

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования  
«Оренбургский государственный университет»

Кафедра пищевой биотехнологии

*А.В. Берестова*

# **МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СВОЙСТВ СЫРЬЯ**

Методические указания

Рекомендовано к изданию редакционно-издательским советом федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Оренбургский государственный университет» для обучающихся по образовательной программе высшего образования по направлению подготовки 18.03.01 Химическая технология

Оренбург  
2019

УДК 663/6649(076.5)  
ББК 36-1я7  
Б48

Рецензент – доцент, кандидат технических наук Г.А. Сидоренко

**Берестова, А. В.**  
Б48 Методы исследования свойств сырья: методические указания / А.В. Берестова; Оренбургский гос. ун-т. – Оренбург: ОГУ, 2019. – 42 с.

Методические указания включают 4 лабораторные работы по методам исследования свойств химического сырья. Каждая лабораторная работа включает описание методик теоретический материал, проведения анализов и задание.

Методические указания предназначены для выполнения лабораторных работ по дисциплине «Методы исследования свойств сырья» для обучающихся по программе высшего профессионального образования по направлению подготовки 18.03.01 Химическая технология.

УДК 663/6649(076.5)  
ББК 36-1я7

© Берестова А.В., 2019  
© ОГУ, 2019

## Содержание

Введение.....	4
1 Лабораторная работа № 1. Методы органолептического анализа масличного сырья.....	5
2 Лабораторная работа № 2. Методы исследования качества воды для технических целей.....	11
3 Лабораторная работа № 3. Методы определения содержания влаги в химическом сырье.....	23
4 Лабораторная работа № 4. Рефрактометрические методы анализа химического сырья.....	33
Список использованных источников.....	40
Приложение А.....	42

## Введение

Методические указания предназначены для выполнения лабораторных работ по дисциплине «Методы исследования свойств сырья» для обучающихся второго курса по программе высшего образования по направлению подготовки 18.03.01 Химическая технология.

Выполнение студентами лабораторных работ по методам исследования свойств химического сырья позволят углубить теоретические знания в данной области и приобрести практический опыт проведения исследований в области химических технологий. При выполнении лабораторных работ студенты приобретут навыки проведения методов исследований основных классов химического сырья, стандартных испытаний по определению показателей качества химической продукции, а также навыки работы с нормативными документами. Получение указанных знаний и умений способствует формированию у студентов навыков проведения стандартных и сертификационных испытаний химических материалов, изделий и технологических процессов, а также изучения научно-технической информации, отечественного и зарубежного опыта по химическим технологиям.

# **1 Лабораторная работа № 1. Методы органолептического анализа масличного сырья**

Наибольший практический интерес для промышленности представляют растительные жирные масла и пищевые растительные белки, содержащиеся в семенах и определяющие основное направление промышленного использования семян масличных растений. Техническое использование растительных масел также очень разнообразно. На первом месте по объему потребления растительных масел на технические цели стоит производство моющих средств, на втором - производство окисленных масел, предназначенных для выработки лаков, красок и олиф. Много растительного масла расходуется для производства линолеума, клеенок и непромокаемых тканей, в текстильном производстве, металлообрабатывающей промышленности, литейном производстве. Растительные масла и продукты их переработки широко используются в производстве фармацевтических препаратов (касторовое, кротоновое, молочайное, оливковое и некоторые другие). Растительные масла – какао-масло, оливковое, миндальное, касторовое – используются для изготовления различных косметических средств.

Качество промышленного растительного масличного сырья – семян и плодов масличных растений – регламентируется системой государственных общесоюзных стандартов (ГОСТ), которая законодательно устанавливает единые технические требования к масличному сырью, технологии его подготовки к хранению и переработке в производстве растительных масел. В стандартах конкретизированы требования к масличному сырью в зависимости от поставщика и принимающей организации. Важнейшими показателями технологического качества семян по ГОСТу являются влажность и засоренность. Требования к заготавливаемому сырью предусматривают два уровня качества семян – семена, отвечающие базисным нормам, и семена, отвечающие ограничительным нормам.

Базисные нормы характеризуют такой уровень качества семян, при котором они могут быть без дополнительной обработки длительно сохранены, а затем

переработаны с получением продукта стандартного качества. Ограничительные нормы характеризуют уровень качества семян, при котором из них в принципе возможно получить при технологической переработке доброкачественную продукцию.

Устойчивое хранение масличных семян возможно при влажности их, равной критической величине или ниже ее. Только при этих условиях семена без дополнительной обработки могут быть сохранены в хранилищах обычного типа. Как правило, в ГОСТ на масличные семена от этого требования имеются отступления, обусловленные условиями уборки ряда масличных культур. Базисные нормы по влажности для большинства масличных культур находятся в пределах от 9 % до 14 % в зависимости от величины масличности семян. Так, семена клещевины и кунжута имеют базисную влажность 9 %, арахиса, мака и масличного льна – 11 %, горчицы, рапса, рыжика, сурепицы, подсолнечника – 12 %, сафлора, конопли, льна-долгунца – 13 %, сои – 14 %. Эти значения влажности выше критических величин, и поэтому даже семена, имеющие величину влажности на уровне базисных норм, должны быть перед хранением подвергнуты сушке.

Базисными нормами регламентируется содержание в семенах примесей. Подразделяют сорную и масличную примеси. К сорной относят примесь минеральную (земли, песок, камешки и т.п.) и органическую (остатки листьев, стеблей, пустые семена, оболочки семян, семена всех дикорастущих и культурных растений, кроме отнесенных каждым из ГОСТ к масличной примеси, семена, испорченные самосогреванием, сушкой, обуглившиеся, прогнившие, все с явно испорченным ядром). К масличной примеси относят семена данной масличной культуры, если они битые, раздробленные, изъеденные вредителями, щуплые, мелкие, проросшие, с измененным цветом ядра. В стандартах для конкретной масличной культуры дается перечень масличных растений, семена которых должны быть отнесены к сорной или масличной примеси, конкретизируются условия отнесения поврежденных семян к той или иной группе примесей.

Для того чтобы обеспечить улучшение качества масличных семян и плодов, получаемых заготовительными организациями от сельского хозяйства, применяются

меры экономического стимулирования. Так, при отклонении величины влажности семян и величины сорной примеси от базисных норм соответственно увеличивается или уменьшается масса принимаемых семян путем пересчета массы сдаваемых семян на базисные нормы. Если качество заготавливаемых семян хуже базисных, то за каждый процент превышения влажности и сорности на 1 % уменьшается масса принимаемых семян. Кроме того, делается скидка с закупочной цены: за 1 % влажности – 0,4% цены за дополнительную сушку семян, за 1 % сорной примеси – 0,3 % цены за очистку семян и за 1 % масличной примеси – 0,1 % цены также за очистку семян принимающей организацией. Если семена поражены клещом (степень заражения семян клещом также регламентируется ГОСТ), дополнительно снимается 0,5 % закупочной цены за дополнительную обработку семян.

При определении показателей качества масличного сырья используют различные методы анализа. Это, прежде всего, органолептический контроль, в ходе которого определяется внешний вид, цвет, запах сырья; инструментальные, расчетные и графические методы.

Вопросы для подготовки:

1. Методы определения показателей качества химического сырья.
2. Измерительные, расчетные, исследовательские, социологические, графические методы определения свойств химического сырья.
3. Аналитические методы исследования свойств сырья.
4. Органолептические, гравиметрические, микробиологические методы исследования свойств сырья.
5. Методы стандартных и сертификационных испытаний материалов, изделий и технологических процессов в химической технологии.

Задание:

1. Определить органолептические показатели масличного сырья по ГОСТ 27988-88 «Семена масличные. Методы определения цвета и запаха».

Из средней пробы выделяют навеску массой  $(100 \pm 10)$  г.

Определение цвета. Цвет семян определяют визуально при рассеянном дневном свете, а также при освещении лампами накаливания или люминесцентными

лампами. Рассыпав тонким сплошным слоем навеску семян, определяют соответствие их цвета описанию этого признака в стандарте на анализируемую культуру. При разногласиях цвет определяют только при рассеянном дневном свете.

Цвет клещевины определяют в обмолоченных семенах.

Определение запаха. Запах определяют в целых или размолотых семенах. Навеску семян помещают в чашку и устанавливают наличие или отсутствие постороннего запаха. В тех случаях, когда в целых семенах проявляется слабо выраженный посторонний запах, не свойственный нормальным семенам, для усиления его семена прогревают следующими способами:

а) семена помещают на сетку и в течение 2-3 мин пропаривают над сосудом с кипящей водой. Пропаренные семена высыпают на лист бумаги и исследуют на присутствие постороннего запаха;

б) семена помещают в чистую без наличия постороннего запаха коническую колбу со шлифом вместимостью 100 см<sup>3</sup> плотно закрывают пробкой и выдерживают в течение 30 мин при температуре от 35 °С до 40 °С, используя любой источник тепла. Затем открывают на короткое время колбу и исследуют на присутствие постороннего запаха в семенах. Таким же образом проводят определение постороннего запаха в размолотых семенах.

В результатах анализа указывают, на каких семенах, целых или размолотых, проводилось испытание.

2. Определить степень зараженности вредителями по ГОСТ 10853-88 «Семена масличные. Метод определения зараженности вредителями».

Для определения зараженности из партии семян отбирают среднюю пробу. Комки семян, оплетенных гусеницами бабочек, разбирают вручную и живых вредителей присоединяют к общему количеству вредителей в средней пробе.

После этого среднюю пробу семян взвешивают с погрешностью не более 0,01 кг, а затем просеивают через набор сит с отверстиями диаметром 1,5 мм (нижнее) и 2,5 мм (верхнее) для крупносеменных культур или для мелкосеменных культур (льна, конопли, горчицы, сурепицы, рапса, рыжика, кунжута и мака) – через набор сит с отверстиями диаметром 1 мм (нижнее) и 1,5 мм (верхнее). Просеивание

проводят вручную в течение 2 мин примерно при 120 круговых движениях в минуту или механизированным способом в соответствии с описанием, приложенным к устройству.

При температуре семян менее 5 °С полученные сход и проходы через сита раздельно выдерживают при температуре (25±5) °С от 10 до 20 мин до активизации насекомых и клещей, впавших в оцепенение.

Сход с сита с отверстиями диаметром 2,5 мм для крупносеменных культур или сход с сита с отверстиями диаметром 1,5 мм для мелкосеменных культур помещают на анализную доску, разравнивают тонким слоем и разбирают вручную с помощью шпателя. Отдельно по видам подсчитывают обнаруженных насекомых (гусениц бабочек, мавританскую козявку, большого мучного и смолянобурого хрущаков и др.).

Сход с сита с отверстиями диаметром 1,5 мм для крупносеменных культур или сход с сита с отверстиями диаметром 1,0 мм для мелкосеменных культур помещают на белое стекло анализной доски, выделяют и подсчитывают обнаруженных вредителей.

Проходы через сита с отверстиями диаметром 1,5 мм для крупносеменных культур или сита с отверстиями диаметром 1,0 мм для мелкосеменных культур помещают на черное стекло, рассыпают их тонким разреженным слоем и, рассматривая под лупой, подсчитывают количество клещей и отдельно по видам мелких насекомых (булавоусого и малого мучного хрущаков, суринамского и короткоусого мукоедов и др.).

Обнаруженных мертвых вредителей, а также живых полевых вредителей, не повреждающих семена при хранении, при определении зараженности не учитывают. Количество обнаруженных вредителей в сходах и проходе с сит суммируют отдельно по видам.

Количество живых насекомых отдельно по видам, а также клещей в каждой средней пробе определяют по формуле

$$X = \frac{n}{m}, \quad (1.1)$$

где  $n$  – количество обнаруженных живых вредителей данного вида, шт.;

$m$  – масса средней пробы, кг.

Вычисления проводят до первого десятичного знака с последующим округлением до целого числа. За окончательный результат зараженности принимают результат определения средней пробы, в которой определено наибольшее количество вредителей данного вида.

Степень зараженности семян клещами определяют по таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Степень зараженности семян клещами

Степень зараженности	Количество клещей в 1 кг средней пробы, шт.
I	До 20 включительно
II	Свыше 20, но свободно передвигаются и не образуют скоплений
III	Клещи образуют войлочные скопления

Округление результатов определения проводят следующим образом: если первая из отбрасываемых цифр равна или больше 5, то последнюю сохраняемую цифру увеличивают на единицу, если меньше 5, то ее оставляют без изменения.

3. Определить количество всех видов примесей в масличном сырье ГОСТ 10854-2015 «Семена масличные. Методы определения сорной, масличной и особо учитываемой примеси».

4. Определить степень лужистости по ГОСТ 10855-88 «Семена масличные. Методы определения лужистости».

Лужистость масличных семян определяют путем обрушивания их ручным способом. Для этого из среднего образца семян, предварительно очищенных от примесей, берут две навески: для семян подсолнечника – по 10 г, клещевины – по 20 г, взвешивают их с точностью до 0,01 г. Семена каждой навески обрушивают с помощью пинцета. Отделенные от ядра плодовые оболочки (лужгу) взвешивают с точностью до 0,01 г.

Результаты определения лужистости выражают в процентах к весу взятой для анализа навески. Среднее из двух определений принимают за лужистость образца семян. Разница между параллельными определениями допускается не более 1 %. В

противном случае определение повторяют. При арбитражных определениях лужистости отклонения допускаются также не более 1 %.

5. Используя нормативные данные ГОСТ 22391-2015 «Подсолнечник. Технические условия» и ГОСТ 14943-95 «Клещевина (промышленное сырье). Требования при заготовках и поставках» и полученные результаты исследований сделать выводы о качестве анализируемого сырья, результаты занести в таблицу 1.2.

6. Выявить какие методы исследований химического сырья использовались при анализе масличных культур.

Таблица 1.2 – Результаты исследований показателей качества масличного сырья

Показатели качества масличных семян	Вид масличных семян			
	Семена подсолнечника		Семена клещевины	
	Нормативные показатели	Фактические данные	Нормативные показатели	Фактические данные
1. Органолептические показатели				
2. Зараженность вредителями, %				
3. Содержание примесей, %				
4. Степень лужистости, %				
5. Влажность, %				

## **2 Лабораторная работа № 2. Методы исследования качества воды для технических целей**

Согласно ГОСТ 17.1.1.04-80 «Охрана природы. Гидросфера. Классификация подземных вод по целям водопользования» подземные воды классифицируются по целям использования (таблица 2.1).

Таблица 2.1 – Классификация подземных вод по целям использования

Классификация целей водопользования подземных вод	Цели водопользования	Классы подземных вод по ОКПИ и ПВ 1 75 009
1	2	3
Хозяйственно-питьевые и коммунально-бытовые нужды населения	Хозяйственно-питьевое водоснабжение территорий жилой застройки и общественных зданий: городских промышленных районов; сельскохозяйственных районов	Вода питьевая
	Кондиционирование воздуха в общественных и жилых зданиях	Вода техническая Вода питьевая
	Полив и мытье территорий населенных пунктов (улиц, площадей, зеленых насаждений), работа фонтанов и т.п.	Вода питьевая
	Полив посадок в городских и поселковых теплицах и парниках	Вода техническая Вода питьевая
	Прочие нужды (в том числе тушение пожаров, промывка водопроводных и канализационных сетей)	
Лечебные, курортные и оздоровительные цели	Лечебные цели (для больниц, поликлиник, амбулаторий и др.)	Вода питьевая Вода минеральная
	Курортные цели (для санаториев, домов отдыха и др.)	Вода минеральная Вода теплоэнергетическая Вода питьевая Вода техническая
	Оздоровительные цели для плавательных бассейнов, стадионов и др., а также для розлива минеральной воды)	Вода теплоэнергетическая Вода питьевая Вода минеральная
Нужды сельского хозяйства (без орошения и обводнения)	Полив посадок в колхозных и совхозных теплицах и парниках	Вода техническая Вода питьевая
	Нужды животноводства	Вода техническая
	Технологические нужды колхозных и совхозных предприятий по переработке сельскохозяйственной продукции и сырья	Вода питьевая
	Технические нужды колхозов и совхозов (для мастерских, ремонтных работ в автотракторных парках и гаражах, а также тушения пожаров в сельскохозяйственных комплексах и др.)	
Орошение и обводнение	Орошение: оазисное; региональное	Вода техническая Вода питьевая
	Обводнение (пастбищ)	Вода техническая
Промышленные нужды (без теплоэнергетики)	Хозяйственно-питьевые и коммунально-бытовые нужды промышленных предприятий (и тушение пожаров)	Вода питьевая Вода техническая
	Технические нужды строительства, предприятий по переработке сырья (изготовление пищевых продуктов, химико-фармацевтических препаратов, промышленных изделий и др.): обеспечение водой производственных процессов; кондиционирование воздуха	Вода техническая Вода питьевая
	Разработка твердых полезных ископаемых: техническое водоснабжение шахт, разрезов, рудников, карьеров; обеспечение водой производственных процессов на обогатительных фабриках	Вода техническая Вода питьевая
	Добыча промышленных химических компонентов из подземных вод	Вода промышленная

Продолжение таблицы 2.1

1	2	3
Нужды теплоэнергетики	Теплоэнергетическое снабжение районов жилой застройки и общественных зданий: теплоснабжение (отопление и горячее водоснабжение); снабжение электроэнергией	Вода теплоэнергетическая
	Теплоэнергетическое снабжение сельскохозяйственных производств и предприятий: теплоснабжение (обогрев т.д.); снабжение электроэнергией	
	Хозяйственно-питьевое снабжение для нужд теплоэнергетических станций	Вода питьевая Вода теплоэнергетическая
	Технические нужды тепло энергетических станций	Вода теплоэнергетическая Вода питьевая
	Теплоэнергетическое снабжение промышленных предприятий: теплоснабжение (отопление и горячее водоснабжение); снабжение электроэнергией	Вода теплоэнергетическая
Территориальное перераспределение стока поверхностных вод и пополнение запасов подземных вод	Искусственное пополнение запасов подземных вод для хозяйственно-питьевого, коммунально-бытового и производственного водоснабжения (за счет поверхностных вод)	
	Искусственное пополнение запасов подземных вод при создании гидравлических барьеров для отжатия соленых или загрязненных подземных вод (за счет поверхностных и подземных вод)	
Сброс сточных вод	Захоронение в глубокие водоносные горизонты токсичных и концентрированных сточных вод	Разные классы подземных вод
Прочие нужды		

Вода техническая – вода, кроме питьевой, минеральной и промышленной, пригодная для использования в народном хозяйстве.

Техническая вода по ряду показателей может обладать более низким качеством, чем питьевая. Тем не менее, ГОСТ прямо не определяет эти показатели, так как техническая вода в России до сих пор не нормируется по единым руководящим документам. Это вызвано тем, что в настоящее время существует два различных вида нормирования: это нормирование по группе физико-химических показателей и по модели состава (свойствам).

Нормирование по модели состава является более предпочтительным – оно определяет такие свойства технической воды, как способность вызывать коррозию или образование накипи в процессе эксплуатации механизмов и материалов, замутнение растворов, выпадение осадка и подобные.

На практике в городах подвоз технической воды наиболее востребован при строительстве, так как возводимый объект зачастую не имеет собственных водных коммуникаций. На различных АТП и других предприятиях применение технической воды также часто является хорошей альтернативой, так как использование воды из водопровода оказывается дороже. При этом водопроводная (питьевая) вода обладает более высокими качественными показателями, что не всегда востребовано (например, нет смысла использовать питьевую воду для мойки автомобилей).

Поскольку единого ГОСТа на техническую воду не существует, то можно руководствоваться рядом ГОСТов и иных нормативных документов, определяющих состав воды, ее свойства и цели применения.

Требования к качеству воды для технических целей.

Согласно ГОСТ 23732-2011 «Вода для бетонов и строительных растворов. Технические условия» вода должна удовлетворять требованиям настоящего стандарта:

1. Содержание в воде органических поверхностно-активных веществ, сахаров или фенолов, каждого, не должно быть более 10 мг/л.

2. Вода не должна содержать пленки нефтепродуктов, жиров, масел.

3. В воде, применяемой для затворения бетонных смесей и поливки бетона, не должно быть окрашивающих примесей, если к бетону предъявляют требования технической эстетики.

4. Содержание в воде растворимых солей, ионов  $SO_4^{-2}$ ,  $Cl^{-1}$  и взвешенных частиц не должно превышать величин, указанных в таблице 2.2.

5. Окисляемость воды не должна быть более 15 мг/л.

6. Водородный показатель воды (рН) не должен быть менее 4 и более 12,5.

7. Вода не должна содержать также примесей в количествах, нарушающих сроки схватывания и твердения цементного теста и бетона, снижающих прочность и морозостойкость бетона.

8. Допускается применение технических и природных вод, загрязненных стоками, содержащими примеси в количествах, превышающих установленные в

таблице, кроме примесей ионов  $Cl^{-1}$ , при условии обязательного соответствия качества бетона показателям, заданным проектом.

Таблица 2.2 – Содержание солей в технической воде

Назначение воды	Максимальное допустимое содержание, мг/л			
	растворимых солей	ионов $SO_4^{-2}$	ионов $Cl^{-1}$	взвешенных частиц
1. Вода для затворения бетонной смеси при изготовлении напряженных железобетонных конструкций	2000	600	350	200
2. Вода для затворения бетонной смеси при изготовлении бетонных и железобетонных конструкций с ненапрягаемой арматурой, в том числе для водосбросных сооружений и зоны переменного горизонта воды массивных сооружений.	5000	2700	1200	200
3. Вода для затворения бетонной смеси при изготовлении бетонных неармированных конструкций, к которым не предъявляются требования по ограничению образования высолов, а также бетона бетонных и железобетонных конструкций подводной и внутренней зон массивных сооружений.	10000	2700	3500	300
4. Вода для промывки заполнителей, включая мокрую контрольную сортировку и охлаждение заполнителей.	5000	2700	1200	500
5. Вода для поливки рабочих швов при перерывах в бетонировании, поверхностей стыков подлежащих омоноличиванию и поверхностей водосбросных конструкций, а также вода для трубного охлаждения массива бетона.	1000	500	350	200
6. Вода для поливки законченных наружных поверхностей бетонных и железобетонных конструкций.	5000	2700	1200	500
7. Вода для поливки наружных поверхностей бетонных конструкций (исключая поверхности водосбросных сооружений), если на поверхности может быть допущено появление выцветов, высолов.	35000	2700	20000	500

Вопросы для подготовки:

1. Общая характеристика физико-химических методов анализа.
2. Титриметрические методы анализа свойств химического сырья.
3. Оптические методы анализа.

Задание:

1. Руководствуясь методикой отобрать пробы технической воды.

Анализ качества воды осуществляют при организации производства бетонных и железобетонных конструкций и в последующем при всяком изменении источника получения воды или состава примесей.

Отбор, хранение и транспортирование воды производят по ГОСТ 31861-2012 «Вода. Общие требования к отбору проб». Пробы воды из источников с

непостоянным химическим составом примесей отбирают с учетом сезонных, суточных и других изменений содержания примесей.

## 2. Определить содержание ионов $\text{Cl}^{-1}$ в пробе воды.

Содержание остаточного активного хлора учитывается в воде, подвергнутой хлорированию в целях обеззараживания.

Содержание свободного хлора в воде определяют качественным и количественным способами. Определение следует проводить немедленно после отбора пробы.

Качественное определение свободного хлора. В пробирку на высоту 10 см наливают воду и прибавляют к ней 10 капель раствора йодистого калия и 12 капель раствора крахмала. Появление синего окрашивания указывает на наличие свободного хлора. Количество ионов хлора оценивают по интенсивности окрашивания (таблица 2.3).

Таблица 2.3 – Содержание ионов  $\text{Cl}^{-1}$

Окраска	Количество хлора, $\text{мг/см}^3$ воды
Едва заметная синева	0,05
Слегка синеватая	0,1
Светло-синяя	0,2
Синяя	0,3
Густо-синяя	0,5

Количественное определение свободного хлора титрованием. Метод основан на окислении свободным хлором метилового оранжевого. 100  $\text{см}^3$  испытуемой воды помещают в коническую колбу вместимостью 250  $\text{см}^3$ , добавляют 2-3 капли 5 Н соляной кислоты и при перемешивании быстро титруют 0,005 %-ным раствором метилового оранжевого до появления не исчезающей розовой окраски.

Массовая концентрация свободного остаточного хлора ( $\text{мг/дм}^3$ )

$$X = \frac{(0,04 + (V \cdot 0,0217))}{V_1} \cdot 1000, \quad (2.1)$$

где 0,04 – эмпирический коэффициент;

$V$  – объем 0,005 %-ного р-ра метилового оранжевого, израсходованного на титрование, см<sup>3</sup>;

0,0217 – титр р-ра метилового оранжевого;

$V_1$  – объем воды, взятый на анализ, см<sup>3</sup>.

В воде свободного хлора должно быть не более 0,5 мг/л.

3. Определить содержание растворимых солей.

Определение сухого остатка без добавления соды (проводится в день отбора пробы) по ГОСТ 18164-72 «Вода питьевая. Метод определения содержания сухого остатка».

Пробу профильтрованной воды объемом от 250 до 500 см<sup>3</sup> выпаривают в предварительно высушенной до постоянной массы фарфоровой чашке. Выпаривание ведут на водяной бане с дистиллированной водой. Затем чашку с сухим остатком помещают в термостат при 110 °С и сушат до постоянной массы.

Сухой остаток ( $X$ ), мг/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m - m_1)}{V} \cdot 1000, \quad (2.2)$$

где  $m$  – масса чашки с сухим остатком, мг;

$m_1$  – масса пустой чашки, мг;

$V$  – объем воды, взятый для определения, см<sup>3</sup>.

Данный метод определения сухого остатка дает несколько завышенные результаты вследствие гидролиза и гигроскопичности хлоридов магния и кальция и трудной отдачи кристаллизационной воды сульфатами кальция и магния. Эти недостатки устраняются прибавлением к выпариваемой воде химически чистого карбоната натрия. При этом хлориды, сульфаты кальция и магния переходят в безводные карбонаты, а из натриевых солей лишь сульфат натрия обладает кристаллизационной водой, но она полностью удаляется высушиванием сухого остатка при температуре от 150 °С до 180 °С.

Определение сухого остатка с добавлением соды. Пробу профильтрованной воды объемом от 250 до 500 см<sup>3</sup> выпаривают в фарфоровой чашке, высушенной до постоянной массы при 150 °С. После того как в чашку прилита последняя порция воды, вносят пипеткой 25 см<sup>3</sup> точного 1 %-ного раствора углекислого натрия с таким расчетом, чтобы масса прибавленной соды примерно в два раза превышала массу предполагаемого сухого остатка. Для обычных пресных вод достаточно добавить 250 мг безводной соли (25 см<sup>3</sup> 1 %-ного раствора Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>). Раствор хорошо перемешивают стеклянной палочкой. Палочку обмывают дистиллированной водой, собирая воду в чашку с осадком. Выпаренный с содой сухой остаток высушивают до постоянной массы при 150 °С. Чашку с сухим остатком помещают в холодный термостат и затем поднимают температуру до 150 °С. Разность в массе между чашкой с сухим остатком и первоначальной массой чашки и соды (1 см<sup>3</sup> раствора соды содержит 10 мг Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) дает значение сухого остатка во взятом объеме воды.

Сухой остаток ( $X$ ), мг/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m - (m_1 + m_2)}{V} \cdot 1000, \quad (2.3)$$

где  $m$  – масса чашки с сухим остатком, мг;

$m_1$  – масса пустой чашки, мг;

$m_2$  – масса добавленной соды, мг;

$V$  – объем воды, взятый для определения, см<sup>3</sup>.

Расхождения между результатами повторных определений не должны превышать 10 мг/дм<sup>3</sup>, если сухой остаток не превышает 500 мг/дм<sup>3</sup>, при более высоких концентрациях расхождение не должно превышать 2 %

#### 4. Определить рН воды.

Величину рН воды определяют потенциометрическим методом с помощью рН-метров любых марок - 340; ЛП-5; ЛП-58; ЛПУ-01 и др. Определение рН воды не требует специальной подготовки пробы. Для определения берут от 10 до 50 см<sup>3</sup> воды в химическом стакане емкостью от 50 до 100 см<sup>3</sup>. Определение рН выполняют согласно инструкции к прибору.

## 5. Определить содержание взвешенных частиц.

Для определения содержания взвешенных частиц хорошо взбалтывают от 0,5 до 1 дм<sup>3</sup> воды и фильтруют ее через взвешенный тигель с пористым дном. Тигель с осадком высушивают при температуре 105 °С до постоянной массы. Разница в массе дает количество взвешенных частиц во взятом для определения объеме воды.

Содержание взвешенных частиц  $P$ , мг/л, вычисляют по формуле

$$P = \frac{P_1 - P_0}{V} \cdot 10^6, \quad (2.4)$$

где  $P_0$  – масса тигля, г;

$P_1$  – масса тигля с высушенным осадком, г;

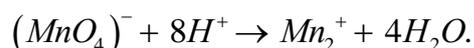
$V$  – объем воды, отобранный на анализ, мл.

## 6. Определить окисляемость воды.

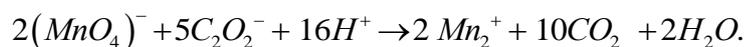
Показатель окисляемости воды характеризует содержание в ней органических примесей, способных к окислению (гумматы, органические кислоты и др.).

В зависимости от применяемого окислителя различают окисляемость перманганатную, бихроматную и др. При анализе воды обычно определяют перманганатную окисляемость. В основе метода лежат следующие реакции.

Перманганат калия ( $\text{KMnO}_4$ ), будучи сильным окислителем, реагирует в кислой среде с восстановителями по уравнению



В анализируемую пробу перманганат вводят в виде 0,01 н раствора с некоторым избытком. Для учета его количества, пошедшего на окисление примесей воды, в реакционную смесь вводят такой же объем 0,01 н раствора щавелевой кислоты, реагирующей с перманганатом калия по уравнению



Не вступившую в реакцию щавелевую кислоту оттитровывают перманганатом и по результатам титрования вычисляют окисляемость воды. Окисляемость

выражается в расходе перманганата калия или молекулярного кислорода в мг/дм<sup>3</sup> воды.

Метод используют для проб воды, окисляемость которой менее 100 мг O<sub>2</sub>/дм<sup>3</sup>.

Следует учитывать влияние неорганических соединений, которые могут быть окислены в ходе выполнения анализа (хлориды, сульфаты, нитраты, Fe<sup>2+</sup>).

При содержании хлоридов свыше 300 мг/дм<sup>3</sup> прибавляют 0,4 г сульфата ртути (II).

Железо (II), сероводород, сульфаты и нитраты определяют отдельно, результат вычитают из величины окисляемости пробы с учетом пересчета: 1 мг H<sub>2</sub>S соответствует 0,47 мг O<sub>2</sub>; 1 мг NO<sub>2</sub> – 0,35 мг O<sub>2</sub>; 1 мг Fe<sup>2+</sup> – 0,14 мг O<sub>2</sub>.

В колбу вносят 100 см<sup>3</sup> испытуемой воды, 5 см<sup>3</sup> разбавленного раствора H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> и 10 см<sup>3</sup> 0,01 н раствора KMnO<sub>4</sub>. Смесь нагревают до кипения в течение 5 мин, кипятят точно 10 мин. К горячему раствору прибавляют 10 см<sup>3</sup> 0,01 н щавелевой кислоты и тщательно размешивают вращая колбу. Обесцвеченную смесь титруют горячим (80 °С) 0,01 н раствором KMnO<sub>4</sub> до розового окрашивания. Израсходованное на титрование количество перманганата калия равно его количеству, пошедшему на окисление примесей воды; 1мл 0,01 н раствора KMnO<sub>4</sub> соответствует 0,08 мг кислорода.

В конце анализа рекомендуется проверить нормальность перманганата калия по щавелевой кислоте. Для этого в горячий раствор после титрования вносят 10 см<sup>3</sup> 0,01 н раствора щавелевой кислоты и титруют его перманганатом калия до появления розового окрашивания. Коэффициент нормальности перманганата калия *K* рассчитывают по уравнению

$$K \cdot V = 0,01 \cdot 10, \quad (2.5)$$

где *V* – объем перманганата, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>;

Для контрольной пробы отмеривают 100 см<sup>3</sup> воды для разбавления и обрабатывают также как и испытуемую пробу воды. Расход 0,01н КМпО<sub>4</sub> не должен превышать 0,2 см<sup>3</sup>.

Окисляемость воды *O<sub>к</sub>* определяют по формуле (в мг кислорода на 1 л воды)

$$O_k = \frac{(V_{on} - V_k) \cdot K \cdot 8 \cdot 1000}{V_B}, \quad (2.6)$$

где  $V_{on}$  – объем 0,01 н  $KMnO_4$  израсходованной на титрование пробы с исследуемой водой,  $см^3$ ;

$V_k$  – объем 0,01 н  $KMnO_4$ , израсходованной на титрование контрольной пробы,  $см^3$ ;

$K$  – поправочный коэффициент к раствору  $KMnO_4$ ;

8 – количество кислорода, эквивалентное 1  $см^3$  нормального раствора перманганата, мг;

$V_B$  – объем пробы исследуемой воды, взятой на анализ, мл.

Окисляемость воды должна быть не выше 3 мг  $O_2$  или 12 мг перманганата калия на 1 л воды.

#### 7. Определить общую жесткость

Общая жесткость воды обусловлена содержанием в ней солей Ca и Mg и выражается в мг-экв/ $дм^3$ . 1 мг-экв соответствует содержанию 20,04 мг/ $дм^3$   $Ca^{2+}$  или 12,16 мг/ $дм^3$   $Mg^{2+}$ .

Общая жесткость представляет собой сумму временной и постоянной жесткости. Временная (устраняемая или карбонатная) жесткость обусловлена гидрокарбонатными солями Ca и Mg. При кипячении эти соли переходят в карбонаты и выпадают в осадок. Постоянная жесткость обусловлена солями сильных кислот ( $MgCl_2$ ,  $CuSO_4$ ), которые не удаляются при кипячении.

Постоянную жесткость определяют в фильтрате воды после кипячения так же, как общую жесткость. Временную жесткость вычисляют по разности между общей и постоянной жесткостью.

Для определения жесткости воды применяют комплексометрический метод с помощью трилона Б (двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты).

Этот способ основан на свойстве трилона Б образовывать с катионами некоторых двух и трехвалентных металлов растворимые в воде комплексы и таким образом выводить их из ионного состояния. Ионы кальция и магния определяют при pH выше 9, так как при этом значении эти ионы образуют с трилоном Б более

прочное соединение, чем с индикатором. В качестве индикатора для определения ионов кальция и магния используется преимущественно хромовый черный (эриохром черный Т), который в водном растворе в присутствии ионов кальция и магния имеет вино-красный цвет, а в их отсутствие – сине-зеленый.

Ввиду того, что во взаимодействие с трилоном Б в щелочной среде, кроме кальция и магния, вступают также медь, цинк, марганец, их (при наличии в анализируемой воде) перед титрованием переводят в соединения, не влияющие на определение ионов кальция и магния. Ионы меди и цинка переводят путем добавления сульфида натрия в очень малорастворимые сульфиды, а марганец связывают в прочный комплекс с гидроксиламином.

В воде свободной от ионов меди, цинка, марганца, общую жесткость определяют следующим образом. В коническую колбу на 300 см<sup>3</sup> отмеривают такое количество анализируемой воды, чтобы суммарное содержание в ней ионов кальция и магния не превышало 0,5 мг·экв/л, т.е. при ожидаемой жесткости воды от 0,5 до 5 мг·экв/л для анализа берут 100 см<sup>3</sup> воды, при жесткости от 5,0 до 10,0 мг·экв/л – 50 см<sup>3</sup>, а при от 10 до 20 мг·экв/л – 25 см<sup>3</sup> воды.

Отобранный для анализа объем воды, если он менее 100 см<sup>3</sup>, доводят до объема 100 см<sup>3</sup> дистиллированной водой, а затем добавляют к ней 5 см<sup>3</sup> аммиачного буферного раствора с рН 10, 7-8 капель раствора эриохрома черного Т и сразу титруют при интенсивном перемешивании 0,05 н раствором трилона Б до изменения вино-красной окраски раствора в сине-зеленую.

Общую жесткость  $J_o$ , (мг·экв/л) вычисляют по формуле

$$J_o = \frac{V \cdot 0,05 \cdot K \cdot 1000}{V_B}, \quad (2.7)$$

где  $V$  – объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$K$  – поправочный коэффициент к раствору трилона Б;

$V_B$  – объем воды, взятый на анализ, см<sup>3</sup>.

Точность определения при титровании 100 см<sup>3</sup> пробы составляет 0,05 мг·экв/л.

При нечетком изменении окраски устраняют Cu и Zn прибавлением 1-2 см<sup>3</sup> 5%-ного раствора сульфида натрия перед титрованием.

На присутствие в испытуемой воде Mn указывает серый цвет титруемого раствора. В этом случае в пробу вносят 5 капель 1 %-ного солянокислого гидроксилamina. Иногда гидроксилamin вводят в раствор индикатора при его изготовлении. Нечеткая окраска в эквивалентной точке обусловлена высокой щелочностью воды, которую нейтрализуют внесением 0,1 н HCl с последующим кипячением пробы.

8. Определить наличие содержания пленки нефтепродуктов.

Наличие содержания пленки нефтепродуктов, жиров и масел определяют визуально.

9. По результатам экспериментов сделать выводы и проанализировать какие методы исследования применялись в ходе лабораторной работы.

### **3 Лабораторная работа № 3. Методы определения содержания влаги в химическом сырье**

Влажность химического сырья, полуфабрикатов и некоторых видов готовой продукции (цемента, бетона, строительных смесей и т.д.) является одним из главных свойств материалов, определяющих их качество и оказывающих влияние на технологические процессы.

Влажностью называют содержание воды в материале, выраженное в процентах от его массы. По разности между массой материала и массой воды находят содержание сухих веществ.

Классификация методов определения влаги

В лабораторной практике применяют различные методы определения влажности. Все они могут быть разделены на две основные группы:

1. Прямые методы, позволяющие непосредственно определить количество влаги или количество сухих веществ;

2. Косвенные методы, позволяющие определить влажность путем измерения функционально связанной с ней величины.

К прямым методам относятся:

а) метод высушивания, основанный на удалении влаги из навески исследуемого материала действием тепла (теплофизические методы);

б) дистилляционный метод, заключающийся в отгонке воды из взятой навески материала и измерении ее количества. Отгонку ведут в присутствии жидкости, не смешивающейся с водой;

в) экстракционный метод, основанный на извлечении воды из исследуемого образца водопоглощающей жидкостью (этиловый спирт, глицерин и др.) с последующим определением полученного экстракта, зависящего от его влажности (относительная плотность, коэффициент преломления, температура кипения и т.п.);

г) химические методы, основанные на взаимодействии какого-либо реагента с водой, содержащейся в навеске исследуемого материала.

Прямые методы, как правило, требуют большой затраты времени, труда и непригодны для оперативного контроля. Поэтому в настоящее время разрабатываются косвенные методы, позволяющие быстро получить информацию о влажности материала, автоматизировать процесс измерения влажности и создавать системы автоматического управления по влажности многих производственных процессов.

К косвенным методам относятся электрометрические методы, обоснованные на зависимости влажности материала от электропроводности или диэлектрической проницаемости. Известны и другие методы определения влажности.

Семена большинства масличных растений после уборки поступают на хранение и переработку с влажностью, которая часто превышает оптимальные значения (исключением являются семена хлопчатника, влажность которых при поступлении на производство иногда бывает от 5 % до 6 % ниже критической, и перед технологической переработкой их необходимо увлажнить). Для эффективного обрушивания семян влажность оболочки должна быть меньше влажности ядра, поэтому семена, имеющие влажность выше критической, необходимо высушить до

влажности от 10 % до 11 %. Сушка – необходимая технологическая операция при подготовке масличных семян к переработке, так как ее эффективность также находится в прямой зависимости от оптимальной влажности.

Показатели влажности для сухого химического сырья, в том числе и семян масличных растений, имеют важное значение его для хранения и переработки. В условиях повышенного содержания влаги начинают развиваться различные микроорганизмы: бактерии, плесневые грибы, которые приводят к порче сырья. В связи с этим контроль влажности сырья – важная задача в сфере хранения и переработки химического сырья.

Наиболее распространенным способом снижения влажности семян является термическая сушка, при которой семена нагреваются смесью воздуха и дымовых газов. Сушку семян до оптимальной влажности, необходимой для нормального течения технологического процесса, проводят в пневматических, барабанных или шахтных сушилках с соблюдением установленных режимов.

Семена масличных культур хранят на предприятиях (до срока их переработки) в следующих микроклиматических условиях: влажность от 2 % до 3 % ниже критической (для инактивации жизнедеятельности микроорганизмов и торможения дыхания семян, что способствует снижению потерь масла).

Вопросы для подготовки:

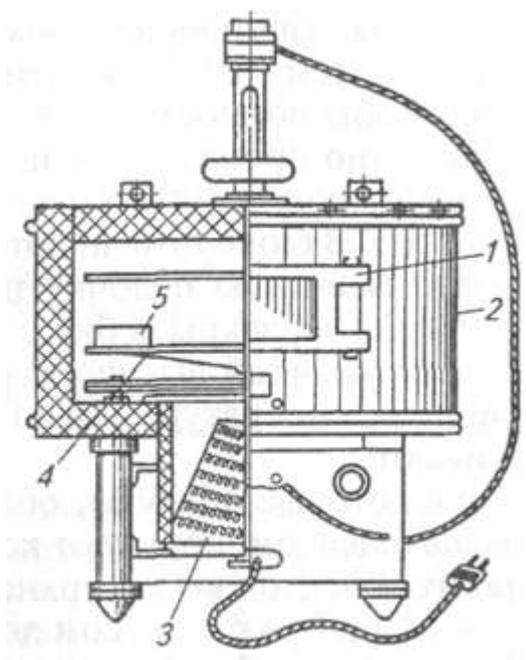
1. Спектральные методы исследования.
2. Турбидиметрия и нефелометрия.
3. Рефрактометрия.
4. Ультразвуковой метод исследования.
5. Электро-химические методы анализа.

Задание:

1. Определить влажность масличного сырья для химической промышленности гравиметрическим методом анализа.

Определение влажности масличного сырья с помощью гравиметрического метода анализа происходит в соответствии с ГОСТ 10856-96 «Семена масличные. Метод определения влажности». Для высушивания навесок гравиметрическим

методом в основном используют сушильные шкафы марки СЭШ. Основной частью шкафа СЭШ (рисунок 3.1) является теплоизолированная рабочая камера, куда помещают бюксы с навесками. Камера снабжена вращающимся столом со специальными гнездами для бюксов. Шкаф рассчитан на работу в интервале температур от 50 °С до 150 °С и для автоматического регулирования температуры сушки снабжен контактным термометром. Подогрев осуществляется электрическим нагревателем, шкафа марки СЭШ-3 снабжены вентилятором, подающим воздух для ускорения высушивания.



1 – дверца, 2 – корпус, 3 – нагревательный элемент, 4 – поворотный стол, 5 – бюкс с навеской

Рисунок 3.1 – Сушильный шкаф СЭШ

Из средней пробы выделяют навеску массой  $(300 \pm 5)$  г масличных семян. Выделенные семена помещают в плотно закрывающийся сосуд. Масличные семена, имеющие температуру, отличающуюся от температуры обычных лабораторных условий  $(20 \pm 5)$  °С, выдерживают в закрытом сосуде до достижения семенами температуры помещения лаборатории.

В выделенных семенах определяют влажность с помощью электровлагомеров для выбора варианта метода. Для масличных семян с влажностью до 18 % определение проводят без предварительного подсушивания. Для семян с влажностью свыше 18 % определение проводят с предварительным подсушиванием. Влажность семян клещевины определяют высушиванием семян, предварительно разрезанных на части толщиной около 2 мм. Семена всех остальных культур высушивают целыми.

Определение влажности с предварительным подсушиванием. В просушенную и взвешенную с точностью до второго десятичного знака сетчатую бюксу отбирают из разных мест совком навеску семян массой 20,00 г. Бюксу закрывают и взвешивают с точностью до второго десятичного знака. Оставшиеся семена снова помещают в плотно закрывающийся сосуд.

Перед подсушиванием семян подвижный контакт термометра устанавливают на 105 °С и включают шкаф в электросеть. После достижения в камере сушильного шкафа температуры 105 °С контактный термометр отключают и разогревают шкаф до температуры 110 °С. Затем термометр включают и быстро помещают в сушильный шкаф бюксу с навеской семян. Свободные гнезда шкафа закрывают заглушками. Продолжительность восстановления температуры 105 °С в камере СЭШ-3М не должна превышать 4 мин. Продолжительность подсушивания составляет 10 мин.

По окончании предварительного подсушивания бюксы с масличными семенами извлекают из сушильной камеры и охлаждают в от 3 до 5 мин. После охлаждения сетчатую бюксу с подсушенными семенами взвешивают с точностью до второго десятичного знака. Затем семена клещевины измельчают. Пока бюксы с семенами охлаждаются, сушильный шкаф СЭШ-3М нагревают до температуры 130 °С.

Из эксикатора извлекают две чистые просушенные металлические бюксы и взвешивают их с точностью до второго десятичного знака. Подсушенные и охлажденные семена из сетчатой бюксы переносят в две

просушенные и взвешенные металлические бюксы и массу каждой навески доводят до 5 г, после этого взвешенные бюксы с семенами быстро помещают в сушильный шкаф.

Высушивание в шкафу проводят в течение 40 мин при температуре 130 °С. По истечении 40 мин бюксы с навесками семян извлекают из шкафа, закрывают крышками и переносят в эксикатор, где они охлаждаются от 15 до 20 мин. Охлажденные бюксы с семенами взвешивают с точностью до второго десятичного знака и ставят в эксикатор до окончания обработки результатов.

Определение влажности без предварительного подсушивания. Из подготовленных для определения влажности семян в две просушенные и взвешенные с точностью до второго десятичного знака металлические бюксы отбирают навески массой по 5 г каждая, после чего взвешенные бюксы с семенами закрывают и помещают в эксикатор. Высушивание и последующее взвешивание навесок проводят в такой же последовательности, что и при определении влажности с предварительным подсушиванием.

Влажность семян с предварительным подсушиванием  $W$ , %, вычисляют по формуле

$$W = 100 - m \cdot m_1, \quad (3.1)$$

где  $m$  – масса 20-граммовой навески семян после предварительного подсушивания, г;

$m_1$  – масса 5-граммовой навески подсушенных семян после высушивания, г.

Вычисление влажности проводят по каждой 5-граммовой навеске. За результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Влажность семян без предварительного подсушивания  $W_1$ , %, вычисляют по формуле

$$W_1 = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m - m_2}, \quad (3.2)$$

где  $m$  – масса бюксы с семенами до высушивания, г;

$m_1$  – масса бюксы с семенами после высушивания, г;

$m_2$  – масса пустой бюксы, г.

Допускаемое расхождение результатов двух параллельных определений при доверительной вероятности  $P=0,95$  не должно превышать 0,25 % абс. При превышении допускаемого расхождения результатов двух параллельных определений анализ повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений и в документе о качестве это значение проставляют, округляя до первого десятичного знака.

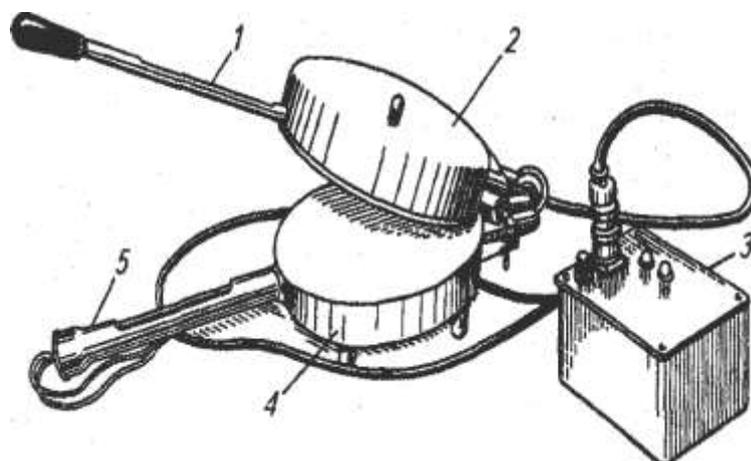
2. Определить влажность масличного сырья для химической промышленности инструментальными методами анализа.

Одним из инструментальных методов определения влажности масличного сырья является метод высушивания в приборе Чижовой. В приборе Чижовой высушивание материала осуществляется путем передачи тепла от плит, нагреваемых электричеством. Плиты изготавливаются из материала с высокой теплопроводностью и теплоемкостью. Тонкий слой высушиваемого материала обеспечивает быстрое обезвоживание.

Прибор состоит из двух массивных металлических плит прямоугольной или круглой формы, скрепленных шарнирами. В плитах закреплены специальные цилиндрические гнезда из термометров. Плиты нагреваются электронагревателями, которые заключены в металлические кожухи с асбестовой прокладкой. Прибор питается током от сети напряжений 220 В (рисунок 3.2).

На нижней плите смонтированы вилки, переключающие прибор на сильное и слабое нагревание. При сильном нагревании оба нагревателя включены параллельно, при слабом – последовательно. Сильным нагревом пользуются при

первоначальном разогреве прибора; слабый служит для поддержания требуемой температуры.



1 – рукоятка, 2 – верхняя плита, 3 – блок управления, 4 – нижняя плита, 5 – электроконтактный термометр

Рисунок 3.2 – Прибор ВЧ (конструкции К.Н. Чижовой) для определения влажности

Материал высушивают в предварительно просушенных в том же приборе бумажных пакетах. Обычно при работе на приборе прямоугольной формы предварительно заготовленные листы бумаги размером 20 x 14 см складываются пополам, а затем края пакетика загибают примерно на 1,5 см.

Приготовленные пакетики сушат при температуре 160 °С в течение 3 минут и затем охлаждают в эксикаторе. В приготовленные таким образом пакетики отвешивают предварительно измельченную навеску исследуемого материала от 4 до 5 г и распределяют ее по возможности равномерно по всей площади пакетика.

Все взвешивания при определении влажности прибором конструкции Чижовой проводят на технических весах. Навеску в пакетике высушивают между плитами прибора в зависимости от влажности материала при определенной температуре от 160 °С до 165 °С в течении 7 минут. После высушивания пакетики с навеской охлаждают в эксикаторе, взвешивают и вычисляют влажность аналогично предыдущим методам.

Электрометрические методы определения влажности. В основу электрометрических методов положены закономерные изменения электрических характеристик материала в зависимости от его влажности. Из многих электрометрических методов измерения влажности практическое применение имеют две группы:

- кондуктометрические методы, основанные на измерении электрической проводимости или сопротивления в цепи постоянного тока;
- емкостные методы, основанные на измерении диэлектрической проницаемости (емкости) в цепи переменного тока.

Измерение электрических характеристик материалов осуществляют электровлагомерами, состоящими из двух основных узлов – датчика и измерительного устройства. В кондуктометрических влагомерах датчиками являются электроды, подводящие ток к анализируемой пробе материала. При прохождении тока через пробу его сила изменяется в зависимости от влажности материала. В емкостных влагомерах (диэлькомерах) датчиком служит конденсатор с воздушным пространством, заполняемым исследуемой пробой. Изменение влажности материала преобразуется в изменение электрической емкости конденсатора.

Измерительное устройство (измеритель) состоит из электрической схемы и показывающего прибора (стрелочный гальванометр, конденсатор переменной емкости), шкала которого градуирована в процентах влажности или в условных единицах, для перевода которых в процент влажности служат специальные таблицы.

Главное преимущество электрометрических методов перед другими заключается в их оперативности, возможности получать результаты анализа через 1-2 минуты. Поэтому они пригодны и для автоматического контроля и управления ряда технологических процессов (хранения зерна и солода, сушки солода, дрожжей и других продуктов).

Для определения влажности кондуктометрическим методом применяют влагомеры различных конструкций, такие как ВП-4, ВЭ-2, ВЭ-2м, ВЭ-2м-65 и другие.

Влагомер зерна Фауна-М (рисунок 3.3) предназначен для измерения влажности зерновых культур (пшеницы, ржи, ячменя, овса, проса, кукурузы, гречихи, гороха, риса) и масличных культур (рапса, подсолнечника, клещевины) в полевых условиях при уборке, при послеуборочной обработке и сушке зерна на токах, при размещении зерна в хранилищах, а также при переработке на предприятиях, где необходим экспресс-анализ влажности непосредственно на месте отбора проб.



Рисунок 3.3 – Влагомер зерна Фауна-М

Сущность измерения заключается в определении емкости датчика, заполненного контролируемым продуктом. Величина емкости зависит от влажности продукта в момент измерения. Прибор состоит из корпуса, измерительной камеры и крышки с мерным стаканом. На передней части корпуса имеется цифровое табло, на котором высвечиваются результаты определения влажности в условных единицах прибора.

При проведении анализа влагомер устанавливают на ровную поверхность. Зерно засыпают в камеру объемом равным специальному стакану. Закрывают измерительную камеру и, надавливая на нее, плавно сжимают зерно до упора, о чем будет свидетельствовать появление числа (отсчета) на цифровом табло. Считывание отсчета проводят через 18-20 секунд после включения влагомера. Измерения

проводят в трех повторениях и рассчитывают среднеарифметическое значение полученных показаний. Для перевода условных единиц прибора в единицы МДВ пользуются градуировочными таблицами, входящими в комплект влагомера.

#### **4 Лабораторная работа № 4. Рефрактометрические методы анализа химического сырья**

Рефрактометрия, основы которой заложены еще И. Ньютоном, Л. Эйлером, М. Ломоносовым, до настоящего времени достаточно широко используется и в качестве метода изучения строения вещества, и в качестве метода контроля качества разнообразной продукции. Рефрактометрия означает измерение преломления света. Более широкое содержание этого термина включает все методы количественной оценки этого явления и все возможные практические приложения этих измерений, включая рефрактометрический анализ. Рефрактометрические методы обладают целым рядом преимуществ, которые обеспечили им широкое применение в химических исследованиях и при контроле технологических процессов. Проведение анализа является весьма простой операцией, которая может быть осуществлена с высокой точностью, затратами очень малого количества вещества и минимального количества времени. Обычные рефрактометры (приборы для измерения показателя преломления) надежно обеспечивают точность от 10 % до 3 %. При применении некоторых специальных методов рефрактометрии точность может быть увеличена на несколько порядков. Рефрактометрия находит применение как для определения состава двухкомпонентных растворов, так и тройных систем. Методы рефрактометрии применяют для контроля чистоты и для идентификации индивидуальных веществ, для определения строения органических и неорганических соединений, при изучении растворов и в других исследованиях. Преломление света оценивается по величине показателя преломления. Отклонение светового луча от первоначального направления при переходе его из одной среды в

другую тем больше, чем больше разница между скоростями распространения света в двух данных средах.

Основными факторами, влияющими на величину показателя преломления вещества являются физико-химические свойства вещества (плотность – чем больше плотность вещества, тем больше его показатель преломления); условия измерения (температура, длина волны монохроматического светового луча); тип растворителя и концентрация растворенного вещества.

Вопросы для подготовки:

1. Общая характеристика хроматографических методов исследования.
2. Классификация и характеристика хроматографических методов исследования свойств сырья.
3. Реологические методы анализа.
4. Акустические методы анализа.
5. Анализ новых, актуальных и перспективных направлений в области методов исследования свойств химического сырья.

Задание:

1. Изучить правила работы на рефрактометре.

Метод определения массовой доли сухих веществ с помощью рефрактометра отличается высокой точностью и технической простотой и введен стандартами при анализе патоки, меда, плодово-ягодных полуфабрикатов и т.п. Он используется также для определения массовой доли сахара и жира в некоторых продуктах.

Сущность метода заключается в следующем. Если луч света переходит из одной среды в другую и оптическая плотность этих сред различна, то он частично отражается от поверхности раздела, а частично переходит во вторую среду, изменяя при этом свое первоначальное направление, т.е. преломляется. Показателем (коэффициентом) преломления называется отношение синусов угла падения и угла преломления

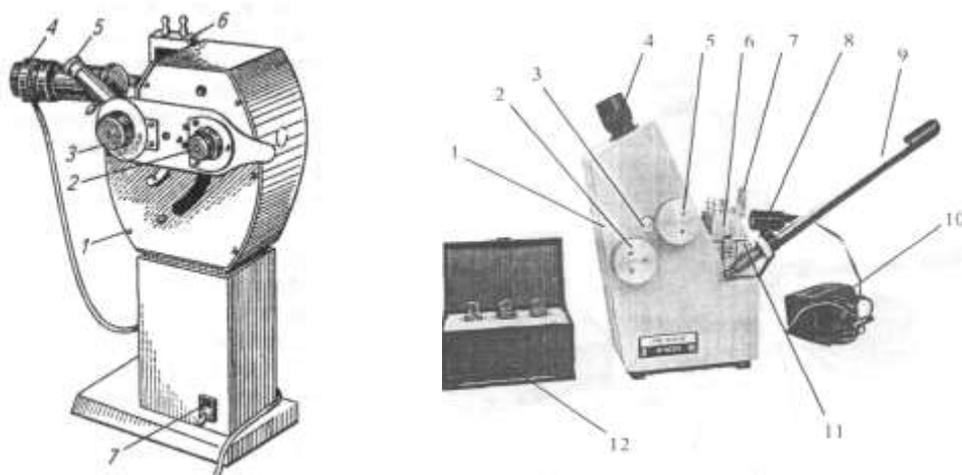
Конструкция большинства рефрактометров, применяемых в пищевой промышленности для определения показателей преломления жидкостей, основана на измерении предельного угла преломления. Основная деталь таких приборов -

призма с точно известным показателем преломления, на которую наносят испытуемые жидкости и растворы.

Коэффициент преломления является одной из характерных констант вещества, он зависит от природы вещества, а также от длины волны падающего света и температуры окружающего воздуха. Коэффициент преломления при прочих равных условиях зависит от концентрации раствора: чем выше концентрация раствора, тем больше значение коэффициента преломления. Таким образом, по показателю преломления можно определить массовую долю веществ в растворе. Такая зависимость не для всех веществ строго одинакова. Для сахарных растворов существует зависимость между показателем преломления и количеством растворенного сахара. Показатель преломления других веществ, присутствующих в растворе наряду с сахарозой, часто приравнивается к показателю преломления сахарозы, таким образом, определяется общее содержание сухих веществ в исследуемом растворе. Если же основным веществом в растворе является не сахароза, а какое-либо другое вещество, необходимо учесть разницу между показателем преломления рефрактометра и содержанием сухих веществ подобного раствора, которое определено каким-либо другим методом (при помощи пикнометра, сушкой).

Для определения коэффициентов преломления и содержания сухих веществ широко используют рефрактометры УРЛ – универсальный, ИРФ 454Б2М – лабораторный (рисунок 4.1) и др.

При работе на рефрактометре РПЛ-3 лампочку устанавливают так, чтобы свет был направлен на призмы для неокрашенных или слегка окрашенных жидкостей в верхнее окно. В случае использования темноокрашенных жидкостей верхнее окно закрывают ширмой и свет направляют в нижнее окно, из которого вынимают пробку. Окуляр устанавливают на фокус по глазам оператора, вращая головку окуляра до тех пор, пока изображение шкалы и визирной линии не станет четким.



а)

б)

а) рефрактометр УРЛ: 1 – корпус, 2 – окуляр, 3 – дисперсионный компенсатор, 4 – осветитель, 5 – термометр, 6 – верхняя призма, 7 – выключатель;

б) рефрактометр ИРФ 454Б2М: 1 – корпус, 2 – маховик перемещения границы света-тени, 3 – заглушка для торцевого ключа, 4 – окуляр, 5 – маховик дисперсионного компенсатора, 6 – осветительная призма, 7 – заслонка, 8 – осветитель, 9 – термометр, 10 – блок питания, 11 – оправка измерительной призмы; 12 – упаковка для хранения принадлежностей

Рисунок 4.1 – Внешний вид рефрактометров

Определению предшествует проверка правильности показаний рефрактометра по дистиллированной воде. Для этого открывают верхнюю призму, укрепленную на шарнире. На нижнюю наносят оплавленной стеклянной палочкой две капли дистиллированной воды (призмы при этом не касаются), затем верхнюю призму закрывают. Рукоятку с окуляром передвигают до совмещения визирной линии (три пунктирных штриха) с границей темного и светлого полей. Если на границе светлого и темного полей будет заметна радужная полоса, то ее убирают при помощи рычажка компенсатора. Рефрактометр считается установленным, если граница светлого и темного полей находится напротив показателя преломления, равного 1,333, который соответствует содержанию сухих веществ 0,0 %. Если же

будет отклонение, то с помощью специального торцевого ключа, прилагаемого к рефрактометру, это исправляют.

После проверки правильности показаний рефрактометра призмы тщательно промывают и протирают досуха чистой хлопчатобумажной тканью, марлей или ватой. На нижнюю призму наносят две капли испытуемой жидкости, соединяют призмы, передвигают рычаг с окуляром до совмещения визира с границей темного и светлого полей и отсчитывают по шкале показатель преломления или содержание сухих веществ, отметив температуру, которая должна находиться в интервале от 10 °С до 30 °С, по термометру, укрепленному на рефрактометре.

Для приведения показаний рефрактометра к температуре 20 °С пользуются таблицей температурных поправок, прилагаемой к прибору.

2. Определить содержание этилового спирта в водно-спиртовом растворе рефрактометрическим методом.

В химической, фармацевтической и других видах промышленности, очень часто используются водно-спиртовые растворы. Одним из показателей качества растворов, содержащих этанол, является его концентрация, определение которой зависит от состава препарата. Поэтому методы анализа этанола делятся на определение:

- в водно-спиртовых растворах, не содержащих посторонних веществ;
- в спиртовых растворах лекарственных веществ;
- в экстракционных препаратах.

Методика определения этилового спирта в водно-спиртовых растворах, не содержащих посторонних веществ рефрактометрическим методом. В водно-спиртовых растворах наблюдается линейная зависимость показателя преломления от его концентрации, что позволяет использовать метод рефрактометрии для определения концентрации спирта. Однако значительное увеличение показателя преломления наблюдается лишь при повышении концентрации от 50 % до 55 %. В пределах концентрации спирта от 55 % до 75 % величина показателя преломления изменяется менее заметно, при концентрации от 75 % до 90 % – остаётся

практически постоянной, а при концентрации от 90 % до 95 % растворов становится отрицательной. В связи с этим, в растворах, в которых концентрация спирта не превышает 55 %, возможно непосредственное рефрактометрическое определение; для анализа спирта в более концентрированных растворах необходимо предварительное разбавление водой.

Необходимо отметить, что на точность результатов рефрактометрического анализа водно-спиртовых растворов значительное влияние оказывает температура. Поэтому, если определение показателя преломления проводится не при 20 °С, необходимо вносить поправку на температуру.

Величины поправок показателя преломления на 1 °С (температурный коэффициент) приведены в таблице (Приложение А). В случае определения при температуре выше 20 °С поправку вычитают от найденной величины показателя преломления, если анализ проведён при температуре ниже 20 °С – поправку прибавляют.

Для определения содержания спирта в растворах, содержащих менее 55 % этанола, наносят на призму рефрактометра 5–6 капель спиртового раствора, быстро закрывают призму и определяют показатель преломления. Далее, если определение проводилось не при температуре 20 °С, вносят поправку на температуру и после приведения показателя преломления к 20 °С находят по таблице концентрацию спирта этилового (Приложение А), соответствующую полученной величине показателя преломления.

Например: необходимо провести анализ предположительно 40 % водно-спиртового раствора, при температуре 23 °С. Рефрактометр определил показатель преломления = 1,3541. Согласно таблице (Приложение А), поправка на 1 °С для показателя преломления, близкого по величине к полученному (1,35500), равна  $2,4 \cdot 10^{-4}$ , т.е. 0,00024. Температура выше 20 °С на 3 °С, следовательно, поправка равна  $0,00024 \cdot 3 = 0,00072$ . Поскольку определение проводилось при температуре выше 20 °С, поправку следует прибавить к полученной величине показателя преломления, т.е. истинный показатель преломления при 20 °С будет:  $1,3541 + 0,00072 = 1,35482$ .

По таблице (Приложение А) определяют соответствующую данному показателю преломления концентрацию водного спирта этилового. Определённой нами величины 1,35482 в таблице нет.

Близкому по величине показателю преломления 1,35500 соответствует 40 % раствор этанола. Необходимо определить, какая концентрация спирта этилового соответствует разности между показателями преломления:  $1,35500 - 1,35482 = 0,00018$ .

Поправка показателя преломления на 1% спирт =  $4,0 \cdot 10^{-4}$ .

Следовательно,  $0,00018:0,0004 = 0,45$  %.

Таким образом, истинное содержание спирта этилового в анализируемом растворе:  $40\% - 0,45\% = 39,55\%$ .

Для рефрактометрического определения содержания спирта в растворах с концентрацией от 50 % до 55 % и выше, необходимо предварительное разбавление водой очищенной, которое необходимо проводить в мерной колбе.

## Список использованных источников

1. Брянкин К.В. Общая химическая технология: учебное пособие: в 2 частях, Ч. 2 [Электрон-ный ресурс] / Брянкин К.В., Леонтьева А.И., Орехов В.С. - 2012. Электронный адрес:  
[http://biblioclub.ru/index.php?page=book\\_view\\_red&book\\_id=277912](http://biblioclub.ru/index.php?page=book_view_red&book_id=277912)
2. Васильев В.П. Аналитическая химия. - М.: Дрофа, 2007. - (Высшее образование) Кн. 2: Физико-химические методы анализа / В.П. Васильев. - 2007. - 372 с.
3. Васильев В.П. Аналитическая химия. - М.: Дрофа, 2003. Кн. 1: Титриметрические и гравиметрические методы анализа / В.П. Васильев. - 2003. - 368 с.
4. ГОСТ 18164-72 Вода питьевая. Метод определения содержания сухого остатка. - Введ. 1974-01-01. – М.: Стандартиформ, 2010. – 4 с.
5. ГОСТ 14943-95 Клецевина (промышленное сырье). Требования при заготовках и поставках. – Введ. 1996-30-06. – М.: Стандартиформ, 2010. – 6 с.
6. ГОСТ 17.1.1.04-80 Охрана природы (ССОП). Гидросфера. Классификация подземных вод по целям водопользования. – Введ. 1981-30-06. – М.: Стандартиформ, 2003. – 14 с.
7. ГОСТ 22391-2015 Подсолнечник. Технические условия. – Введ. 2016-01-07. – М.: Стандартиформ, 2015. – 8 с.
8. ГОСТ 10853-88 Семена масличные. Метод определения зараженности вредителями. – Введ. 1989-30-06. – М.: Стандартиформ, 2010. – 4 с.
9. ГОСТ 10855-64 Семена масличные. Методы определения лузжистости. – Введ. 1964-30-06. – М.: Стандартиформ, 2010. – 2 с.
10. ГОСТ 27988-88 Семена масличные. Методы определения цвета и запаха. – Введ. 1989-30-06. – М.: Стандартиформ, 2010. – 5 с.
11. Дытнерский Ю.И. Процессы и аппараты химической технологии. - М.: Химия, 2002. Ч.1.: Теоретические основы процессов химической технологии.

Гидромеханические и тепловые процессы и аппараты / Ю.И. Дытнерский. - 400 с.  
Ч.2.: Массообменные процессы и аппараты. - 368 с.

12. Качалова, Т.Н. Химическая технология органических веществ: учебное пособие [Элек-тронный ресурс] / Качалова Т.Н., Гариева Ф.Р., Гаврилов В.И., Бочкова С.А. - Издательство КНИ-ГУ, 2008. Электронный адрес: [http://biblioclub.ru/index.php?page=book\\_view\\_red&book\\_id=258996](http://biblioclub.ru/index.php?page=book_view_red&book_id=258996)

13. Кириллова, Е.А. Методы спектрального анализа: учебное пособие / Е.А. Кириллова, В.С. Маряхина; М-во образования и науки Рос. Федерации, Федер. гос. бюджет. образоват. учреждение высш. проф. образования "Оренбург. гос. ун-т". - Оренбург: Университет, 2013. - 106 с.

14. Костин В.Н. Статистические методы и модели. - Оренбург : ОГУ, 2004. - 138 с. Электрон-ный адрес: [http://artlib.osu.ru/web/books/metod\\_all/516\\_20110701.pdf](http://artlib.osu.ru/web/books/metod_all/516_20110701.pdf)

15. Панкратьев, П.В. Лабораторные методы исследования минерального сырья. Физико-химические методы исследования: [учеб. пособие] / П.В. Панкратьев, Г.А. Пономарева; М-во образо-вания и науки Рос. Федерации, Федер. агентство по образованию, Гос. образоват. учреждение высш. проф. образования "Оренбург. гос. ун-т". - Оренбург: ГОУ ОГУ, 2008. - 178 с.

16. Теоретические основы титриметрических и гравиметрических методов анализа: учеб. посо-бие для вузов / Е. В. Сальникова, А. В. Стряпков, С. В. Терехина. - Оренбург: ОГУ, 2000. - 65 с.

17. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия. Аналитика. - М.: Высш. шк., 2005. Т. 2: Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа / Ю.А. Харитонов. - 2005. - 559 с.

## Приложение А

(обязательное)

### Показатели преломления водно-спиртовых растворов, (концентрация спирта, %<sub>v</sub>)

Концентрация спирта этилового, % <sub>v</sub>	Показатель преломления, T = 20 <sup>0</sup> C	Поправка показателя преломления на 1% спирта этилового	Температурный коэффициент
0	1,33300	----	1,0 • 10 <sup>-4</sup>
1	1,33345	4,5 • 10 <sup>-4</sup>	1,0 • 10 <sup>-4</sup>
2	1,33400	5,5 • 10 <sup>-4</sup>	1,0 • 10 <sup>-4</sup>
3	1,33444	4,4 • 10 <sup>-4</sup>	1,1 • 10 <sup>-4</sup>
4	1,33493	4,9 • 10 <sup>-4</sup>	1,1 • 10 <sup>-4</sup>
5	1,33535	4,2 • 10 <sup>-4</sup>	1,2 • 10 <sup>-4</sup>
6	1,33587	5,2 • 10 <sup>-4</sup>	1,2 • 10 <sup>-4</sup>
7	1,33641	5,4 • 10 <sup>-4</sup>	1,3 • 10 <sup>-4</sup>
8	1,33700	5,9 • 10 <sup>-4</sup>	1,3 • 10 <sup>-4</sup>
9	1,33760	6,0 • 10 <sup>-4</sup>	1,3 • 10 <sup>-4</sup>
10	1,33808	4,8 • 10 <sup>-4</sup>	1,4 • 10 <sup>-4</sup>
11	1,33870	6,2 • 10 <sup>-4</sup>	1,4 • 10 <sup>-4</sup>
12	1,33924	5,4 • 10 <sup>-4</sup>	1,4 • 10 <sup>-4</sup>
13	1,33977	5,3 • 10 <sup>-4</sup>	1,4 • 10 <sup>-4</sup>
14	1,34043	6,6 • 10 <sup>-4</sup>	1,4 • 10 <sup>-4</sup>
15	1,34096	5,3 • 10 <sup>-4</sup>	1,5 • 10 <sup>-4</sup>
16	1,34158	6,2 • 10 <sup>-4</sup>	1,5 • 10 <sup>-4</sup>
17	1,34209	5,1 • 10 <sup>-4</sup>	1,5 • 10 <sup>-4</sup>
18	1,34270	6,1 • 10 <sup>-4</sup>	1,5 • 10 <sup>-4</sup>
19	1,34330	6,0 • 10 <sup>-4</sup>	1,5 • 10 <sup>-4</sup>
20	1,34390	6,0 • 10 <sup>-4</sup>	1,6 • 10 <sup>-4</sup>
21	1,34452	6,2 • 10 <sup>-4</sup>	1,6 • 10 <sup>-4</sup>
22	1,34512	6,0 • 10 <sup>-4</sup>	1,7 • 10 <sup>-4</sup>
23	1,34573	6,1 • 10 <sup>-4</sup>	1,8 • 10 <sup>-4</sup>
24	1,34635	6,2 • 10 <sup>-4</sup>	1,9 • 10 <sup>-4</sup>
25	1,34697	6,2 • 10 <sup>-4</sup>	2,0 • 10 <sup>-4</sup>
30	1,35000	6,0 • 10 <sup>-4</sup>	2,0 • 10 <sup>-4</sup>
35	1,35320	6,4 • 10 <sup>-4</sup>	2,1 • 10 <sup>-4</sup>
40	1,35500	4,0 • 10 <sup>-4</sup>	2,4 • 10 <sup>-4</sup>
45	1,35700	4,0 • 10 <sup>-4</sup>	2,4 • 10 <sup>-4</sup>
50	1,35900	4,0 • 10 <sup>-4</sup>	2,6 • 10 <sup>-4</sup>
55	1,36060	3,2 • 10 <sup>-4</sup>	2,6 • 10 <sup>-4</sup>
60	1,36180	2,4 • 10 <sup>-4</sup>	3,4 • 10 <sup>-4</sup>
65	1,36300	2,4 • 10 <sup>-4</sup>	3,6 • 10 <sup>-4</sup>
70	1,36380	1,6 • 10 <sup>-4</sup>	3,8 • 10 <sup>-4</sup>
75	1,36450	1,4 • 10 <sup>-4</sup>	4,0 • 10 <sup>-4</sup>