | Cr | Zn | Pb | Інші елементи | Марка | Область використання |
|-------------------|------|------|-------|-------|-------|------|-------|---|-------------|---------------------------|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| Авіаль | | *0.3 | осн | | *0.2 | | | Si <12, *Mn 0,2; Mg<1,2; *Cr 0,2 | АВ, АД31 | конструкційний матеріал |
| Альні | осн | 3-8 | 10-14 | 24-28 | | | | Ti(0.2) | ІОНД | магніти |
| Альніко | осн | 3-4 | 7-10 | 14-20 | | | | Ti(0-8), Co (14-40) | ІОНДК | магніти |
| Альнісі | осн | | 13-16 | 32-35 | | | | Ti(0.5), Si(1-1,5) | ІОНТС | магніти |
| Альсіфер | осн | | 5-5.6 | | | | | Ce, Si(9,5) | ІОСЮ | магніто проводи |
| Альфенол | осн | | 16 | | 1.7-3 | | | Re 2; C-0,02; Mn 0,1; Si<0,3Cr<3 | І6ЮХ | сердечн. магнітн. запису |
| Альфер | осн | | 7-14 | | | | | | 8Ю, 14Ю | магніто техніка |
| Алюмель | <0.3 | | 1-2.5 | осн. | | | | C<0,1; Co 0,8; Mn 2,2; Si 1-2 | НМцАК | термопары |
| Алюміній | | | осн | | | | | | А0-999 | |
| Алюмінію сплави | * | 0-7 | осн | * | 0-0.2 | 0-8 | | *Zr, Mo, *Cd; Mn<1, Mg<3; Cr<0,2, Si(0-1,2) | А(Д,К);Д, В | вироби що експлуат в морі |
| Бабіт олов'яний | | 2-6 | | *0.2 | | | *1 | Sn-осн. *Cd(1), Sb(7-12); | Б... | антифрикційні матер. |
| Б. Свинц. стиб. | | 0-2 | | *0.3 | | | осн | *As; Cd(1,5); Sb(5-17); Sn(5-17) | Б...(С,Н) | то же |
| Б. свинцевий | | | *0.1 | | | | осн | *Na;Co(0.3-1); Sn(0-2); Mg0.1 | БК | то же |
| Бронза алюмінієва | 2-5 | осн | 4-11 | *4 | | | | *Mn (1-2) | БрА | деталі судо-авіа-електр. |
| Бронза берилієва | | осн | | 0-0.5 | | | | Be (2); Ti(0.2) | БрБ | підшипн, пружини, |
| Бронза олов'яна | | осн | | | | 1-2 | *1-27 | Sn (2-20) | БрО | констр., антифрикц., худ |
| Бронза силіцієва | | осн | | *2.5 | | *4-9 | | *Mn(0-1); Si(3-4) | БрК | пругини, сітки, антифрик. |
| Бронза Мп | | осн | *9 | | | | *20 | Mn(2-8) | БрМц | морск. суднобудівн. |
| Бронза Свинцева | | осн | | *2-3 | | | 30-60 | | БрС | підшипники, сальники |
| Бронза Стибієва | | осн | | *2-4 | | | *15 | Sb-6; *Sn 3,5 | БрСу | підшипники, шестерні |
| Бронза Хромиста | | осн | | | 0.4-1 | | | Cr(0,4-1) | БрХ | колектори ел.двигунів |

Продовження таблиці Д 2

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
|------------------|------|-------|-------|-------|-------|------|-------|----------------------------------|----------|---------------------------------|
| Берилію сплави | | *5 | 0-40 | | | | | Be осн; *Mg 5 | | Констр з підв. жорсткістю |
| Вікаллой | осн | | | *0.7 | 0.5-8 | | | V(3...13); Co(34-54); Cr(0,5-8) | №К№Ф | магніти, |
| Вольфраму сплави | * | | | *5 | | | | *Mo, Ta, Re, W-осн | В | жаростійкі сплави |
| Вуда сплав | | | | | | | 25 | Bi - 50, Cd -12,5; Sn 12,5 | | |
| Германію сплави | *2 | *Бр | *70 | | | | | *Au, *Cd; *Si(1-70); *Sn; *Mg | | корозійно стійкі, припої |
| Гіперко | осн | | | | 0.5 | | | Co 27; Cr 0,5 | 27КХ | ротори, статори, магніт. |
| Дуралюмін | | 2-5 | осн | | | | | *Ti, Be, Zr; Mn(0.1-1); Mg(0-3) | Д, В, № | конструкційний матеріал |
| Золота сплави | | 0-50 | | * | | * | | *Ag, Pd, Au осн | Зл | ювел., зубопротез, ел.деталі |
| Біле золото | | 0-20 | | 2-10 | | 1-10 | | Au70-80, Pd 0.2, Cd | Зл | |
| Інвар | осн | *0.2 | | 36 | *0.3 | | | C(0-0,1); *Co 5; Mn<0.5; Si 0,3; | 36Н | вимір. прилади маятники |
| Індію сплави | | | | | | | 18-23 | In 20, Bi 47; Sn (8-12) | Л№ | легкоплавкі, корозійностій |
| Камелін | | осн | 4.7 | 4.7 | 0.8 | | | Mn 2,8; Cr 0,8 | | фольга. Пружини, декорат. |
| Камелон | | осн | 4-4.9 | 18-25 | 2.2-3 | | | Li, Ce; Mn(4-4,9); Cr(2-3) | | припої, пружини, короз.ст |
| Кобальту сплави | 0-35 | *35 | | 0-30 | *20 | | | Co (40-65); *Cr 20 | №1,... | жаростійкі, магнітні |
| Ковар | осн | | | 29 | | | | S,P,C-0,03; Co 17,5; Mn 0,4; Si | №НК | радіоел. лампи, прилади |
| Комол | осн | | | | *5 | | | Mo(5-12), *W13; Co 12; *Cr 5 | 12КМ | магнітні матеріали, ротори |
| Константан | <0,5 | Осн | | 39-40 | | | | C<0.1; Mn (1-2) | МНМц | Електроопори |
| Копель | <0.1 | Осн | | 42-44 | | | | C<0.1; Mn (0.1-1); Si <0,1 | МНМц | Термопары |
| Куніаль | | Осн | 1-3 | 5-15 | | | | | МНА | підв. міцності і короз.ст |
| Куніко | | Осн | | 19-23 | | | | Co (27-31) | МНК | пост. Магніти, радіотехніка |
| Куніфе | 20 | 40,60 | | 20,40 | | | | | Куніфе40 | пост. Магніти |
| Латунь | | Осн | | | | <50 | | | Л | |
| Латунь Алюмінієв | *1 | 57-79 | 1-3.5 | *2-3 | | ост. | | *As; *Mn 0.5; Si 0,5 | ЛА... | деталі морських суден |
| Латунь Силіцієва | | 79-81 | | | | ост. | *2-4 | Si (1-4,5) | ЛК | втулки, підшипники, |

Продовження таблиці Д 2

| Найменування | Fe | Cu | Al | Ni | C | Mn | Cr | Zn | Si | Інші елементи | Марка | Область використання |
|------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|---|------------|--------------------------|
| Магналії | | | осн | | | | | | 1 | Mg(3-13), *Be, Zr, Mn | Ал, Амг | |
| Магніко | осн | 2-5 | 7-8 | 12-16 | | | | | | Co(23-26) | ЮН14ДК | постійні магніти |
| Магнію сплави | | | *2-10 | | | *0-2 | | *0-6 | | *Zr(0-1), In, P3E(2-4) | См3№,МА | |
| Мельхіор | 0.6-1 | осн | | 20-30 | | 0-1.3 | | | | *Co | МН | посуд, монети |
| Молібдену сплави | | | | * | 0-0.5 | | | | | Мо-осн, *Zr, Re | МЧ,ЦМ, | Жаростійкі |
| Монельметал | 2-3 | 27-29 | | осн. | | 1-2 | | | | | НМЖМц | Приладобудування |
| Нейзільбер | | осн | | 13-16 | | | | 18-22 | | *Pb(2) | МНЦ | деталі годинників |
| Нікелеві сплави | *2-25 | *4-30 | *2 | осн. | | *1-6 | *2-18 | | *0-2 | | Н... | жаростійкі, електрот. |
| Нірезист | осн | 3-8 | | 14-20 | 2.5-3 | 0.5-2 | 0.5-4 | | 1.5-3 | | ЧН | насоси, компресори |
| Ніхард | осн | * | | 3-50 | 2.7-4 | 0-0.7 | 1.5-9 | | 0.4-2 | *S, P | Ніхард | |
| Ніхром | | | *<3 | 65-80 | | | 10-30 | | <1.5 | | X20H80 | жаростійкі, опори |
| Олова сплави | | * | * | | | | | *2-9 | | Sn(осн.), *Tl, Ag, Cd (13-18), *Sb, *Pb(20-40), | Л.. | Припої |
| Пермалой | ост. | *<0.2 | | 45-81 | <0.03 | 0-1.1 | *2-4 | | 0-1.5 | *Mo, P, S | №Н | сердечники трансформат |
| Пермендюр | осн | | | | | | | | | Co(49-51), V(1.5-2) | №К | Магнітопроводи |
| Пермінвар | ост | | | 40-68 | | | *2 | | | Co(22-25) *Mo(2-4) | №Н | сердечники магнітів |
| Полутомпак | | осн | | | | | | 14-21 | | | Л | різновид латуні |
| Свинцеві сплави | | *0.6 | | | | | | | | Pb(осн.), Sb(0.5-7), *Sn | Ссу | припої... |
| Срібла сплави | | *4-50 | | *0-2 | | *3-8 | | *1-37 | | Ag осн, *Pd, *Cd(8-96) *Pb (60-90), Sn(0-30) | Ср..., ПСр | монети. Електротехніка |
| Силумін | <0.5 | <0.3 | осн | | | <0.5 | | <0.08 | 10-13 | Ti<0,2 | СИЛ | |
| Сормайт | осн | | | 1-5 | 1-3.3 | <1.5 | 13-31 | | 1.5-4 | S, P до 0.08 | Сормайт | деталі підл дії абразиву |
| Сталь | осн | * | | | до 2 | | | | | *Nb, V, W, Mo | | |
| С. Ванадієва | осн | | * | | <0.3 | 0-1.5 | *1-2 | | * | V0.03-0.2 | №(Ф,Г,Х) | кузови авто, ресори, |
| С. Вольфрам | осн | | | 1-4 | 0-0.4 | 0.2-2 | 1-2 | | 0-0.4 | W (0.5...1.2) | №ХНВА | інструментальна сталь |
| Стеліт | | | | 2-2.2 | 1-2.5 | *1 | 27-33 | | 1-2.5 | Co(47-62), W(4-17) | В№К | наплавл на ріжучі інст. |
| Тікональ | осн | 2.5-4 | 7.5 | 14 | | | | | | Co(30-42), *Nb-1, Ti9 | ЮНДК№Т | постійні магніти |

Продовження таблиці Д 2

| Найменування | Fe | Cu | Al | Ni | C | Mn | Cr | Zn | Si | Інші елементи | Марка | Область використання |
|--------------------|-------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|------|-------|---|-----------|---------------------------|
| Типографськ.сплави | | | | | | | | | | Pb, Sb4-25, Sn 2-31 | Ш, П,Ст,К | Шрифти |
| Титанові сплави | *1 | | 1-6 | | | *1 | *1-11 | | *1.5 | *Nb,V,Mo,Ti,Zr,*Sn2,5 | ВТ, ОТ,АТ | жарост., корозійностійкі |
| Томпак | | осн | | | | | | 2-10 | | | Л90, Л96 | різновид латуні |
| Феробор | осн | *0.05 | 1-12 | | | | | | 1-15 | В (8...20) | ФБ | Легуючий |
| Ферованадій | осн | | 1-1.5 | | 0.75 | | | | | V>35,Sb(2-3) | Вд1,2 | Легуючий |
| Феровольфрам | 15-20 | 0.15 | *0.4 | | 0-0.5 | 0.4 | | | 0.8 | W>70,Sn-0,1 | В1 | Легуючий |
| Феромарганець | 10-20 | | | | 0.5-7 | >70 | | | 1-4 | | ФМн. Мн | Легуючий |
| Феромолібден | 30-40 | 0.5-3 | | | 0.15 | | | | 0.8-2 | Mo>58,W-1,Sb | ФМ | Легуючий |
| Фероніобій | осн | | 3-8 | | 0-0.5 | | | | 1-25 | Nb+Ta35-70,Ti1-8 | ФН | легуючий |
| Феронікель | осн | 0.1 | | 5-50 | 0.1 | | 0.1 | | 0.1 | Co(0,3) | ФН0№ | легуючий |
| Фероніхром | 20-25 | | 0.2 | осн | 0.1 | <1 | 15-18 | | 0.4-2 | | X15H60 | нагрів елементи |
| Феросиліцій | ост | | 0-3 | | 0.1 | 0.2-3 | 0-0.5 | | 9-90 | Ti(0.2) | ФС№, Си | легуючий |
| Феротитан | осн | | | | | | | | | Ti(25-70) | Ти | |
| Фехраль | осн | | 3-6 | | | <0.7 | 12-15 | | <1 | | X13Ю4 | реостати |
| Хастелой | 7-23 | | | осн | | | *18 | | | Mo23...33,W<6 | | короз.стійкі, авіадвигуни |
| Хрому сплави | | | | *32 | | | осн | | | *W, Mo, N, Ti0.2,V,Y | ВХ | хім.обладн., двигуни... |
| Хромаль | осн | | 4-6 | 0.6 | 0.06 | 0.4 | 21-28 | | 0.6 | | 0Х23Ю | нагрівні елементи |
| Хромель | 0.3 | 0.002 | | осн | 0.3 | 0.3 | 9-10 | | 0.4 | Sb(0,002),Mg, Pb | НХ | термопари |
| Цинкові сплави | | *1...5 | *0-42 | | | | | осн | | Mg(0,05),*Pb | ЦАМ | |
| Цирконію сплави | | | *1 | | | | | | | V, Hf, W, Ta, Ti 3-50 Sn(2-6), Zr-осн. | | легуючі... |
| Чугаль | осн | | 20-24 | | 1.2-2 | 0.7 | | | 1-2 | | ЖЧЮ | деталі печей |
| Чавун | осн | * | * | * | >2 | * | * | | * | | | |
| Чавун. Алюмінієв. | | | 2-20 | | | | | | | | | |
| Елінвар | осн | | 0-1 | 36-44 | | 0.55 | 5-11 | | 0-0.6 | *Co12,Ti(0-3) | 42НХТЮ | пружини, камертони |

* - компоненти які можуть зустрічатись в деяких видах даного сплаву.

№ - цифра.

Таблиця Д 3

Д.3. Способи переведення в розчин металів та сплавів

| Сплав | Аналіт | Реагент для розкладу | V, см ³ | m, г |
|----------------------|--------------------------------|--|--------------------|----------|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Срібло | Ag | HNO ₃ (г.1.2) | 10-20 | 0.5-1 |
| Сплави Ag (10-90%Ag) | Ag, та ін. метали | HNO ₃ (1:1) | 10 | 1 |
| Алюміній | Be, Ca, Fe, Ga, Ti, Zn, Na | HCl (1:1), | 15-20 | 0.5-2.5 |
| Al | B, Cr, Cu, Pb, Ti, V, Co, Mg | NaOH (25%), | 10-20 | 0.5-3 |
| Al | Mn | *H ₂ SO ₄ (1:1)+HNO ₃ (р.1.4) | 20 | 1-2 |
| Al | Ga | HCl, 7M | 20 | 1 |
| Al-Be | Be | *HCl (1:1)+2 см3 HNO ₃ (1:1) | 20 | 0.25-0.5 |
| Al-Cu | Cu | *H ₂ SO ₄ (1:1)+HNO ₃ (р.1.4)+HCl(к)=7 0:30:7 | 20 | 1 |
| Al легований | Co, Cu, Mn, Na, Sb, Sn, Zn | *HCl(1:1), + H ₂ O ₂ | 20-100 | 1-5 |
| » | Cr, Fe, Ni, Pb, Ti | NaOH (20%) | 10-100 | 0.5-2 |
| Al-Mg | Mg | NaOH (20%) | 10-80 | 0.25-2 |
| Al-Si | Si | NaOH + H ₂ O | 10 г +20 | 0.25-2 |
| Al-V | V | *H ₂ SO ₄ к+H ₃ PO ₄ (г.1.7)+ H ₂ O=3:1:6 | 50-100 | 1-5 |
| Al-Zn | Zn | NaOH (20%) | 20 | 1 |
| Золота сплави | Au, Ag, Cd, Cu, Fe, Pd, Pt, Sn | *HCl к.+ HNO ₃ к. (3:1) | 12-15 | 0.5-1 |
| Феробор | B | *HCl (1:1)+HNO ₃ к. | 50+кап | 0.5 |
| Феробор | B | Na ₂ O ₂ | 10 г | 1 |
| Феробор | B | NaKCO ₃ + Na ₂ O ₂ | 3 г + 5 г | 1 |
| Берилій | Al, Fe, Ni | HCl (1:1) | 40 | 1 |
| Be | B, Si | NaOH (30%) | 50 | 0.5-1 |
| Be | Cu | HNO ₃ + вода | 15+ нев | 1 |
| Be | F | H ₂ SO ₄ к.+ вода | 35+25 | 0.3 |
| Be-Cu | Be, Cu | *H ₂ SO ₄ к+HNO ₃ к +H ₂ O = 300:210:750) | 42 | 5 |
| Фероберилій | Be | HNO ₃ (1:1)+вода | 50 + 100 | 2 |
| Сплав Ni-Be | Be | *H ₂ SO ₄ к + HNO ₃ к | 50+50 | 5 |
| Ві- сплави | Bi, Cd, Cu, Pb | *HNO ₃ (1:1)+винна кисл.+H ₂ O | 10+5г+ 10 | 1 |
| Ві-сплави | Sn | H ₂ SO ₄ к. | 25 | 1 |
| Вісмут | As | HNO ₃ к | 20 | 2.5 |
| Ві | Pb | Cl ₂ | | 1 |
| Ві | Ag, Cu, Te | HNO ₃ (1:1) | | 2-10 |
| Кадмій | Cu, Fe, Pb, Tl, Zn | HNO ₃ (1:1) | 150 | 0.25 |
| Cd | Cd, Cu, Pb, Tl, Zn | HNO ₃ (1:1) | 10-50 | 0.5-2.5 |
| Cd | Bi | Na ₂ O ₂ | 12-30 г | 2-5 |
| Со спл. (2-75%) | Co | *HCl к.+ HNO ₃ к.=5:1; іноді + HF | 20 | 0.2-0.5 |
| Со спл. 0.1-0.5% | Co | *HCl к.+HNO ₃ к.=3:1 | 5 | 0.15-0.5 |

Продовження таблиці Д 3

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---------------------|--|---|----------|-------|
| Кобальт | Co, Ni | HNO ₃ (1:1) | 50 | 2.5-4 |
| Co | Cu, Fe, Mn, Zn, Ni | HNO ₃ (2:3) | 50 | 1 |
| Co | Si | *H ₂ SO ₄ к.+HNO ₃ к.+H ₂ O = 1:1:2 | 200 | 10 |
| Хром | Cr | *Na ₂ O ₂ +NaOH+NaKCO ₃ | 15+2+3г | 1 |
| Cr | Si | H ₂ SO ₄ (1:1) | 40 | 1-2 |
| Ферохром | Cr | *Na ₂ O ₂ +NaKCO ₃ | 8 + 4 г | 0.5 |
| Ферохром | Si | H ₂ SO ₄ (1:4) | 40 | 1 |
| Си-сплави | Cu,Al,Bi,Be,Cd,Co, Cr,Pb,Mg, Zn, Mn, P, Ni | *HNO ₃ (1:1) потім H ₂ SO ₄ (1:1) | 25+20 | 2 |
| Мідь | Cu | HNO ₃ +H ₂ O (2:1) | 300 | 10-20 |
| Си (стара) | Cu,Ni,Pb | HNO ₃ (1:1) | 100 | 10 |
| Си (чорнова) | Cu,Bi,Ni,P,Pb, Sb, Sn | H ₂ O+HNO ₃ (1:1) | 50 + 200 | 25 |
| Cu | Fe | *HCl (7:3)+H ₂ O ₂ (30%) | 40+40 | 5 |
| Cu, Pb, Sn, Sb | Cu, Pb | *Br ₂ +HBr=1:9 | 20 | 2 |
| Підшипникові сплави | Sn | *H ₂ SO ₄ к.+KHSO ₄ | 20+5г | 1 |
| Бронза | Cu,Pb | HNO ₃ (1:1) | 25 | 2 |
| Cu-Sn-Pb | Pb | *HBF ₄ (40%)+HNO ₃ (1:1) | 5+10 | 1 |
| Бронза | Sn | *HCl (1:1)+H ₂ O ₂ (30%) | 60+7 | 1 |
| Залізо | C,S | O ₂ | | 1 |
| Fe | Mn | HNO ₃ (1:1) | 15 | 0.2 |
| Сталь-Ni | Ni | HClO ₄ (60%) | 10-20 | 1-3 |
| Сталь-W | W | HCl (1:1) | 5.-100 | 0.5-5 |
| Сталь-Cr,Mo | Mn, Mo | H ₂ SO ₄ (1:5) | 50 | 1-5 |
| Сталь-Co,Cu | Co, Cu | *HCl (1:1)+HNO ₃ к. | 20-40 | 0.3-2 |
| Сталь-Cr,V | Cr, V | *H ₂ SO ₄ (1:5)+H ₃ PO ₄ к.=6:1 | 70 | 0.3-3 |
| Сталь-Cr-Ni | Cr | *HClO ₄ (70%)+H ₃ PO ₄ (г.1.7) =1:1 | 20 | 0.5 |
| Сталь-Cr-Ni,Si | Ni,Si | *HClO ₄ (70%)+HNO ₃ к. | 30 | 0.5 |
| Галій | Cu, Fe, Zn | *HCl (1:1)+HNO ₃ к.=6:1 | 35 | 2 |
| Індій | Cu, Pb, Zn | HBr (г.1.38) | 15 | 1 |
| Іридій | Ru, Rh, Pd, Os, Pt | Cl ₂ залишок обр. *HCl + HNO ₃ (1:3) розв. (1:2) | | 1 |
| Літій | Na, K | діоксан+(вода+діоксан = 1:1) | 50+50 | 2 |
| Магній | Al,Fe,Ca,Ni, P3E, | HCl (1:1) | 20 | 1 |
| Mg і сплави | Cd,Zn,Al,Cr,Fe,Pb | H ₂ SO ₄ (1:1) | 10 | 1 |
| Mg і сплави | Cl, Cu | HNO ₃ (1:1) | 20 | 1 |
| Феромарганець | Mn | HNO ₃ к. | 30 | 1 |
| Молібден | Mo | HNO ₃ (1:1) | 30 | 0.5 |
| Mo | Cu, Fe, Ni, Si | *H ₂ SO ₄ к. потім HNO ₃ по краплях | 5 | 1-5 |
| Феромолібден | Mo | Na ₂ O ₂ | 15 г | 1 |
| Феромолібден | W, Cu, P | *HCl к.+HNO ₃ к. | 20+5 | 1-3 |
| Ніобій, тантал | Nb,Ta,Mo,W, Co, Cu,Fe,Mn, Ni,Ti | *HF (г.113) + HNO ₃ к. по краплях | 10-30 | 1-5 |
| Нікель | Ni,Co,Fe,Cu, Mn,Pb,Zn... | HNO ₃ (1:1), (2:3) | 20-100 | 1-5 |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---------------|----------------------------|--|------------|-------|
| Спл Ni-Cr | Ni | *HNO ₃ (1:4)+HCl к. | 50+30 | 0.5 |
| Спл Ni-Cr | Cr | *HClO ₄ (70%) + H ₃ PO ₄ (85%) | 10+10 | 0.5 |
| Сп Ni,Cu | Co,Cu,Fe,Ni, Mn | *HNO ₃ (1:1)+HClO ₄ к. = 2:3 | 20 | 1 |
| Спл Ni-Fe | Ni | *H ₂ SO ₄ к.+HNO ₃ к. | 50+50 | 5 |
| Тв. сплави | Co, Fe, Nb, Ta, (Cr,V) | *HNO ₃ +HF+H ₂ SO ₄ + (H ₃ PO ₄) | 40+5+10 | 1-2 |
| Тв. сплави | Mo, W | *Na ₂ O ₂ +Na ₂ CO ₃ | 10 г + 5 г | 1 |
| Тверді сплави | Co, Mo, W | *HF + HNO ₃ по краплинах | 5-10 | 2.5 |
| Осмій | Os | O ₂ | Потік | 10 |
| Спл Os-Ir | Os, Ir, Rh, Ru, Pd, Pt, Au | *KOH+KNO ₃ | 8 г +1 г | 1 |
| Pb-сплави | Pb,Cu,Te,Sn,Sb | *Br ₂ +HCl к.=1:10 | 100 | 10 |
| Pb-сплави | Ba,Ca,Fe,Li,Na,Ni, Sn,Zn | HNO ₃ (1:2) | 60 | 10 |
| Свинець | Cu,Zn | H ₂ SO ₄ | 10-20 | 2-5 |
| Pb-Sn | Sn | *H ₂ SO ₄ к.+KHSO ₄ | 20+5г | 1 |
| Паладій | Pd,Pt,Ir,Rh | *HCl+HNO ₃ =3:1, розв. 1:1 | 20 | 0.25 |
| Платина | Pt | *HCl+HNO ₃ =3:1 | 20 | 1 |
| Родій | Rh,Pd,Pt,Au | Cl ₂ , потім HCl+HNO ₃ =3:1 | | 1 |
| Рутеній | Ru,Os,Pd,Pt,Ir,Rh | *KOH+KNO ₃ | 8 г +1 г | 1 |
| Сурма | Sb | *H ₂ SO ₄ к.+ HCl (4:3) | 20+70 | 0.2 |
| Sb | Bi,Sn,Cu,Fe,Ni,Pb, Zn | *Br ₂ +HCl=1.5:10 | 200 | 10 |
| Феросиліцій | Si,Al,Ca,Fe,Ti | *H ₂ SO ₄ +HF потім HNO ₃ | 1+20 | 1 |
| Si-Mn | Mn | HNO ₃ (г.1.4)+HF (40%) | 30+2 | 1 |
| Sn-сплави | Sn,Cd,Cu,Pb,Sb,Zn | *Br ₂ +HCl=1.5:10 | 25 | 1 |
| Олово | As, Sb | H ₂ SO ₄ к. | 15 | 1 |
| Та | Nb | K ₂ S ₂ O ₇ | 10 г | 2 |
| Титан і спл | Al, Fe, Mg, Cr, V | H ₂ SO ₄ (1:4) | 40-70 | 0.5-1 |
| Феротитан | Ti | *Na ₂ O ₂ +Na ₂ CO ₃ | 12г+4г | 0.5 |
| Феротитан | Cr, V | *HCl(1:1)+(H ₂ SO ₄ (1:1)+ H ₃ PO ₄ к+H ₂ O=4:1:12) | 100+ 90 | 2.5 |
| Талій | Ag, Bi, Cu, Hg, Zn | HNO ₃ (1:1) | 25 | 5 |
| Ферованадій | V | *HNO ₃ (1:1)+H ₂ SO ₄ к.+ HCl(1:1)=2:1:0.1 | 30 | 0.25 |
| Ферованадій | V | Na ₂ O ₂ | 15 г | 2 |
| Вольфрам | Fe, Mo | H ₂ O+H ₂ O ₂ (30%) | 2+10 | 2 |
| Цинк | Cd, Cu, Pb | HNO ₃ (2:1) | 30 | 20 |
| Zn-сплави | Cr, Fe, Ni | *H ₂ SO ₄ к. + H ₂ O ₂ до початку реакції | 15 | 1 |
| Zn-Cu-Al | Al | H ₂ SO ₄ (1:5) | 20 | 1 |
| Cu-Ni-Zn | Zn | HNO ₃ (1:1) | 25 | 2 |
| Zn-Cu-Al | Cu | HNO ₃ (1:1) | 20 | 2.5 |
| Zn-Sn | Sn | H ₂ SO ₄ (1:1) | 50 | 3 |
| Фероцирконій | Zr | *HNO ₃ к. + HF по краплинах | 20 | 1 |

