

ТЕХНОЛОГИЯ АНАЛИТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ

*Рекомендовано
Федеральным государственным учреждением
«Федеральный институт развития образования»
в качестве учебного пособия для использования в учебном процессе
образовательных учреждений, реализующих программы начального
профессионального образования*

*Регистрационный номер рецензии 421
от 2 июля 2009 г. ФГУ «ФИРО»*



Москва
Издательский центр «Академия»
2010

УДК 54(075.32)
ББК 24я722
Т38

Рецензенты:

преподаватель высшей категории Колледжа автоматизации
и радиоэлектроники № 27 г. Москвы *М. Н. Бурлакова*;
зав. санитарно-гигиенической лабораторией Центра гигиены и эпидемиологии
в г. Москве *Л. И. Иванова*

Технология аналитического контроля : учеб. пособие для
Т38 учащихся учреждений нач. проф. образования / [И. В. Августинович, С. Ю. Андрианова, Е. Г. Орешенкова, Э. А. Переверзева]. — М. : Издательский центр «Академия», 2010. — 192 с.
ISBN 978-5-7695-5371-4

Изложены основы спектрального, полярографического, пробирного и микробиологического анализа. Представлены цели и задачи технического анализа и аналитического контроля производства, приемы пробоотбора и пробоподготовки, а также метрологическое обеспечение методов анализа.

Для учащихся учреждений начального профессионального образования, получающих профессию лаборант-аналитик.

УДК 54(075.32)
ББК 24я722

*Оригинал-макет данного издания является собственностью
Издательского центра «Академия», и его воспроизведение любым способом
без согласия правообладателя запрещается*

© Августинович И. В., Андрианова С. Ю., Орешенкова Е. Г.,
Переверзева Э. А., 2010

© Образовательно-издательский центр «Академия», 2010
ISBN 978-5-7695-5371-4 © Оформление. Издательский центр «Академия», 2010

ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие	3
Глава 1. Технический анализ	4
1.1. Технический анализ различных объектов	4
1.2. Аналитический контроль	7
1.3. Методы контроля неорганических и органических веществ	9
1.4. Сырье химической промышленности	12
1.5. Правила безопасной работы в химических лабораториях	14
1.6. Противопожарные мероприятия	16
Глава 2. Отбор и подготовка проб для химического анализа	17
2.1. Виды проб	17
2.2. Отбор проб из различных источников	18
2.3. Подготовка проб к анализу	25
Глава 3. Анализ газа и пыли	27
3.1. Основные понятия	27
3.2. Нормирование содержания вредных веществ в воздухе	29
3.3. Методы исследования воздуха производственных помещений	31
3.4. Классификация промышленных газов	32
3.5. Способы отбора проб воздуха и их анализ	33
3.6. Анализ газа	36
3.6.1. Методы анализа газа	36
3.6.2. Газоанализаторы	37
3.6.3. Выбор газоанализатора	40
3.7. Средства контроля воздушных и газообразных сред	40
3.8. Методы оценки выбросов металлургических производств	43
3.9. Производственная пыль. Аэрозоли	45
3.9.1. Основные понятия	45
3.9.2. Основные разновидности и свойства пыли	46
3.9.3. Воздействие пыли на организм человека	47
3.9.4. Некоторые особенности горения пыли	48
3.10. Отбор проб воздуха для оценки запыленности	49
3.11. Защита воздуха от пыли. Пылеулавливание	50
3.12. Способы очистки газов и газовых смесей	51
3.13. Механизмы улавливания пыли	54
3.14. Пылемеры	55
3.15. Мероприятия по охране труда	56

Глава 4. Основы метрологии	58
4.1. Классификация погрешностей химического анализа	58
4.2. Основные понятия в метрологии	61
4.3. Математическая обработка результатов анализа	62
Глава 5. Спектральный анализ	68
5.1. Классификация методов спектрального анализа	68
5.2. Атомно-эмиссионный спектральный анализ	69
5.3. Атомно-абсорбционный спектральный анализ	90
Глава 6. Полярографический анализ	100
6.1. Основные понятия	100
6.2. Приборы для полярографического анализа	101
6.3. Теоретические основы полярографии	104
6.4. Подготовка пробы к полярографическому анализу	106
6.5. Качественный полярографический анализ	108
6.6. Количественный полярографический анализ	110
6.7. Количественный анализ многокомпонентной пробы	114
6.8. Дифференциальная полярография	115
6.9. Инверсионная полярография	116
6.10. Амперометрическое титрование	117
6.11. Дифференциальная импульсная полярография	119
6.12. Области применения полярографического анализа	120
Глава 7. Пробирный анализ	122
7.1. Общая характеристика	122
7.2. Металлические материалы и их свойства	122
7.3. Основы технологии плавки драгоценных металлов	126
7.4. Оборудование для плавления	127
7.5. Термическая обработка драгоценных металлов	130
7.6. Старение	135
7.7. Гальванические покрытия	136
7.8. Полирование	139
7.9. Ультразвуковая очистка	141
7.10. Золочение и серебрение цветных металлов и сплавов	142
7.11. Правила техники безопасности при декоративной обработке ювелирных изделий	145
7.12. Основы пробирования минерального сырья и изделий из драгоценных металлов и сплавов	145
7.13. Нормирование и хранение драгоценных металлов	149
Глава 8. Основы микробиологии	151
8.1. Введение в микробиологию	151
8.2. Морфология микроорганизмов	154
8.3. Физиология микроорганизмов	163
8.4. Влияние внешней среды на жизнедеятельность микроорганизмов	167
8.5. Взаимоотношения микро- и макроорганизмов	170

8.6. Распространение микроорганизмов в природе	173
8.7. Участие микроорганизмов в круговороте веществ	180
8.8. Наследственность и изменчивость	182
8.9. Практическое использование микроорганизмов	186
Список литературы	189

Учебное издание

**Августинович Ирина Викторовна,
Андрианова Светлана Юрьевна,
Орешенкова Елена Григорьевна,
Переверзева Эльвира Алфеевна**

Технология аналитического контроля
Учебное пособие

Редактор *Н. В. Шувалова*
Технический редактор *О. Н. Крайнова*
Компьютерная верстка: *Е. Ю. Назарова*
Корректоры *Л. В. Гаврилина, Т. М. Власенко*

Изд. № 101112151. Подписано в печать 03.11.2009. Формат 60×90/16. Гарнитура «Таймс». Бумага офсетная № 1. Печать офсетная. Усл. печ. л. 12,0. Тираж 1 500 экз. Заказ №

Издательский центр «Академия». www.academia-moscow.ru

125252, Москва, ул. Зорге, д. 15, корп. 1, пом. 26б.

Адрес для корреспонденции: 129085, г. Москва, пр-т Мира, д. 101в, стр. 1, а/я 48.

Тел. 8(495)648-05-07, факс 8(495)616-00-29.

Санитарно-эпидемиологическое заключение № 77.99.60.953.Д.007831.07.09 от 06.07.2009.

Отпечатано в соответствии с качеством электронных носителей, представленных издательством в ОАО «Саратовский полиграфкомбинат». www.sarpk.ru
410004, г. Саратов, ул. Чернышевского, 59.

ПРЕДИСЛОВИЕ

Современное общество не может существовать без аналитических лабораторий, осуществляющих контроль за качеством исходного сырья, полупродуктов и готовой продукции. Химические и инструментальные (физические и физико-химические) методы анализа широко применяют во всех областях науки, техники и производства. Развитие новых отраслей промышленности предъявляет достаточно высокие требования к специалистам в области химического анализа.

Предлагаемое учебное пособие включает материал, необходимый для подготовки по следующим профессиям: лаборант по анализу газа и пыли, лаборант-полярографист, лаборант спектрального анализа, лаборант пробирного анализа (анализ драгоценных металлов и сплавов), лаборант-микробиолог и др.

Материал учебного пособия был апробирован в рамках городской экспериментальной площадки — Политехнического колледжа № 39 г. Москвы при подготовке по профессиям лаборант химического анализа и лаборант спектрального анализа.

В создании учебного пособия приняли участие преподаватели специальных химических дисциплин Политехнического колледжа № 39 г. Москвы: И. В. Августинovich — гл. 1, 2, С. Ю. Андрианова — гл. 3, 7, Е. Г. Орешенкова — гл. 4—6, а также сотрудник химико-бактериологической лаборатории Северной станции водоподготовки г. Москвы кандидат медицинских наук Э. А. Переверзева — гл. 8.

Особую признательность авторы выражают А. Н. Комельковой за помощь в подготовке гл. 8.

ТЕХНИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

1.1. Технический анализ различных объектов

Современное промышленное предприятие не может достигнуть высоких технико-экономических показателей без правильной организации аналитического контроля производства на всех его стадиях. Важной составной частью этого контроля является технический анализ.

Технический анализ — это раздел аналитической химии, включающий химические, физико-химические и физические методы анализа, применяемые для контроля качественного и количественного состава сырья, промежуточных продуктов и готовой продукции предприятий и определения соответствия их техническим условиям и стандартам. Технический анализ на предприятиях химической промышленности осуществляется отделом технического контроля (ОТК), центральной заводской лабораторией (ЦЗЛ) и цеховыми лабораториями.

Технический анализ позволяет:

- оценить качество исходных материалов;
- проверить ход технологического процесса, его соответствие установленным технологическим режимам;
- добиться наиболее экономичного расходования сырья, топлива, электроэнергии;
- уменьшить отходы производства;
- обеспечить качество выпускаемых изделий и материалов, установленное стандартами и техническими условиями.

Достижения в области аналитического приборостроения, компьютеризация химического анализа позволяют не только улучшить и ускорить процесс сбора информации о веществе, но и создать множество сложных методов обработки данных.

В зависимости от анализируемого объекта и целей исследования технический анализ подразделяют на маркировочный, экспрессный, автоматический и арбитражный.

Методы *маркировочного* технического анализа применяют для контроля химического состава и свойств сырья и материалов, поступающих на предприятие для переработки и оценки готовой продукции в соответствии с установленными стандартами на эту продукцию.

Для внутривзаводского и цехового контроля применяют *экспрессные* и *автоматические* методы анализа, позволяющие осуще-

ствлять непрерывный и систематический контроль в соответствии с заводскими условиями технологического процесса.

В тех случаях, когда между заводом-производителем и потребителем возникают противоречия в оценке качества продукции, пробы передают сторонней организации для *арбитражного* анализа.

Технический анализ воды. Вода — наиболее распространенное в природе соединение. Природная вода содержит множество растворенных веществ: соли, кислоты, щелочи, газы (O_2 , N_2 , CO_2), продукты отходов промышленных предприятий и нерастворимые частицы минерального и органического происхождения.

Основными факторами, определяющими пригодность воды для бытовых, промышленных целей, а также для сельского хозяйства, являются ее химический состав и физические свойства. Особенно высокие требования предъявляют к воде питьевой, используемой для питания паровых котлов, в пищевой, фармацевтической и химической промышленности. К воде, используемой для охлаждения холодильников, конденсаторов и других производственных аппаратов, и к воде, применяемой для орошения земель и ряда других производственных процессов, такие высокие требования не предъявляют. В зависимости от способа использования различают природную, питьевую и техническую воду.

Питьевой называют воду, предназначенную для питья, хозяйственно-бытовых нужд населения, а также предприятий пищевой промышленности и коммунального хозяйства. Такая вода должна иметь определенный химический состав и удовлетворять соответствующим санитарно-гигиеническим требованиям. Подготовку воды по физическим, химическим и бактериологическим показателям качества согласно этим требованиям проводят на городских водопроводных станциях и предприятиях коммунального хозяйства.

Техническая вода — это вода, потребляемая промышленными предприятиями в качестве теплоносителя, охлаждающего агента, технологического компонента в производственных цехах и для вспомогательных нужд. В зависимости от характера производства и назначения вода должна удовлетворять различным требованиям и подвергаться соответствующей подготовке. Вода для котельных должна содержать как можно меньше солей жесткости, так как они образуют плотные слои накипи на стенках котлов и других теплообменных аппаратов.

Технический анализ твердого топлива. *Твердым топливом* называют горючие ископаемые (каменный и бурый уголь, торф, горючие сланцы) и продукты их модификации — кокс, полукокс, пылевидное топливо, дрова. Виды твердого топлива различаются по химическому составу, происхождению, содержанию примесей (золы, влаги, пустой породы) и продуктов окисления органической массы, теплотворной способности и другим показателям.

Твердое топливо подвергают анализу на следующие показатели:

- при элементарном анализе твердого топлива определяют содержание углерода, водорода, кислорода, азота и серы,
- при техническом анализе твердого топлива определяют (в процентах) влажность и зольность топлива, содержание серы, выход летучих веществ.

Технический анализ газов. Анализ газов выполняют путем измерения массы или объема газовой смеси и ее компонентов. Его широко применяют для контроля многих производственных процессов: в теплоэнергетических установках — для анализа топочных (дымовых) газов; в химических производствах — в целях анализа исходных, конечных и отработанных газов, а также анализа воздуха производственных помещений, атмосферного воздуха и др.

Компоненты газовой смеси обладают определенными физическими и химическими свойствами (плотностью, теплопроводностью, теплотворной способностью, оптическими и магнитными свойствами, способностью вступать в те или иные реакции с определенными реагентами). Эти свойства используют для проведения газового анализа и выбора того или иного метода анализа.

Анализ дымовых газов позволяет определить полноту сжигания горючих газов, твердого и жидкого топлива, оптимальный режим сжигания топлива. Путем анализа исходного газового сырья, продуктов его химического превращения и отбросных газов определяют ход технологического процесса, эффективность использования сырья, глубину химического превращения и выход конечных продуктов.

Анализ воздуха рабочей зоны производственных помещений и атмосферного воздуха позволяет определить степень его загрязнения вредными ядовитыми газами или парами и вовремя принять необходимые меры для нейтрализации или удаления этих веществ.

Катализ. Процесс изменения скорости химической реакции при взаимодействии веществ (*катализаторов*), которые участвуют в реакции, но не входят в продукты реакции, называется *катализом*. Катализатор может ускорять или замедлять химическую реакцию. В соответствии с этим он будет называться *положительным*, если ускоряет реакцию, и *отрицательным*, или ингибитором, если замедляет.

Применение катализаторов позволяет ускорять химические реакции в тысячи и миллионы раз, направлять их в сторону образования определенного продукта и устранять нежелательные побочные реакции, т.е. увеличивать селективность процесса, а также проводить процессы при более низких температурах и тем самым снижать затраты энергии.

Каталитические процессы нашли широкое применение в промышленности. Несмотря на появление новых способов активации

молекул (плазмохимия, лазерная, радиационная химия и др.), катализ остается основой химических производств. В неорганическом синтезе важнейшими каталитическими процессами являются производство серной кислоты H_2SO_4 , синтез аммиака NH_3 из азота N_2 и водорода H_2 , производство азотной кислоты HNO_3 .

Широкое развитие в середине XX в. получили процессы каталитической переработки нефти; среди них можно отметить крекинг углеводородов нефти, для которого вначале основными катализаторами были алюмосиликаты, впоследствии цеолиты, отличающиеся более высокой активностью.

Катализаторы, применяемые в промышленности, должны обладать постоянной высокой каталитической активностью, селективностью, механической прочностью, устойчивостью к действию каталитических ядов, большой длительностью работы, легкой регенерируемостью.

Единой теории подбора катализаторов не существует. Развитие представлений о механизме катализа позволяет сформулировать некоторые принципы подбора катализаторов, пригодных для отдельных типов реакций.

Принимая за основу ту или иную теорию действия катализаторов, стремятся подобрать независимую, хорошо изученную их характеристику, которую можно связать с каталитической активностью. Обычно элемент, входящий в катализатор, должен обладать свойствами, напрямую связанными с его местоположением в Периодической системе Д. И. Менделеева.

1.2. Аналитический контроль

Современное промышленное производство рассчитано на сложную переработку исходных сырья и материалов. В целях достижения высоких технико-экономических показателей — рациональной переработки сырья, максимальной производительности оборудования, хорошего качества продукции — необходимо соблюдать параметры технологического процесса. Поэтому требуется развернутый аналитический контроль. Анализуют исходные материалы, полуфабрикаты, готовую продукцию, отходы производства. Правильно организованный и проводимый контроль — необходимое условие стабильной работы предприятия. Служба контроля является одним из главных звеньев в разработке и внедрении «системы качества» каждого конкретного производства.

Обеспечение качества — это действия, предпринимаемые для правильного планирования химического анализа, необходимые для того, чтобы продукт соответствовал заданным требованиям качества.

Качество — совокупность свойств и характеристик продукта, определяющих его способность удовлетворять заданным требованиям.

Контроль качества — технические и организационные средства, используемые для достижения требований качества.

В целях достижения требуемого качества необходимо знать весь процесс от постановки задачи до получения решения.

Требования потребителей к производителям с точки зрения продукции весьма высоки. Разрабатываются и требуют контроля множество параметров качества, характеризующих экологическую безопасность продукции и производств. Контроль качества должен гарантировать, что необходимые требования будут достигнуты.

Оценка качества — это совокупность операций, выполняемых для оценки соответствия конкретной продукции установленным требованиям. Требования установлены в технических регламентах, стандартах, технических условиях, контрактах, технических заданиях на проектирование продукции.

Основной формой оценки является контроль. Любой контроль включает два элемента: получение информации о фактическом состоянии объекта (для продукции — о ее качественных и количественных характеристиках) и сопоставление полученной информации с установленными требованиями.

В химической промышленности каждый производственный процесс проводят в полном соответствии с утвержденным технологическим регламентом. Этот регламент подписывает главный инженер предприятия и руководители производственно-технического отдела, цеха, центральной лаборатории и отдела техники безопасности.

В некоторых случаях документом, регламентирующим производственный процесс, является технологическая инструкция. Она содержит характеристику вырабатываемой продукции с наименованием стандартов и технических условий, указание о подготовке оборудования к работе, правила ведения отдельных стадий процесса, место и время отбора проб, описание контроля готовой продукции и отходов, правила техники безопасности при ведении процесса.

Регламенты и технологические инструкции в части, относящейся к контролю производства, служат основой организации работы цеховой лаборатории. На предусмотренный в регламентах и инструкциях лабораторный контроль производства отдельно составляют описание методик для выполнения каждого анализа, кроме тех, которые включены в стандарты и технические условия.

По результатам выполненных анализов работники цеховой лаборатории или дежурные технологи рассчитывают регламентные

загрузки и дозировки, а также количество добавок ингредиентов для корректировки процесса. Анализы готовой продукции по всем или основным показателям позволяют судить о возможности предъявления ее отделу технического контроля.

Контроль производства в зависимости от объема производимой продукции выполняет центральная заводская или цеховые лаборатории. Первичными участками лабораторной работы на предприятии являются цеховые лаборатории. Они непосредственно связаны с производством, ведут контроль исходных материалов, технологических процессов и готовой продукции. Характер работы цеховой лаборатории полностью зависит от профиля производства, которое она обслуживает. Часто по характеру технологического процесса некоторые анализы необходимо выполнять непосредственно в цехе на рабочих местах. В настоящее время развитие техники анализа позволяет широко использовать для этого различные системы автоматических анализаторов.

Типы анализов, которые выполняют в цеховой лаборатории, зависят от характера производства. Результаты анализа лаборанты-аналитики записывают в специальные лабораторные журналы. По каждому технологическому процессу или производственной стадии ведут отдельный лабораторный журнал, в котором фиксируют данные анализов.

На каждом предприятии важные задачи возложены на отдел технического контроля. Главная его обязанность заключается в контроле качества выпускаемой предприятием продукции, поступающего сырья и материалов, предназначенных для основных производств, а также в контроле за соблюдением установленной технологии. В задачу ОТК входит также учет и рассмотрение рекламаций, а также установление причин выпуска брака.

1.3. Методы контроля неорганических и органических веществ

При выполнении технического анализа органических и неорганических веществ используют его химические, физико-химические и физические методы. При выборе метода анализа необходимо знать цель и задачи, которые при этом нужно решить, оценить достоинство и недостатки доступных методов анализа. В связи с развитием ряда отраслей промышленности с использованием веществ высокой чистоты повысились требования к точности методов технического анализа. В указанных производствах анализы должны быть основаны на методах, позволяющих определять содержание примесей в количестве 10^{-8} — 10^{-6} %.

Метод — совокупность принципов, положенных в основу анализа.

Методика — подробное описание всех условий и операций проведения анализа. При выборе метода анализа необходимо учитывать ожидаемое содержание определяемого компонента. Важно оценить не только его процентное содержание в образце, но и количество вещества, которое должно быть взято для анализа. Кроме того, необходимо учитывать физические и химические свойства определяемого объекта. Зная химические свойства образца и определяемых компонентов, оценив возможные помехи, выбирают *избирательный метод*, т. е. метод, с помощью которого в данных условиях можно обнаружить или определить нужные компоненты без помех со стороны присутствующих компонентов. Большое значение имеют *универсальные методы* и методики анализа. Универсальность — это возможность обнаружить или определить многие компоненты одновременно из одной пробы.

Важное значение при выборе метода уделяют точности анализа, но при текущем контроле многих металлургических и химических производств определение компонентов можно проводить с погрешностью 10—15 %. Однако в том случае, если важно знать содержание основного компонента, примесей, погрешность не должна превышать 0,1—1,0 %. Достаточно точны гравиметрические и титриметрические методы, погрешность которых составляет соответственно 0,05—0,20 и 0,1—0,5 %. Точным является кулонометрический метод анализа, позволяющий определять содержание компонентов с погрешностью 0,001—0,01 %.

В настоящее время выдвигаются требования к скорости проведения анализа — экспрессности. Существуют методы, которые позволяют проводить анализ очень быстро. Так, методы атомно-эмиссионной спектроскопии с применением квантометров дают возможность определить 15—20 элементов в течение нескольких секунд; методом ионметрии с использованием ионоселективных электродов можно определять компоненты за одну минуту.

При выборе метода анализа нередко важную роль, особенно при проведении серийных и массовых анализов, играет его стоимость. Наиболее дешевые по стоимости аппаратного оформления — титриметрические, гравиметрические, потенциометрические методы анализа. Аппаратуру большей стоимости используют в спектрофотометрии, люминисценции, атомной абсорбции. Наиболее высока стоимость аппаратуры для масс-спектрометрии, ядерной магнитно-резонансной спектроскопии (ЯМР-спектроскопии), атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой.

При выполнении массовых однородных анализов следует выбирать метод, допускающий автоматизацию анализа. Автоматизация химического анализа выгодна только в поточном производстве стандартной продукции. Автоматический контроль производства играет существенную роль в повышении качества продукции.

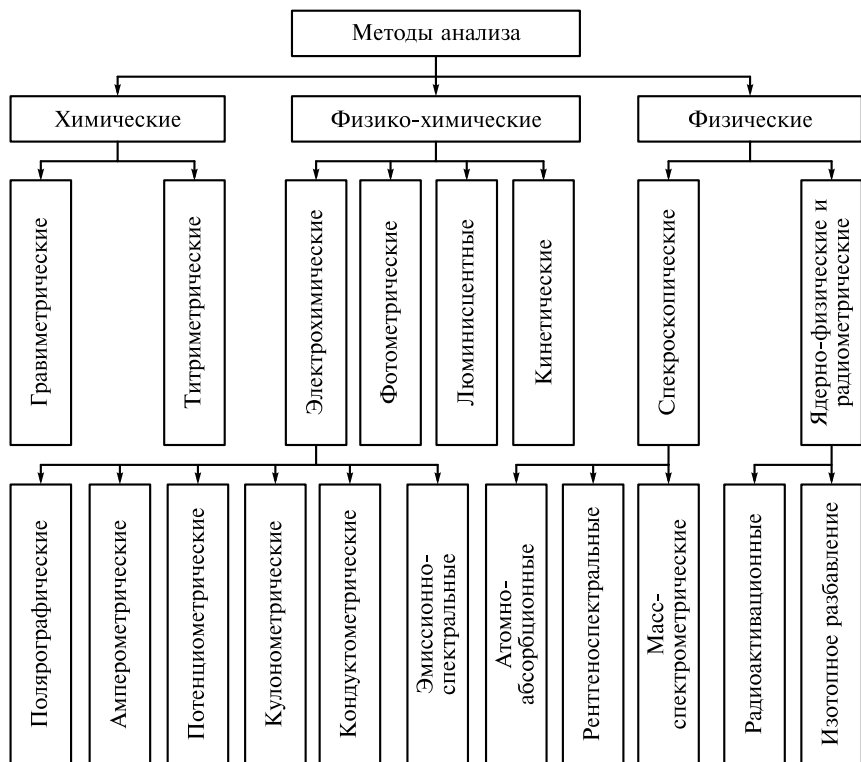


Рис. 1.1. Классификация методов анализа

Достаточно хорошо автоматизирован анализ газов. С помощью автоматических газоанализаторов выполняют более 90 % всех определений газов. В значительной степени автоматизирован анализ органических соединений методом газовой хроматографии.

В техническом анализе органических и неорганических веществ используют различные методы анализа. Благодаря относительно простой технике выполнения, надежности, высокой точности не утратили своего значения химические методы. Однако в настоящее время широко применяют инструментальные методы анализа. Значение их резко возросло в связи с автоматизацией производственных процессов, протекающих при высоких скоростях, температурах и давлениях. На рис. 1.1 представлена классификация методов анализа.

В последние годы все настойчивее выдвигается требование проведения прямого контроля и регулирования процессов производства по составу поступающих, перерабатываемых и выпускаемых продуктов. Точность и надежность такого контроля должны соответствовать условиям массового производства.

1.4. Сырье химической промышленности

Для производства химических продуктов в качестве исходных материалов используют сырье, полупродукты (полуфабрикаты) и отходы производств.

Сырье — природные материалы, используемые в производстве промышленных продуктов. *Полупродукты* — это сырье ряда производств, которое подвергалось промышленной переработке. *Отходы* — побочные продукты, не находящие применения в данном производстве, но способные послужить сырьем при производствах некоторых химических продуктов.

Выбор сырья во многом определяет технику и экономику производства химических продуктов. По мере развития науки и техники все новые виды сырья вовлекаются в производство химических веществ. Сырье химической промышленности можно подразделить:

- по происхождению — на минеральное, растительное и животное;
- агрегатному состоянию — на твердое, жидкое и газообразное;
- составу — на неорганическое и органическое.

Минеральное сырье — это добываемые из земных недр полезные ископаемые, которые при данном уровне техники могут быть экономически эффективно использованы. Обычно минеральное сырье подразделяют на три вида: рудное, нерудное и горючее.

Рудное сырье — горные породы, из которых могут быть экономически выгодно получены металлы. При переработке некоторых видов рудного сырья наряду с металлами получают и химические продукты. Так, например, одновременно с получением меди, цинка, никеля производят серную кислоту.

Нерудное сырье — горные породы, используемые в производстве химических, строительных и других неметаллических материалов. К нерудному сырью относятся породы, содержащие серу, фосфориты, апатиты, природные калийные соли, поваренная соль, песок, гравий, глины и т. п. Эти виды сырья используют для производства удобрений, солей, кислот, щелочей, цемента, стекла, керамики и пр.

В настоящее время химическая промышленность использует более 80 элементов. Поскольку запасы отдельных элементов невелики, возникает необходимость бережного и рационального отношения к сырью. Для экономичного его использования необходимо изыскание и применение дешевого сырья, комплексное использование, применение концентрированного сырья.

Минеральное сырье — один из наиболее трудных объектов анализа. Методы анализа минерального сырья быстро совершенствуются. При определении содержания микроэлементов большое распространение получили эмиссионный спектральный анализ, фо-

тометрические, полярографические, атомно-абсорбционные методы. Для определения макроэлементов и отдельных компонентов со средним содержанием (не менее 0,01 %) применяют рентгено-спектральный анализ. Минеральное сырье служит для промышленного производства кислот, щелочей, солей и минеральных удобрений. К производству неорганических веществ относят также производство тонких неорганических препаратов (получение редких элементов, реактивов, фармацевтических препаратов), электрохимические производства (получение хлора, водорода, едких щелочей и др.), производства силикатных материалов (цемента, стекла, керамики и др.), красок, пигментов.

Анализ *органических веществ* в связи с бурным развитием промышленности органического синтеза (производство мономеров, полимеров, каучука, элементоорганических соединений, биологически активных веществ, лекарственных веществ) приобрел большое практическое значение. Анализ продуктов промышленного органического синтеза включает несколько этапов:

- 1) определение физических свойств органических веществ;
- 2) определение элементарного состава органических веществ (анализ на содержание углерода, водорода, азота, фосфора, хлора, серы);
- 3) определение функциональных групп органических соединений ($-\text{CHO}$, $-\text{CO}$, $-\text{NH}_2$ и т.п.);
- 4) анализ мономеров и полимеров; современная техника полимеризации предъявляет высокие требования к чистоте исходных мономеров; наличие даже небольших примесей отражается на кинетике процессов и структуре полимеров.
- 5) определение кислотного, иодного, бромного, эфирного чисел, а также числа омыления.

Методы контроля продуктов промышленного органического синтеза включают как традиционные химические, так и инструментальные. В настоящее время прогрессивное развитие элементного анализа заключается в его автоматизации, расширении числа определяемых элементов, переводе к неразрушающему анализу. Использование автоматических анализаторов позволило сократить навески веществ до 0,1—0,3 мг, а главное, получать готовые данные о процентном содержании элементов в течение 8—10 мин. Успешно развиваются функциональный, молекулярный методы, а также анализ сложных смесей органических соединений. Широко используют электрохимические методы (потенциометрия, полярография, кулонометрия). Наибольшее значение в анализе органических соединений отводится хроматографии. Развитие и применение хроматографических методов позволило решить много сложных задач анализа нефтепродуктов, полимерных материалов, синтетических кислот, спиртов, биологически активных веществ.

1.5. Правила безопасной работы в химических лабораториях

При работе в химической лаборатории необходимо строго соблюдать правила безопасности.

1. На рабочем столе необходимо соблюдать чистоту и порядок. Не относящиеся к проводимому эксперименту реактивы, материалы и аппаратуру следует убирать.

2. Перед работой нужно проверить наличие реактивов в реактивных склянках и подготовить соответствующее оборудование.

3. Нельзя превышать без надобности нормы расхода химических реактивов.

4. Сухие реактивы следует набирать с помощью шпателя или совка.

5. Перед проведением любой реакции необходимо ознакомиться с условиями ее выполнения.

6. Результаты всех наблюдений и исследований нужно записывать в лабораторный журнал.

7. Остатки использованных растворов солей серебра нельзя выбрасывать, их необходимо собирать в специальную склянку.

8. Нельзя пробовать на вкус и вдыхать химические вещества.

9. При работе с огне-, взрывоопасными и ядовитыми веществами всегда нужно иметь наготове средства пожаротушения, а также противогаз, очки и перчатки.

10. Нельзя оставлять склянки с ядовитыми веществами на столе.

11. Все процессы, связанные с выделением ядовитых газов, паров и дыма, следует проводить в вытяжном шкафу с опущенными дверцами.

12. Нельзя применять реактивы без этикеток, так как при реакциях с неизвестным реактивом могут образоваться опасные вещества (горючие, взрывоопасные и ядовитые).

13. Тигель, в котором вели прокаливание, водяную баню и другую нагретую посуду необходимо ставить на подставку, а не на стол.

14. Нагревание пробирок и других стеклянных сосудов нужно проводить осторожно и постепенно; не следует нагибаться над реакционным сосудом и заглядывать в него; отверстие сосуда должно быть направлено в сторону от работающего и его соседей.

15. Запрещается оставлять без присмотра горящие газовые горелки, электроплитки; после окончания работы газ, воду и электричество следует сразу выключить.

16. Эфир, спирт, бензол, ацетон и другие горючие и легко летучие вещества нельзя нагревать на открытом огне, для их нагревания необходимо применять специальные колбонагреватели, электрические приборы с закрытой спиралью и соответствующие бани, соблюдая при этом все правила пожарной безопасности.

17. При перегонке легкокипящих смесей сначала необходимо впустить воду в холодильник и только затем включить нагревание. Во время перегонки нужно следить за работой прибора. Рекомендуется нагревательный прибор и перегонную колбу размещать на противне или в кювете с песком.

18. Запрещается держать вблизи огня сосуды с нефтепродуктами, а также проводить работу с легковоспламеняющимися веществами.

19. В лаборатории нельзя хранить значительные количества металлического натрия, брома, кислот и горючих органических растворителей (бензола, бензина и т. п.).

20. Розлив из бутылей кислот, растворов щелочей и других едких жидкостей рекомендуется проводить с помощью сифона и только вдвоем. У каждого работника должны быть резиновые обувь, перчатки и фартук, а на глазах — защитные очки.

21. При разбавлении водой минеральных кислот (серной, азотной и соляной), концентрированных растворов едких щелочей и некоторых других веществ, выделяющих при этом тепло, следует приливать их тонкой струей в холодную воду при одновременном перемешивании.

22. Нельзя приливать концентрированные кислоты к концентрированным щелочам, и наоборот; до проведения нейтрализации их следует разбавлять водой.

23. Недопустимо выливать в раковину концентрированные растворы кислот и щелочей, а также хромовую смесь, предварительно их нужно нейтрализовать или разбавить.

24. Нельзя выливать в раковину нефтепродукты и органические растворы. Эти остатки необходимо сливать в специальные закрытые бачки в вытяжном шкафу.

25. Остатки металлического натрия или калия нельзя выбрасывать в раковину, их следует собирать в специальные банки с керосином или ксилолом.

26. Нельзя касаться руками охлаждающих смесей.

27. При работе со сжиженными газами можно пользоваться только теми баллонами, которые окрашены в определенный условный цвет и имеют соответствующую надпись.

28. При работе с аппаратами, находящимися под вакуумом, а также при работах, связанных с возможностью засорения, ожога и раздражения глаз, нужно надевать защитные очки.

29. Включать в сеть электронагревательные приборы можно только сухими руками. Следует всегда помнить, что электрический ток напряжением 127 — 220 В опасен для жизни.

30. Необходимо уметь пользоваться фильтрующими промышленными противогАЗами, особенно при отборе проб из газовых камер.

31. Перед отбором пробы из аппарата следует ознакомиться с процессом изготовления и свойствами отбираемого вещества.

1.6. Противопожарные мероприятия

При работе в лаборатории необходимо соблюдать правила пожарной безопасности.

1. Каждый работающий в лаборатории должен знать, где расположены средства пожаротушения, и уметь ими пользоваться. Необходимо знать, где находятся одеяло из асбеста, листовой асбест, сухой песок, огнетушители и пожарный водяной стояк.

2. При возникновении пожара не следует задуть пламя, нужно сразу же выключить горелки и все электронагревательные приборы. Пламя необходимо засыпать песком, запас которого в лаборатории должен быть достаточным. При более серьезных пожарах следует использовать огнетушители, которые должны быть в каждой лаборатории. Исправность огнетушителей нужно периодически проверять.

3. При возникновении вспышки в вытяжном шкафу следует отключить тягу, на магистрали перекрыть газовый кран и выключить рубильник, а затем приступить к ликвидации очага вспышки.

4. Если загорелась одежда, необходимо немедленно накрыть пострадавшего асбестовым одеялом и облить водой.

5. При обнаружении запаха газа нельзя зажигать огонь, включать свет и электроприборы в лаборатории.

6. В случае вспышки газа вследствие неплотности соединения деталей и арматуры на газопроводе нужно немедленно перекрыть вентиль подачи газа к рабочему столу.

7. При случайном разливе нефтепродуктов и растворителей следует немедленно выключить электроплитки или другие нагревательные приборы, а затем убрать пролитую жидкость.

8. Использованные масляные тряпки склонны к самовозгоранию, поэтому рекомендуется складывать их в специальные металлические закрытые ящики.

9. В случае перерыва подачи отопительного газа следует немедленно перекрыть все газовые краны.

Контрольные вопросы

1. В чем состоит значение технологического регламента?
2. Перечислите основные разделы технологического регламента.
3. В чем заключаются основные задачи отдела технического контроля?
4. Какие функции выполняет центральная заводская лаборатория?
5. По каким принципам выбирают метод анализа?
6. Какие требования соблюдают при работе в химической лаборатории?
7. Расскажите о роли, задачах и методах технического анализа.

ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

2.1. Виды проб

Отбор проб является существенным этапом в технологическом контроле. Ошибки, возникающие вследствие неправильного отбора проб, в дальнейшем исправить не удастся. Поэтому достоверность и точность последующего анализа в значительной степени зависит от правильности выбора способа и тщательности проведения отбора проб.

Для получения достоверной и надежной информации отбор проб следует проводить так, чтобы анализируемые образцы были представительными (репрезентативными). *Представительная* (средняя) проба — это небольшая часть анализируемого объекта, средний состав и свойства которой должны быть идентичны во всех отношениях среднему составу и свойствам исследуемого объекта.

Способ отбора средней пробы зависит от агрегатного состояния и степени однородности вещества. Чем однороднее вещество, тем легче взять его среднюю пробу. Наиболее просто отбирать пробы газов и смешивающихся жидкостей, а наиболее трудно — пробы крупнозернистых и крупнокусковых твердых материалов. Технические продукты, как правило, не бывают однородными, поэтому отбор средней пробы и правильная ее подготовка для анализа имеют исключительно важное значение. На химических предприятиях отбор средних проб и их подготовку проводит ОТК. Подготовленную для анализа пробу делят на две части. Одну — отправляют на анализ в лабораторию, а другую — хранят на случай арбитражной проверки. Описание методов отбора проб конкретных продуктов и материалов обычно содержится в стандартных и технических условиях.

Различают первичную, лабораторную и анализируемую пробы. *Первичную пробу* отбирают непосредственно из анализируемого объекта. Она достаточно большая (от 1 до 50 кг). Из первичной пробы отбирают *лабораторную пробу* (от 25 г до 1 кг). Одну часть лабораторной пробы используют для предварительных исследований, другую — сохраняют для арбитражных анализов, третью — используют для анализа (*анализируемая проба*). Содержание определяемого компонента в анализируемой пробе должно отражать среднее содержание этого компонента во всем исследуемом объекте.