

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ОДЕСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
імені І. І. МЕЧНИКОВА
ФАКУЛЬТЕТ ХІМІЇ ТА ФАРМАЦІЇ

ОСНОВИ СТАНДАРТИЗАЦІЇ ТА СЕРТИФІКАЦІЇ

ЕЛЕКТРОННІ МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до лабораторних робіт студентам факультету хімії та фармації
другого (магістерського) рівня освіти,
спеціальності 102 «Хімія»

ОДЕСА
ОНУ
2022

УДК 543:519.23(075.8)

О-753

Автори:

Д. В. Снігур, кандидат хімічних наук, доцент кафедри аналітичної та токсикологічної хімії;

О. М. Гузенко, кандидат хімічних наук, доцент, доцент кафедри аналітичної та токсикологічної хімії;

Д. О. Барбалат, кандидат хімічних наук, викладач кафедри аналітичної та токсикологічної хімії;

О. М. Жуковецька, аспірант кафедри аналітичної та токсикологічної хімії.

Рецензенти:

Ю. В. Ішков, доктор хімічних наук, професор, завідувач кафедри органічної та фармацевтичної хімії Одеського національного університету імені І. І. Мечникова;

М. В. Нестеркіна, кандидат біологічних наук, доцент, доцент кафедри кафедри органічних та фармацевтичних технологій ДУ «Одеська політехніка».

*Рекомендовано вченою радою
факультету хімії та фармації ОНУ імені І. І. Мечникова.
Протокол № 7 від 12 квітня 2022 р.*

Основи стандартизації та сертифікації [Електронний ре-
О-753 сурс] : метод. вказівки до лабораторних робіт студентам фа-
культету хімії та фармації другого (магістерського) рівня освіти,
спец. 102 «Хімія» / Д. В. Снігур, О. М. Гузенко, Д. О. Барбалат,
О. М. Жуковецька. – Одеса : Одес. нац. ун-т ім. І. І. Мечникова,
2022. – 23 с. – 0,7 МБ

*Пропоновані методичні вказівки стануть у нагоді при виконанні ла-
бораторних робіт з дисципліни вільного вибору «Основи стандартизації
та сертифікації», яка викладається студентам другого (магістерсько-
го) рівня вищої освіти спеціальності 102 «Хімія» факультету хімії та
фармації Одеського національного університету імені І. І. Мечникова.*

УДК 543:519.23(075.8)

© Снігур Д. В., Гузенко О. М., Барбалат Д. О.,
Жуковецька О. М., 2022
© Одеський національний університет
імені І. І. Мечникова, 2022

ЗМІСТ

ВСТУП	4
Лабораторна робота № 1. Методи аналізу при сертифікації і контролі якості неконцентрованої нітратної кислоти	7
Лабораторна робота № 2. Методи аналізу при отриманні і сертифікації мідного купоросу.....	12
Лабораторна робота № 3. Метод кількісного визначення анальгін у пігулках.....	15
Лабораторна робота № 4. Метод визначення заліза у винах, виноматеріалах.....	17
Лабораторні роботи № 5, 6. Метод визначення вільної та загальної сульфїтної кислоти у винах і виноматеріалах.....	19
Список рекомендованої літератури	22

ВСТУП

На сьогоднішній день стандартизація та сертифікація, управління якістю складають взаємопов'язану систему і є невід'ємною частиною ринку. Характерною рисою ринкової економіки є наявність конкурентного середовища. Національна інфраструктура з стандартизації, управління якістю, акредитації та метрології відіграє головну роль для забезпечення конкурентоспроможності в секторі експорту. Вона повинна вчасно надавати експортерам адекватну інформацію про технічні регламенти і стандарти та повідомляти їм про зміни, що передбачаються. Сертифікат відповідності, який отриманий за помірну плату та в короткі терміни, повинен прийматись ринком, куди поступає продукція. Повинні бути доступними консультаційні послуги, за допомогою яких можна переробити або покращити потенційну експортну продукцію для того, щоб вона відповідала особливостям ринку, на який експортується. Споживачі та суспільство очікують на те, що продукція та товари повсякденного попиту на ринку будуть безпечними, не нанесуть шкоди їх здоров'ю. Суспільство також розраховує на те, що продукція та товари повсякденного попиту не будуть шкідливо впливати на навколишнє середовище. Проте, на ринки поступає продукція, яка має попит, але не є безпечною, а часто є небезпечною для здоров'я і навколишнього середовища. Нещодавні приклади таких значних невдач: продаж червоного м'яса (баранина, свинина, яловичина) в Європі, яке призводить до захворювання коров'ячим сказом, продаж шин для чотириколісних автомобілів в Америці, які розривалися на середній швидкості руху, що призвело до фатальних випадків тощо. Тому уряд повинен втручатись у ринок, вимагаючи, щоб споживчі товари відповідали мінімальним стандартам-технічним регламентам, які були зроблені обов'язковими за допомогою певного законодавчого механізму. Подібна ситуація існує стосовно місцевих рослин та тварин, які піддають небезпеці людське життя через внесені пестициди, іноземні рослинні матеріали, бактерії, хвороби тощо. Тому уряд застосовує заходи, щоб захистити рослинний та тваринний світ, а також здоров'я людини проти таких

негараздів. Завдяки торгівлі та іншим чинникам установи метрології, стандартизації, сертифікації, управління якістю досягли більш тісного співробітництва на регіональному та міжнародному рівнях. Як результат цього – краще розуміння атрибутів системи метрології, стандартизації, сертифікації, управління якістю, а також вищий рівень гармонізації питань, пов'язаних з метрологією, стандартами та оцінкою відповідності. Завдяки регіональним та міжнародним системам існують засоби визнання довіри, яка виходить далеко за рамки національних кордонів. Неспроможність стати частиною цих регіональних та міжнародних організацій зазвичай призводить до тяжких наслідків для промисловості країни, а також до створення основних бар'єрів у торгівлі. В даний час вже очевидно, що конкурентоздатність будь-якого підприємства залежить, у першу чергу, від якості його продукції або послуг як сукупності властивостей і характеристик, що володіють здатністю задовольняти реально існуючі і прогнозовані потреби споживача.

Стандартизація і сертифікація – це нормативно-методична база забезпечення якості продукції і конкурентоздатні виробництва. Дуже важлива роль стандартизації і сертифікації для рішення наступних задач народного господарства: забезпечення високої якості дитячого харчування; забезпечення безпеки продукції і послуг для життя і здоров'я громадян і навколишнього середовища; зниження ризику токсикологічного впливу харчових продуктів і питної води; створення науково обґрунтованих норм безпеки для потенційно небезпечних машин, устаткування і приладів; охорони і поліпшення умов життєзабезпечення; утилізації відходів. Якість – це показник, що відбиває не тільки властивості і здатність продукції задовольняти споживача, але і показник економічної складової підприємства, що випускає цю продукцію. При цьому підприємство повинне забезпечити сукупність усіх витрат, зв'язаних з випуском якісної продукції, що відповідає вимогам споживачів. Вартість товару – це сума коштів, затрачених на забезпечення високої якості, і збитків, понесених підприємством через зневагу до якості. Непримітна вартість зневаги до якості може одного разу обернутися для підприємства

великими моральними і матеріальними збитками, тому в умовах конкуренції не враховувати даний фактор не можна. Вимога забезпечення якості повинна стати непорушним критерієм оцінки будь-якої справи. Якість життя сьогодення базується на фундаменті якості, створеному раніше. Якість залежить від рівня наукового, соціального і духовного потенціалу країни. Науково-технічний прогрес визначає рівень розвитку трьох складових якості – стандартизації, метрології і сертифікації. На ці складові якості впливають міжнародні організації зі стандартизації, метрології і сертифікації. Найбільш важливі з них: Міжнародне бюро ваг та мір (BIPM); Міжнародна організація законодавчої метрології (OIML); Міжнародна організація зі стандартизації (ISO); Міжнародна електротехнічна комісія (IEC); Міжнародна спілка електрозв'язку (ITU); Комісія Codex Alimentarius (CAC); Міжнародний форум з акредитації (IAF); Міжнародна кооперація з акредитації лабораторій (ILAC); Європейська організація якості (EQA); Європейський фонд управління якістю (EFQM). Діяльність вітчизняних підприємств з розвитку метрології, стандартизації, сертифікації і управління якістю організує і координує Державний комітет з питань технічного регулювання та споживчої політики України (Держспоживстандарт). У професійній підготовці технологів, що працюють в умовах ринку, оволодіння знань і умінь в області метрології, стандартизації і сертифікації продукції і послуг, а також з питань управління якістю для забезпечення стабільної роботи підприємства в конкурентному середовищі здобуває важливе значення.

Лабораторна робота № 1

МЕТОДИ АНАЛІЗУ ПРИ СЕРТИФІКАЦІЇ І КОНТРОЛІ ЯКОСТІ НЕКОНЦЕНТРОВАНОЇ НІТРАТНОЇ КИСЛОТИ

Вміст HNO_3 в неконцентрованих розчинах визначають за густиною або методом титрування.

Визначення густини нітратної кислоти

Густину нітратної кислоти вимірюють ареометром, потім за таблицями знаходять відповідну концентрацію HNO_3 .

Хід аналізу. Пробу досліджуваного розчину нітратної кислоти наливають у скляний або сталевий циліндр об'ємом 200-250 мл, попередньо сполоснутий тим же розчином. Повірені ареометр (з ціною поділу 0,001) і термометр поступово занурюють у циліндр з розчином нітратної кислоти. При сталій температурі відзначають покази ареометра (по верхньому меніску рідини) і термометра. При визначенні стежать, щоб ареометр не торкався термометра та стінок циліндра.

Розрахунок. Вміст нітратної кислоти в її неконцентрованому розчині за густиною знаходять у табл. 1.

Значення густини кислоти приводять до температури 20 °С, для цього вказану в табл. 2 поправку на 1 °С множать на різницю між температурою, при якій проведено вимірювання, і 20°С. Отримане число додають до значення вимірної густини (або віднімають, якщо температура кислоти нижче 20 °С. В табл. 1 знаходять вміст HNO_3 , що відповідає густині, приведений до 20 °С.

Густина та концентрація розчинів нітратної кислоти

Густина, г/см ³	Вміст HNO ₃ , г/100 H ₂ O	Густина, г/см ³	Вміст HNO ₃ , г/100 H ₂ O	Густина, г/см ³	Вміст HNO ₃ , г/100 H ₂ O
1,240	39,1	1,296	47,7	1,352	57,2
1,242	39,4	1,298	48,0	1,354	57,6
1,244	39,7	1,300	48,4	1,356	58,0
1,246	40,0	1,302	48,7	1,358	58,4
1,248	40,3	1,304	49,0	1,360	58,8
1,250	40,6	1,306	49,3	1,362	59,1
1,252	40,9	1,308	49,6	1,364	59,4
1,254	41,2	1,310	50,0	1,366	59,8
1,256	41,5	1,312	50,4	1,368	60,2
1,258	41,8	1,314	50,7	1,370	60,6
1,260	42,1	1,316	51,0	1,372	61,0
1,262	42,4	1,318	51,3	1,374	61,4
1,264	42,7	1,320	51,6	1,376	61,8
1,266	43,0	1,322	52,0	1,378	62,2
1,268	43,4	1,324	52,3	1,380	62,6
1,270	43,7	1,326	52,6	1,382	63,0
1,272	44,0	1,328	53,0	1,384	63,4
1,274	44,3	1,330	53,4	1,386	63,8
1,276	44,6	1,332	53,7	1,388	64,3
1,278	44,9	1,334	54,0	1,390	64,8
1,280	45,2	1,336	54,4	1,392	65,2
1,282	45,5	1,338	54,8	1,394	65,6
1,284	45,8	1,340	55,1	1,396	66,0
1,286	46,2	1,342	55,4	1,398	66,4
1,288	46,5	1,344	55,8	1,400	66,8
1,290	46,8	1,346	56,2	1,402	67,2
1,292	47,1	1,348	56,6	1,404	67,6
1,294	47,4	1,350	56,9	1,406	68,0

Поправки для відносної густини розчинів нітратної кислоти в залежності від температури (в інтервалі температур 15-25 °С)

Відносна густина при 20 °С	Поправка на 1°С	Відносна густина при 20 °С	Поправка на 1°С
1,05	0,0003	1,30	0,0010
1,10	0,0005	1,40	0,0014
1,20	0,0008	1,52	0,0017

Примітка. З підвищенням температури густина зменшується, зі зниженням – збільшується. Тому, якщо густина визначена при температурі t_1 вище або нижче зазначеної в таблиці (1), то до значення густини слід додати (при $t_1 > t$) або відібрати від нього (при $t_1 < t$) відповідну поправку, рівну утворенню різниці температур t_1 і t на величину поправки для 1 °С.

Визначення вмісту нітратної кислоти

Це визначення виробляють відповідно до ГОСТ 6-03-270-70 (замість МРТУ 6-03 159-63).

Реактиви:

1. Натрію гідроксид, розчин з молярною концентрацією еквівалента 1 моль/л.
2. Метилловий червоний – індикатор, 0,2 %-ний спиртовий розчин.
3. Вода дистильована.

Хід аналізу. У конічну колбу місткістю 250 мл з пробкою поміщають 100 мл дистильованої води та 0,5 мл HNO_3 концентрованої з точністю до 0,002 г. Вміст колби ретельно перемішують і титрують 1 моль/л розчином натрію гідроксиду в присутності індикатора метилового червоного.

Розрахунок. Зміст HNO_3 у масових частках у відсотках (X) обчислюють за такою формулою:

$$X = \left(\frac{V \cdot 0,06302}{m} \right) \cdot 100 \%$$

де V – точний об'єм 1 моль/л розчину NaOH, що пішов на титрування, мл; **0,06302** – маса HNO₃, що відповідає 1 мл точно 1 моль/л розчину гідроксиду натрію, г; m – маса випробуваної кислоти, г.

За результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, абсолютна розбіжність між якими не повинна перевищувати 0,2 %.

Абсолютна сумарна похибка результату аналізу, що допускається, дорівнює $\pm 0,3$ % при довірчій ймовірності $P = 0,95$.

Визначення вмісту оксидів азоту (N₂O₄) у нітратній кислоті

Вміст оксидів азоту в неконцентрованій нітратній кислоті визначають титруванням розчину перманганату калію випробуваною кислотою.

Реактиви:

1. Калію перманганат, розчин з молярною концентрацією еквівалента $C(1/5KMnO_4) = 0,1$ моль/л.
2. Сульфатна кислота за ГОСТ 4204, розведена у співвідношенні 1:4 (за об'ємом).
3. Вода дистильована.

Хід аналізу. У конічну колбу місткістю 200 мл поміщають 100 мл дистильованої води, 10 мл 0,1 моль/л розчину перманганату калію, 10 мл сульфатної кислоти, розведеної 1:4, нагрівають до 40 °С і титрують випробуваною кислотою з бюретки з відтягнутим кінцем. Кінець бюретки повинен бути занурений у рідину, що титрується.

Розрахунок. Вміст оксидів азоту в перерахунку на N₂O₄ в об'ємній долі % (Y) обчислюють за формулою;

$$Y = \frac{V_{KMnO_4} \cdot 0,0046}{V \cdot \rho} \cdot 100 \%$$

де V – об'єм досліджуваної кислоти, що пішов на титрування, мл;

ρ – густина випробуваної кислоти, визначена ареометром;

0,0046 – маса оксидів азоту, що відповідає 1 мл 0,1 моль/л розчину KMnO₄, г.

За результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, абсолютна розбіжність між якими не перевищує допустиму, що дорівнює 0,04 %.

Абсолютна сумарна похибка результату аналізу, що допускається, дорівнює $\pm 0,2$ % при довірчій ймовірності $P = 0,95$.

Визначення вмісту твердого прожареного залишку в азотній кислоті

Метод ґрунтується на зміні маси наважки внаслідок її упарювання та прожарювання.

Хід аналізу. Близько 100 г випробуваної кислоти зважують з точністю до 0,1 г і випарюють у тарованій порцеляновій чашці на водяній бані насухо. Над чашкою поміщають перевернуту основою вниз скляну лійку. Отриманий залишок прожарюють при температурі близько 800 °С до постійної маси, охолоджують в ексикаторі і зважують з точністю до 0,0002 г.

Розрахунок. Вміст твердого залишку в масових частках % (Z) обчислюють за формулою:

$$Z = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \cdot 100 \%,$$

де m_1 – маса тигля із залишком після прожарювання, г;

m_2 – маса порожнього тигля, г;

m – маса наважки, г.

За результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, абсолютна розбіжність між якими не перевищує допустиму розбіжність, що дорівнює 0,002 %.

Абсолютна сумарна похибка результатів аналізу має складати $\pm 0,0014$ %, що допускається, при довірчій ймовірності $P = 0,95$.

Питання до лабораторної роботи № 1

1. В чому полягає сутність визначення вмісту нітратної кислоти за її густиною? Які методи визначення густини розчинів існують?
2. В чому полягає сутність алкаліметричного визначення кислот? Які індикатори при цьому використовують?

3. Який метод застосовується для визначення вмісту нітроген(IV) оксиду в нітратній кислоті? В чому полягає його сутність?
4. Яким чином визначається вміст твердого залишку у нітратній кислоті?
5. Яка нормативна документація регламентує методи контролю якості нітратної кислоти?

Лабораторна робота № 2
**МЕТОДИ АНАЛІЗУ ПРИ ОТРИМАННІ І СЕРТИФІКАЦІЇ
МІДНОГО КУПОРОСУ**

Мідний купорос $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ отримують розчиненням оксиду міді(II) CuO у гарячій сульфатній кислоті H_2SO_4 з подальшою кристалізацією солі, що утворилася, при охолодженні розчину. Відповідно до стандарту, мідний купорос повинен містити 93-99 % пентагідрату купруму(II) сульфату $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, не більше 0,25-0,50 % сульфатної кислоти та не більше 0,05-0,40 % нерозчинного у воді залишку (ГОСТ 19347-74).

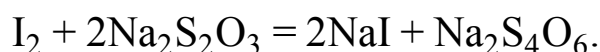
Визначення мідного купоросу у перерахунку на $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

Метод заснований на реакції відновлення міді(II) до міді(I) калію йодидом у слабкокислому середовищі. Йод, що виділився, титрують розчином тіосульфату натрію в присутності крохмалю.

Вміст визначають йодометричним методом, заснованим на реакції:



Йод, що виділився, титрують розчином тіосульфату натрію за рівнянням реакції:



За об'ємом витраченого тіосульфату натрію обчислюють вміст сульфату міді.

Реактиви:

1. Вода дистильована.
2. Калію йодид, 10 %-ний розчин.
3. Оцтова кислота, концентрована.
4. Крохмаль розчинний, розчин з масовою концентрацією 5 г/л.
5. Натрію тіосульфат $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, розчин з молярною концентрацією еквівалента 0,1 моль/л.

Хід аналізу. Масу 5 г мідного купоросу, взятого з точністю до 0,0002 г, розчиняють у невеликій кількості води. Розчин фільтрують через беззольний фільтр, ретельно промивають залишок на фільтрі гарячою водою і залишають для подальшого визначення. Фільтрат та промивні води збирають у мірну колбу об'ємом 250 мл, доводять об'єм розчину в колбі до мітки та ретельно перемішують.

У конічну колбу об'ємом 200 мл відбирають піпеткою 25 мл розчину, 5 мл 10 % розчину йодиду калію та 4 мл розчину оцтової кислоти, перемішують і залишають на 10-15 хв у темному місці. Потім титрують йод, що виділився розчином натрію тіосульфату при постійному перемішуванні до блідо-жовтого забарвлення, додають 2 мл розчину крохмалю і продовжують титрувати до зникнення синього забарвлення.

Розрахунок. Вміст $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ у масових частках у % (X) обчислюють за такою формулою:

$$X = \frac{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot K \cdot 0,02497 \cdot V_{\text{м.к.}}}{m \cdot V_{\text{ал}}} \cdot 100 \%,$$

де V – об'єм 0,1 моль/л розчину тіосульфату натрію, витрачений на титрування, *мл*;

$V_{\text{ал}}$ – об'єм аліквоти випробуваного розчину, *мл*;

K – поправочний коефіцієнт для приведення нормальності розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ до точності 0,1 моль/л;

m – маса мідного купоросу, *г*;

0,02497 – маса $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, відповідна 1 мл точно 0,1 моль/л розчину тіосульфату натрію, *г*.

Визначення масової частки незв'язаної сульфатної кислоти

Метод базується на реакції нейтралізації аналізованого розчину, що містить вільну сірчану кислоту, розчином натрію гідроксиду в присутності індикатора.

Реактиви:

1. Вода дистильована.
2. Калію оксалат, розчин з молярною концентрацією еквівалента 1 моль/л.
3. Натрію гідроксид, розчин з молярною концентрацією еквівалента 0,1 моль/л.
4. Кислота сульфатна, розчин із молярною концентрацією еквівалента 1 моль/л.
5. Феноловий червоний – індикатор, спиртово-водний розчин, розчин з масовою концентрацією 0,1 моль/л.

Хід аналізу. 50 мл фільтрату, приготовленого для визначення вмісту $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, поміщають у конічну колбу місткістю 250 мл. Потім доливають 30 мл розчину щавлевокислого калію з молярною концентрацією 1 моль/л, 50 мл води та 10 крапель розчину індикатора фенолового червоного.

Якщо розчин набуває зеленого або синьо-зеленого забарвлення, то в аналізованому розчині присутня вільна сульфатна кислота. У цьому випадку титрують аналізований розчин розчином гідроксиду натрію з молярною концентрацією еквівалента 0,1 моль/л до появи яскраво-синього кольору забарвлення розчину.

Розрахунок. Вміст вільної сульфатної кислоти у масових частках у % (Y) обчислюють за формулою:

$$Y = \frac{V_{\text{NaOH}} \cdot K \cdot 0,0049 \cdot V_{\text{м.к.}}}{m \cdot V_{\text{ал}}} \cdot 100\%,$$

де V_{NaOH} – об'єм 0,1 моль/л розчину гідроксиду натрію, витрачений на титрування, *мл*;

$V_{\text{ал}}$ – об'єм аліквоти випробуваного розчину, *мл*;

K – поправочний коефіцієнт для приведення нормальності розчину NaOH до точно 0,1 моль/л;

m – маса мідного купоросу, *г*;

0,0049 – маса сульфатної кислоти, що відповідає 1 мл розчину гідроксиду натрію з молярною концентрацією 0,1 моль/л, з.

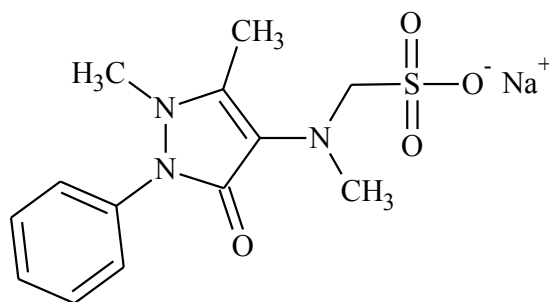
Питання до лабораторної роботи № 2

1. В чому полягає сутність йодометричного визначення міді? Це пряме, зворотнє чи титрування замісника?
2. В чому полягає сутність йодометричного визначення окисників та відновників? Які індикатори при цьому використовують?
3. Яким методом визначається вміст вільної сульфатної кислоти у мідному купоросі?
4. Чим обумовлено вибір фенолового червоного в якості індикатору?
5. Яка нормативна документація регламентує методи контролю якості мідного купоросу?

Лабораторна робота № 3

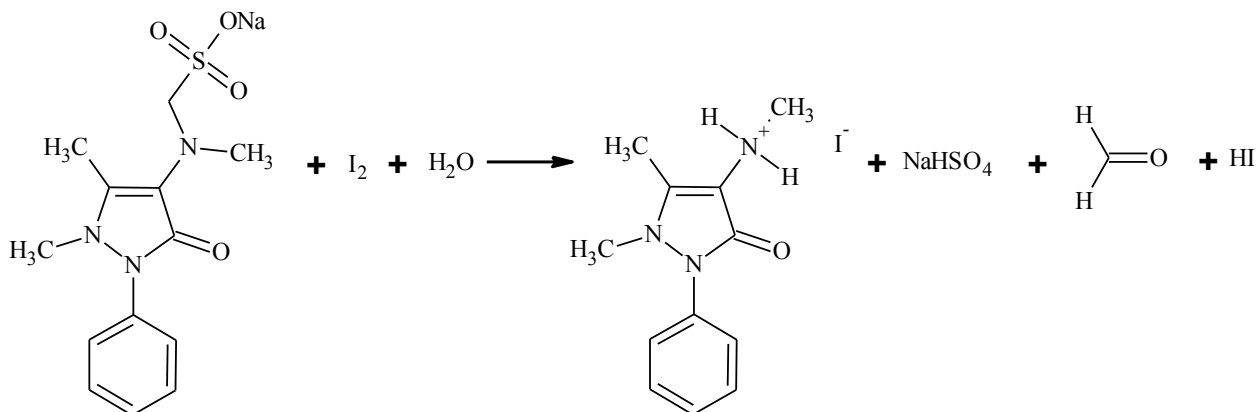
МЕТОД КІЛЬКІСНОГО ВИЗНАЧЕННЯ АНАЛЬГІНУ В ПІГУЛКАХ

Натрію 1-феніл-2,3-диметил-4- метиламінопіразолон-5-N-метансульфат (метамізолат натрію)



В основі кількісного визначення анальгіну лежить йодометричний метод, який заснований на окисненні S^{+4} в S^{+6} . Титрують у присутності етанолу (для запобігання попереднього гідролізу) та хлороводневої кислоти (для розкладання метамізолату

натрію та для запобігання окисненню формальдегіду).



Реактиви:

1. Кислота хлороводнева, розчин з молярною концентрацією еквівалента 0,01 моль/л.
2. Етанол, 95 %-ний розчин.
3. Йод, розчин з (1/2J₂) з молярною концентрацією еквівалента 0,1 моль/л.
4. Вода дистильована.

Хід аналізу. Близько 0,5 г порошку розтертих таблеток (точна наважка) поміщають у мірну колбу об'ємом 50 мл, додають 10 мл води і збовтують протягом 1 хв, потім доводять об'єм 95 % розчином етанолу до мітки, ретельно перемішують і фільтрують. Після цього 10 мл фільтрату вносять у конічну колбу об'ємом 100 мл, додають 5 мл хлороводневої кислоти (0,01 моль/л) і титрують розчином йоду (0,1 моль/л, 1/2M) до появи жовтого забарвлення, що не зникає протягом 30 секунд; 1 мл 0,1 моль/л розчину йоду відповідає 0,01757 г анальгіну C₁₃H₁₆N₃NaO₄S·H₂O, якого має бути від 0,475 до 0,525 г, з розрахунку на середню масу однієї таблетки.

Розрахунок. Вміст анальгіну (X) у г обчислюють за формулою:

$$X = V \cdot 0,01757,$$

де V – об'єм розчину йоду з (1/2 J₂) = 0,1 моль/л, витрачений на титрування, мл;

0,01757 – маса анальгіну, що відповідає 1 мл розчину йоду з молярною концентрацією 0,1 моль/л, г.

Питання до лабораторної роботи № 3

1. В чому полягає сутність йодометричного визначення анальгіну? Це пряме, зворотнє чи титрування замісника?
2. В чому полягає сутність йодометричного визначення компонентів фармацевтичних препаратів?
3. Що таке титр за визначуваною речовиною? Як розрахувати титр йоду за анальгіном?
4. Чому титрування анальгіну проводять у присутності етанолу?
5. Яким чином готують робочий розчин йоду? В чому полягає сутність стандартизації розчину йоду?

Лабораторна робота № 4

МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ ЗАЛІЗУ У ВИНАХ, ВИНОМАТЕРІАЛАХ

Стандарт ГОСТ 13195-73 «Вина, виноматеріали, коньяки и коньячные спирты. Соки плодово-ягодные спиртованные» поширюється на виноградні, плодови шампанські, ігристі вина, виноматеріали, коньяки та коньячні спирти встановлює фотометричний метод визначення заліза із гексаціанофератом(II) калію.

Визначення заліза із гексаціанофератом(II) калію

Метод заснований на утворенні комплексної сполуки синього кольору – берлінської лазури, при взаємодії іонів тривалентного заліза з гексаціанофератом(II) калію у кислому середовищі.

Реактиви:

1. Розчин заліза з масовою концентрацією 0,1 г/л: 0,8640 г залізо-амонійного галуноу $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ розчиняють в 100-200 мл дистильованої води в мірній колбі місткістю 1000 мл, додають 4 мл сульфатної кислоти і доводять дистильованою водою до мітки.
2. Кислота хлороводнева, розчин із молярною концентрацією 2,74 моль/л (100 г/л).
3. Гідроген пероксид, 30 % розчин (пергідроль).

4. Калію гексаціаноферат(II) (жовта кров'яна сіль)
 $K_4[Fe(CN)_6]$, розчин з масовою концентрацією 10 г/л.

Хід аналізу. У мірну колбу місткістю 100 мл поміщають 50 мл відфільтрованого вина, додають 5 мл розчину хлороводневої кислоти, одну краплю пергідролю та 4 мл розчину гексаціаноферату(II) калію $K_4[Fe(CN)_6]$. Вміст колби доводять до мітки дистильованою водою та через 30 хв колориметрують разом з контрольним розчином.

Для приготування контрольного розчину таку ж кількість вина поміщають в мірну колбу місткістю 100 мл, додають 5 мл розчину хлороводневої кислоти, одну краплю пергідролю і доводять до мітки дистильованою водою. Контрольний розчин готують одночасно з випробуваним розчином.

Побудова градуювального графіка. Для приготування розчинів порівняння в мірні колби місткістю 100 мл, вносять 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 і 3,5 мл основного розчину залізоамонійного галууну. У кожену колбу додають по 5 мл розчину хлороводневої кислоти, одну краплю пергідролю, 4 мл розчину гексаціаноферату(II) калію $K_4[Fe(CN)_6]$, доводять до мітки дистильованою водою. Масова концентрація заліза в отриманих розчинах порівняння становить 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 та 3,5 мг/л. Через 30 хв вимірюють оптичну густину розчинів порівняння на фотоелектроколориметрі при червоному світлофільтрі з $\lambda = (600 \pm 10)$ нм у 2 см кюветі. Як контрольний розчин беруть дистильовану воду. За отриманими даними будують графічну залежність у координатах $A = f(C)$.

Розрахунок. Масову концентрацію заліза у винах (X) в мг/л обчислюють за формулою:

$$X = A \cdot K,$$

де **A** – масова концентрація заліза у випробуваному розчині, знайдена за градуювальним графіком, мг/л;

K – кратність розведення вина, виноматеріалу, коньяку та коньячного спирту.

Допустима відносна розбіжність між результатами двох паралельних визначень відносно середнього арифметичного для

виноматеріалів та вин, плодово-ягідних спиртованих соків за довірчої ймовірності $P = 0,95$ не повинна перевищувати 4 %.

Питання до лабораторної роботи № 4

1. В чому полягає сутність колориметричного метода визначення заліза?
2. Запишіть рівняння утворення аналітичної форми.
3. Поясніть необхідність виконання всіх стадій аналізу (фільтрування зразків вина, додавання гідроген пероксиду тощо)?
4. Які способи розрахунку концентрації у колориметричному (спектрофотометричному) методі використовують на практиці?
5. Гексаціаноферат(II) калію – це забарвлена сполука; чому в якості контрольного розчину можна застосовувати дистильовану воду?

Лабораторні роботи № 5, 6

МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ ВІЛЬНОЇ ТА ЗАГАЛЬНОЇ СУЛЬФІТНОЇ КИСЛОТИ У ВИНАХ І ВИНОМАТЕРІАЛАХ

Метод заснований на окисленні сірчистої (сульфітної) кислоти H_2SO_3 йодом у кислому середовищі до сульфатної кислоти H_2SO_4 . Індикатором є крохмаль. Зв'язана сірчиста кислота попередньо руйнується під дією лугу, а потім, підкислена сірчаною кислотою, переводиться у вільний стан.

Реактиви:

1. Кислота сульфатна концентрована, розчин з молярною концентрацією 4 моль/л.
2. Натрію гідроксид або калію гідроксид, розчин з концентрацією 4 моль/л.
3. Трилон Б (динатрієва сіль етилендіамінтетраоцтової кислоти), розчин з концентрацією 30 г/л.
4. Крохмаль.
5. Йод, розчин з $(1/2 \text{I}_2) = 0,01$ моль/л, готують щодня із розчину з $(1/2 \text{I}_2) = 0,1$ моль/л.

Визначення вільної сульфїтної кислоти

Хід аналізу. При аналізі вин з щойно відкритої пляшки відміряють піпеткою 50 мл вина або виноматеріалів у конічну колбу місткістю 250 мл, додають 3 мл розчину сульфатної кислоти, по 1 мл розчину трилону Б і крохмалю і відразу ж титрують розчином йоду до появи синьо-фіолетового забарвлення розчину, що не зникає 15 секунд.

Визначення зв'язаної сірчистої кислоти

Хід аналізу. Відразу після титрування вільної сірчистої кислоти додають 8 мл розчину гідроксиду натрію або калію, закривають пробкою, перемішують і залишають на 5 хв. Після цього додають 10 мл розчину сульфатної кислоти і негайно титрують розчином йоду до появи синьо-фіолетового забарвлення, що не зникає протягом 15 с. Знову додають 20 мл розчину гідроксиду натрію або калію, перемішують, закривають пробкою і залишають на 5 хв. Потім додають 200 мл холодної дистильованої води (з температурою не вище 8 °С). Ретельно перемішують, вносять 30 мл розчину сульфатної кислоти та одразу ж титрують розчином йоду.

Розрахунок. Масова концентрація вільної (X_1) та загальної (X_2) сірчистої кислоти в мг/л обчислюють за формулою:

$$X_1 = 0,32 \cdot V_1 \cdot 20 = 6,4 \cdot V_1$$

$$X_2 = 0,32 \cdot (V_1 + V_2 + V_3) \cdot 20 = 6,4 \cdot (V_1 + V_2 + V_3)$$

де **0,32** – кількість сірчистої кислоти, що відповідає 1 мл розчину йоду з $(1/2 J_2) = 0,01$ моль/л, мг;

V_1 – об'єм розчину йоду з $(1/2 J_2) = 0,01$ моль/л, витрачений на титрування вільної сірчистої кислоти, мл;

V_2 и V_3 – об'єм розчину йоду з $(1/2 J_2) = 0,01$ моль/л, витрачене на перше і друге титрування зв'язаної сірчистої кислоти, мл;

20 – коефіцієнт перерахунку результатів аналізу на 1 л.

Питання до лабораторних робіт № 5, 6

1. В чому полягає сутність визначення вмісту сірчистої кислоти у винах?

2. Чим відрізняється вільна та загальна сірчиста кислота? Чому їх методи визначення відрізняються?
3. Для чого при визначенні зв'язаної сірчистої кислоти додають розчин лугу?
4. Яким чином можна ввести поправку на вміст хімічних речовин, які окислюються йодом?
5. Обґрунтуйте необхідність додавання розчину Трилону Б при визначенні вільної сірчистої кислоти.

Список рекомендованої літератури

1. Захарія О. М., Чеботарьов О. М., Щербакова Т. М. *Основи стандартизації та сертифікації* : навчальний посібник. Одеса : «Одес. нац. ун-т ім. І. І. Мечникова», 2014. 104 с.
2. Чеботарьов О. М., Снігур Д. В. *Метрологічні основи хімічного аналізу* : підручник. Одеса : «Одес. нац. ун-т ім. І. І. Мечникова», 2019. 229 с. ISBN 978-617-689-326-4.
3. Чеботарьов О. М., Снігур Д. В., Гузенко О. М. *Організація роботи випробувальної лабораторії* : методичні вказівки для студентів третього (освітньо-наукового) рівня (PhD) вищої освіти спеціальності 102 «Хімія». Одеса : «Одес. нац. ун-т ім. І. І. Мечникова», 2019. 35 с.
4. ДСТУ 2681-94. *Метрологія. Терміни та визначення*. К.: Держстандарт України, 1994. 68 с.
5. ДСТУ 3008-95. *Документація Звіти у сфері науки і техніки. Структура і правила оформлення*. К.: Держстандарт України, 1995. 37 с.
6. ДСТУ 2439-94. *Елементи хімічні та речовини прості. Терміни та визначення основних понять. Умовні позначення*. К.: Держстандарт України, 1994. 17 с.
7. Цюцюра С. В., Цюцюра В. Д. *Метрологія, основи вимірювань, стандартизація та сертифікація*. 2006. Київ: Знання. 242 с.
8. Клименко М. О., Скрипчук П. М. *Метрологія, стандартизація і сертифікація в екології*. 2006. Київ: Академія. 366 с.

Навчальне видання

Снігур Денис Васильович
Гузенко Олена Михайлівна
Барбалат Дмитро Олександрович
Жуковецька Олена Михайлівна

ОСНОВИ СТАНДАРТИЗАЦІЇ ТА СЕРТИФІКАЦІЇ

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до лабораторних робіт студентам факультету хімії та фармації
другого (магістерського) рівня освіти,
спеціальності 102 «Хімія»

Електронне практичне видання

В авторській редакції

Затвердж. авт. 13.10.2022. Шрифт Times New Roman.
Обсяг 0,7 МБ. Зам. № 2498.

Видавець і виготовлювач
Одеський національний університет імені І. І. Мечникова
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 4215 від 22.11.2011 р.
65082, м. Одеса, вул. Єлісаветинська, 12, Україна
Тел.: (048) 723 28 39, e-mail: druk@onu.edu.ua