

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ СОСТОЯНИЯ ПРИРОДНОЙ СРЕДЫ

*Методические указания к лабораторным работам
для студентов направления подготовки 05.04.06*

**САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
2021**

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
Санкт-Петербургский горный университет

Кафедра геоэкологии

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ СОСТОЯНИЯ ПРИРОДНОЙ СРЕДЫ

*Методические указания к лабораторным работам
для студентов направления подготовки 05.04.06*

САНКТ-ПЕТЕРБУРГ
2021

УДК 504.063.3

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ СОСТОЯНИЯ ПРИРОДНОЙ СРЕДЫ: Методические указания к лабораторным работам / Санкт-Петербургский горный университет. Сост. *А.С. Данилов, В.А. Матвеева*, СПб, 2021. 59 с.

Лабораторные работы по дисциплине «Современные методы контроля состояния природной среды» направлены на формирование у студентов навыков применения знаний, полученных на лекциях, для самостоятельного решения практических задач на производстве.

В методических указаниях изложены вопросы организации, функционирования и результативности систем экологического мониторинга. Описаны основные приемы работы в аналитических лабораториях. Большое внимание уделено вопросам организации наблюдений, проведению пробоподготовки, устройствам и аппаратуре первичного анализа, а также методам и средствам мониторинга окружающей среды

Предназначены для студентов направления подготовки 05.04.06 «Экология и природопользование» профиль «Экологический мониторинг».

Научный редактор: *проф. М.А. Пашкевич*

Рецензент: к.т.н. *М.А. Солнышкова*, (ООО «СПб-Гипрошахт»)

© Санкт-Петербургский
горный университет, 2021

Введение

Успешные измерения

Все лаборатории стремятся к повышению точности и эффективности измерений. Эти цели остаются главными и неизменными независимо от того, какие измерительные приборы используются в лаборатории. В мире, где постоянно только изменчивость, достижение высокой точности измерений не может быть простой задачей. Неудача в достижении этой глобальной цели может иметь пагубные последствия, поскольку катятся в геометрической прогрессии. Одно некачественное измерение влияет не только на текущий, но и на все последующие результаты. И если страдает точность измерений, это отражается на общих результатах работы лаборатории и ее рентабельности: всю трудоемкую работу необходимо выполнить заново. В худшем случае ущерб могут понести и заказчики.

Движущие силы повышения точности и эффективности рабочего процесса

Для того чтобы обеспечить получение точных результатов, лаборант в первую очередь должен иметь четкое понимание основных методик измерений и принципов работы используемого оборудования. Это поможет ему определить потенциальные источники ошибок и избежать их. Более того, он сможет при необходимости модернизировать процедуры измерений и в конечном итоге повысить эффективность работы.

В современной лаборатории измерительные приборы должны «уметь работать в команде», чтобы обеспечить надежность и эффективность процесса оценки качества образцов.

Для того чтобы создать предпосылки к постоянному повышению точности измерений и эффективности рабочего процесса в любой лаборатории, необходимо обеспечить наличие следующих трех составляющих:

- 1) Обучение пользователей. Эффективное обучение пользователей, изо дня в день работающих с измерительными приборами, позволит им достичь глубокого понимания важной роли точности в рабочем процессе. Кроме того, благодаря полученным знаниям они

смогут обнаруживать и устранять потенциальные источники ошибок.

2) Периодическое техническое обслуживание. Периодическое техническое обслуживание всего лабораторного оборудования в соответствии с установленным графиком позволяет обеспечить его надежную и бесперебойную работу.

3) Безопасность процесса. Продуманное управление данными, автоматизация рабочего процесса и администрирование пользователей – необходимые условия обеспечения целостности и безопасности данных.

Хотя все три аспекта одинаково важны, в этом руководстве основное внимание уделено советам и рекомендациям, которые служат дополнением к профессиональному обучению на рабочем месте и позволяют операторам освоить тонкости различных методов измерений. Приведенная здесь информация не только поможет сократить количество ошибок, но и позволит понять, в каких случаях средства автоматизации способны обеспечить рост производительности.

Обзор принципов измерения

В этом руководстве рассмотрены следующие основополагающие методики измерения:

Взвешивание – важнейшее измерение в большинстве лабораторий, которое зачастую недооценивают. Это руководство поможет узнать о том, какие факторы негативно влияют на точность взвешивания и как можно устранить или свести к минимуму их воздействие.

Работа с пипетками – основа основ биотехнологических и исследовательских лабораторий. Несмотря на кажущуюся простоту процесса, приемы работы с жидкостями могут существенно различаться от оператора к оператору. Рекомендации, приведенные в этом руководстве, помогут устранить причины несогласованности и обеспечить стабильное повышение точности.

Измерение величины рН – важной для многих продуктов и процессов характеристики. Операторам будут полезны советы и рекомендации по работе с приборами и электродами, которые помогут получать корректные и достоверные результаты при каждом измерении рН.

Влагосодержание – критически важный показатель для многих продуктов и отраслей промышленности. Влагосодержание определяет практически все свойства продукта – от качества и характеристик до сроков хранения. В руководстве кратко описан принцип действия галогенного анализатора влажности и рассказано о том, как обеспечить точность и достоверность результатов анализа влагосодержания.

Титриметрический анализ – достоверность результатов обусловлена стабильностью и стехиометричностью реакции титрования, использованием общепринятых методик и надежного оборудования. Рекомендации, приведенные в руководстве, помогут операторам оптимизировать методики титриметрического анализа.

УФ/ВИД спектрофотометрия – повсеместно применяется в аналитической химии для количественного определения различных аналитов, таких как ионы металлов переходной группы, высокосоразнесенные органические соединения и биологические макромолекулы. Советы и рекомендации, приведенные в этом руководстве, помогут быстро получить точные результаты.

Плотность и показатель преломления – эти измерения позволяют получить важную информацию для контроля качества продукции. Оба метода измерения обеспечивают быстрое получение результатов, благодаря чему идеально подходят для выполнения повседневных анализов. Углубленное понимание принципов измерения и применение передовых методик поможет получить достоверные результаты анализов и обеспечить достижение целевых показателей качества продукции.

Температуры плавления, каплепадения, кипения, помутнения и промежуточная температура плавления – все эти параметры используются для характеристики материалов на основе общей методики измерения: нагревании образца до температуры, при которой происходят изменения, связанные с соответствующим фазовым переходом. Соблюдение представленных в руководстве рекомендаций по подготовке образцов и проведению измерений является необходимым условием получения точных результатов.

Термический анализ – этот термин объединяет ряд методик, позволяющих характеризовать изменение свойств материалов при заданных температурных и временных параметрах. Руководство

знакомит операторов с различными методиками термического анализа и системным подходом к разработке методов измерений.

Согласованное использование методов измерений

В современных лабораториях измерения зачастую выполняются параллельно: например, несколько анализаторов влажности или титраторов работают одновременно, при этом каждый из них используется для анализа образцов по одному из параметров. В результате согласованной работы различных приборов создается общая картина качества продукта. Для упрощения поиска данных и анализа динамики их изменения текущие результаты контроля качества можно использовать средства централизованного хранения информации.

В некоторых случаях несколько измерений выполняются на одном и том же образце или на однотипных образцах. Например, лаборатория может иметь отдельную автоматизированную систему для измерения удельной электропроводности, величины рН и щелочности воды либо несколько титраторов, объединенных для определения содержания никеля и гипофосфита в образцах растворов гальванического производства.

В этом случае также можно использовать ПО для централизованного хранения данных и представления их в удобном для анализа виде.

ВЗВЕШИВАНИЕ

Взвешивание в лаборатории

Взвешивание – одно из наиболее типичных измерений в лаборатории. Как правило, взвешивание осуществляется прямым или дифференциальным методом. Прямое взвешивание используется при подготовке образцов, стандартов, буферных растворов, реагентов и т. п. Дифференциальное взвешивание используется для определения разности масс образца до и после операции обработки. Типичная область применения – методы определения потери массы при высушивании.

Современные аналитические, технические и микровесы соответствуют практически любым требованиям пользователей. Достижения в микроэлектронике и ПО существенно упростили работу с весами и обеспечили возможность непосредственной интеграции весов в лабораторные рабочие процессы.

Принцип измерения

В электронных весах используется один из двух принципов измерения:

1. В приборах с высокой разрешающей способностью используется принцип электромагнитной компенсации. Коромысло весов удерживается в равновесии путем компенсации веса (массы) образца магнитной силой. Эта технология позволила достичь разрешения в 52 млн точек, что соответствует дискретности отсчета в 1 мкг при НПВ, равном 52 г.

2. Для взвешивания с меньшей разрешающей способностью используется технология тензодатчиков. Типичное разрешение в этом случае составляет 200 000 точек. Электрическое сопротивление тензодатчика изменяется пропорционально массе образца, помещенного на весы; такие датчики веса отличаются повышенной надежностью.

В обоих случаях исходные электрические сигналы датчиков подвергаются аппаратной и программной обработке для преобразования в единицы массы с требуемой дискретностью отсчета.

Советы и рекомендации по взвешиванию

Во-первых, для получения оптимальных результатов взвешивания необходимо правильно установить весы.

• Установите аналитические весы на прочном весовом столе, чтобы минимизировать воздействие вибрации. Показания весов не

должны меняться, когда кто-либо подходит к ним или опирается на весовой стол.

- Весы следует установить непосредственно над ножками стола, а не в центральной части столешницы, наиболее подверженной воздействию вибрации.

- Вблизи места установки весов не должно быть сильных сквозняков, решеток систем воздушного кондиционирования и вентиляции, дверей и проходов с интенсивным движением.

- Колебания температуры воздуха в помещении лаборатории должны быть сведены к минимуму. Во избежание неравномерного нагрева весы следует защитить от прямых солнечных лучей. Изменение температуры влияет на результат взвешивания. Типичная величина температурного дрейфа лежит в пределах 1–2 млн-1/°C. Температура окружающего воздуха должна находиться в пределах от –5 до 30 °C (рис. 1).



Рис. 1. Рекомендованный температурный диапазон для весов

- Используйте функции FACT и proFACT. Это полностью автоматические периодические и температурно-чувствительные процедуры внутренней калибровки, позволяющие свести к минимуму влияние факторов окружающей среды на результаты взвешивания. Аналитические весы МЕТТЛЕР ТОЛЕДО с поддержкой функции FACT или proFACT обеспечивают стабильно высокую точность взвешивания.

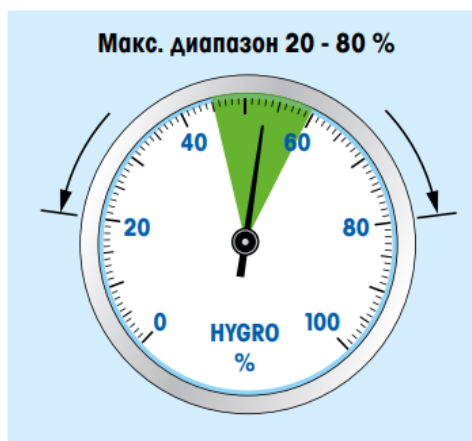


Рис. 2. Рекомендованная влажность воздуха

- Поддерживайте относительную влажность воздуха в помещении на уровне 45–60%. Не допускается использовать весы при относительной влажности воздуха менее 20 или более 80%.

Во-вторых, с помощью нескольких усовершенствований можно существенно повысить точность и производительность при выполнении операций взвешивания.



Рис. 3. Устройство ErgoClip для мерных колб на микровесах

- Дозируйте непосредственно в емкость для взвешивания. Установите емкость для взвешивания в удобное положение, чтобы упростить дозирование. Используйте специализированные держатели для различных видов емкостей и пробирок, позволяющие устанавливать емкости на весы в удобном для работы положении.

- Откажитесь от промежуточных контейнеров и листов кальки, чтобы исключить потери взвешиваемых материалов.

- Используйте воронки эргономичной конструкции, подходящие для работы с мерными колбами любого типа. Изготавливаются из химически стойкого пластика с легко моющейся гладкой поверхностью. Широкая приемная часть позволяет избежать потерь взвешиваемых материалов в процессе наполнения воронки. Использование воронок эргономичной конструкции способствует повышению точности взвешивания.



Рис. 4. Весовая лодочка-воронка SmartPrep

- Используйте функцию автоматического отображения пошаговых инструкций. ПО и другие аналогичные системы, которые обеспечивают возможность отображения пошаговых инструкций на дисплее весов в ходе всего процесса взвешивания. Кроме того, ПО сохраняет все данные для последующего анализа, архивации или

аудита и позволяет избежать ошибок, связанных с ручной записью результатов. ПО существенно ускоряет работу в лаборатории.

- Используйте SmartSample для оптимизации рабочего процесса – решение для безошибочного сопоставления образцов и результатов их взвешивания используются RFID-метки. RFID-модуль, подключаемый к аналитическим весам, записывает результат взвешивания образца в память RFID-метки, установленной на стакане для титрования. Возможно записать также идентификационные данные образца. Автосемплер считывает информацию, записанную на метке, и пересылает ее в титратор. Поскольку RFID-метки установлены непосредственно на стаканах для титрования, на автосемплере стаканы можно разместить в произвольном порядке, не рискуя перепутать образцы. Данное решение позволяет исключить ошибки, связанные с ручной регистрацией данных.



Рис. 5. Схема рабочего процесса с использованием SmartSample

РАБОТА С ПИПЕТКАМИ

Дозирование с помощью пипеток – это повсеместно используемый метод измерения и переноса малых объемов жидкостей (в диапазоне микро- и миллилитров) и, вероятно, то самое, чем чаще всего занят персонал исследовательских лабораторий. Также достаточно часто пипетки используют в лабораториях контроля качества. Способность быстро и точно дозировать жидкости с помощью пипеток – необходимое условие успешной работы в лаборатории. Современные пипетки и наконечники позволяют достичь высокой производительности и соответствующей экономии трудозатрат.

Принципы измерения

- *Пипетки с воздушным вытеснением*

Пипетки с воздушным вытеснением – это идеальный инструмент для эффективного дозирования малых объемов жидкостей. Эти пипетки обладают множеством преимуществ и используются при выполнении большей части операций в лабораториях. Для того чтобы набрать жидкость в наконечник пипетки, его погружают в образец и отпускают кнопку поршня. Когда поршень пипетки движется вверх, под ним создается частичный вакуум, под действием которого в наконечник всасывается соответствующий объем жидкости.

- *Пипетки позитивного вытеснения*

Пипетки позитивного вытеснения также часто встречаются в лабораторном инструментарии. В таких пипетках частичный вакуум в заданном объеме создается с помощью сменного поршня и капилляра. Поршень непосредственно контактирует с дозируемой жидкостью. Когда поршень движется вверх, жидкость всасывается в капилляр.



Рис. 6. Пипетки воздушного и позитивного вытеснения

Пипетки позитивного вытеснения рекомендуется использовать для работы с водными, вязкими, плотными, летучими и агрессивными растворами. Во избежание взаимного загрязнения образцов в пипетках прямого вытеснения используют одноразовые поршни и капилляры.

Советы и рекомендации по работе с пипетками

- *Отбор образца под правильным углом*

В процессе отбора наконечник пипетки должен быть погружен в жидкость под углом 90° к ее поверхности; отклонение от вертикали более чем на 20° недопустимо. В случае превышения указанного отклонения набранный объем жидкости может оказаться больше требуемого, что приведет к увеличению погрешности. Например, при отклонении пипетки от вертикали на 30° превышение набранного объема жидкости относительно заданного значения может достигать 0.7%.

- *Постоянный ритм дозирования*

Поддерживайте постоянный ритм работы в процессе дозирования всех образцов. Работайте не торопясь, выполняя все операции цикла дозирования в одном и том же ритме.

- *Плавное движение поршня*

Нажимайте и отпускайте поршень плавно и с постоянной скоростью. Резкое всасывание жидкости может привести к образованию пузырьков, брызг, аэрозолей, а также к загрязнению ствола и поршня пипетки.

- *Пипетки большого объема*

При работе с пипеткой большого объема – от 1 мл и более – после отбора дозы оставьте наконечник погруженным в жидкость еще приблизительно на 1 с. Это поможет полностью набрать заданный объем жидкости. Когда набор заданного объема будет полностью завершен, извлеките наконечник из жидкости.

- *Промойте новый наконечник не менее двух раз*

После выдачи дозы из наконечника на нем остается тонкая пленка жидкости, в результате чего объем выданной дозы оказывается немного меньше требуемого. Каждый раз после установки нового наконечника рекомендуется не менее двух раз промыть его дозируемой жидкостью, чтобы компенсировать эту погрешность. В микролитровых пипетках предварительная промывка помогает так-

же нейтрализовать капиллярные эффекты, а в пипетках большого объема – уравнивать температуру наконечника и образца.

- *Предварительная промывка – исключения*

Предварительная промывка может отрицательно повлиять на результаты при дозировании очень теплых или холодных растворов. Не рекомендуется производить предварительную промывку при дозировании холодных растворов, например, набираемых из ледяной бани, или растворов с температурой выше 37°C, поскольку дополнительная погрешность в этом случае может достигать 5%.

- *Тепловое равновесие*

Температура дозируемых образцов влияет на точность работы пипеток. Для холодных жидкостей наблюдается тенденция к завышению дозируемого объема, а для теплых – к занижению. В общем случае перед началом дозирования рекомендуется выдержать пипетки и жидкости при одной и той же температуре для достижения теплового равновесия.

- *Нагрев пипетки от руки оператора*

При длительной работе с пипеткой воздух внутри нее будет расширяться вследствие нагрева от руки оператора. Это приведет к увеличению погрешности дозирования.

— Не держите пипетку в руке в промежутках между циклами дозирования.

— После завершения цикла дозирования всегда возвращайте пипетку на держатель или стойку.

— Используйте пипетки, изготовленные из высококачественного ПВДФ – полимера с низкой теплопроводностью.

- *Используйте правильную технику дозирования*

Можно добиться высочайшей точности и воспроизводимости результатов от образца к образцу, если следить за тем, чтобы при дозировании последняя капля жидкости не оставалась на наконечнике.

Количество жидкости, остающейся в наконечнике, будет минимальным, если при выдаче дозы из пипетки острие наконечника касается стенки приемной емкости. Извлекая пипетку из приемной емкости, проведите острием наконечника по ее стенке, чтобы последняя капля вышла из отверстия наконечника. Такая техника позволяет снизить погрешность дозирования на 1% и более.

• *Какую пипетку выбрать – с воздушным или позитивным вытеснением?*

Одноразовые капилляры и поршни пипеток позитивного вытеснения дороже сменных наконечников пипеток воздушного вытеснения. Поэтому рекомендуется использовать пипетки с воздушным вытеснением во всех случаях, когда они не уступают по точности и воспроизводимости.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЕЛИЧИНЫ pH И УДЕЛЬНОЙ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ

Принцип измерения pH и важность этого параметра

Величина pH служит индикатором концентрации и активности кислот или оснований в образце. Растворы, у которых величина pH менее 7, являются кислыми. Если величина pH раствора превышает 7, этот раствор называют основным (или щелочным). Если величина pH равна 7.0, говорят, что раствор имеет нейтральную реакцию.

Величину pH измеряют по множеству различных причин, включая следующие:

- чтобы производить продукты с заданными свойствами – свойства конечного продукта, например вид или вкус, могут кардинально меняться в зависимости от величины pH;
- для снижения производственных затрат – величина pH может существенно влиять на выход продукции;
- для выполнения нормативных требований;
- для исследований и разработок.

По определению величина pH связана с концентрацией ионов гидроксония H_3O^+ , которые образуются при растворении в воде различных кислот, таких как серная, азотная, лимонная или уксусная.

Для определения величины pH требуется измерительный прибор с соответствующим датчиком. Измерительный прибор, по существу, представляет собой вольтметр. Диапазон измерения, как правило, лежит в пределах от -2000 до $+2000$ мВ при разрешении в 0.1 мВ.

Датчик состоит из двух частей: pH-чувствительного электрода и электрода сравнения. В большинстве случаев оба эти электрода конструктивно объединены в одном датчике, который обычно называют pH-электродом. pH-электрод измеряет электрический потенциал, величина которого зависит от концентрации ионов гидроксония. Соотношение между измеренной величиной pH и концентрацией описывается уравнением Нернста. Чувствительный элемент pH-электрода представляет собой стеклянную мембрану, изготовленную из специально разработанного pH-чувствительного стекла.

Принцип измерения удельной электропроводности и важность этого параметра

Удельную электропроводность измеряют на практике уже более ста лет, но и сегодня это по-прежнему важный и широко используемый аналитический параметр. Высокая надежность, чувствительность, быстрый отклик и относительно низкая стоимость оборудования делают измерение удельной электропроводности ценным и удобным в использовании способом контроля качества.

Электропроводность представляет собой обобщенный неизбирательный показатель, характеризующий присутствие в воде растворенных веществ (солей, кислот, оснований и некоторых органических соединений). Другими словами, этот метод не позволяет дифференцировать различные виды ионов в растворе. Результат измерения пропорционален суммарному воздействию всех ионов в образце. Это позволяет с успехом использовать измерение удельной электропроводности для контроля и анализа качества воды различного назначения (чистой, питьевой, природной, технологической воды и т. д.) и других растворителей. Это метод используют также для определения концентраций электропроводных реагентов.

В принципе, ячейка измерения электропроводности состоит из двух электродов, называемых полюсами, на которые подано электрическое напряжение. Измеритель измеряет протекающий ток и рассчитывает величину удельной электропроводности (рис. 7).

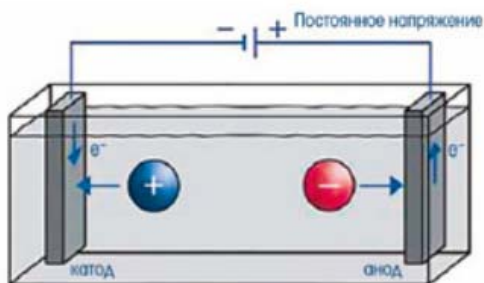


Рис. 7. Схематическое изображение ячейки измерения удельной электропроводности

Советы и рекомендации по измерению рН и удельной электропроводности

1. рН-метры и кондуктометры

Каждый изготовитель, как правило, предлагает ряд моделей, позволяющих удовлетворить потребности всех пользователей. На рынке представлены приборы базового уровня для выполнения повседневных измерений и профессиональные модели с цветными сенсорными дисплеями, высокой разрешающей способностью, большим объемом памяти и обширным набором функций.

- Если результаты измерения рН и УЭП должны поступать в систему управления производственным процессом или информационную систему предприятия, рекомендуется использовать приборы с автоматической передачей данных, которые позволяют избежать ошибок, связанных с ручной записью, повысить безопасность данных и эффективность работы. Оптимальным выбором в таких случаях будут приборы, оснащенные соответствующими интерфейсами (Ethernet, USB или RS232) и ПО.

- Для менее сложных задач наиболее подходящим решением может стать прибор с возможностью подключения принтера.

- Если измерение рН и УЭП требуется производить в различных точках вне лаборатории, рекомендуется выбрать портативный прибор. Портативные приборы имеют соответствующую степень пылевлагозащиты и память для сохранения и последующего считывания результатов измерений.

2. рН-электроды

Пользователь может также выбрать наиболее подходящий электрод из множества предлагаемых моделей. Электроды различаются по форме стеклянной мембраны (сферическая, плоская, заостренная и т. д.), материалу корпуса (стекло, ПЭЭК, полисульфон) и типу жидкостного соединения.

• Мембрана

- Среди универсальных электродов наиболее распространены модели с мембранами цилиндрической или сферической формы.

- Электроды с плоской мембраной применяются для измерения величины рН на поверхностях, например, кожи или бумаги.

- Прокалывающий электрод (заостренный) используется для измерений в твердых или полутвердых образцах, таких как сыр, мясо или тесто.

- Микроэлектроды предназначены для измерения рН в реакционных пробирках и других малообъемных емкостях.

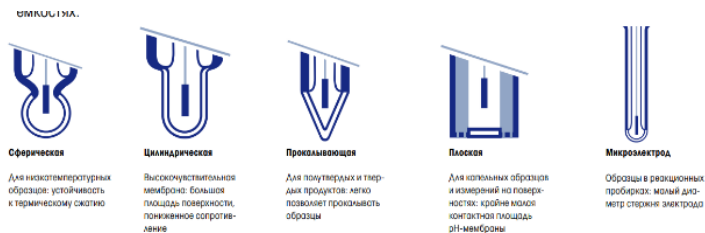


Рис. 8. pH-мембраны различной формы

- *Материал корпуса*

— Корпуса, изготовленные из таких полимеров, как ПЭЭК и полисульфон, отличаются высокой стойкостью к механическим ударам и превращают электроды в «неразбиваемые» датчики. Поэтому электроды в полимерных корпусах рекомендуется использовать в жестких условиях эксплуатации.

- *Тип жидкостного соединения*

Еще один момент, на который следует обратить внимание, — это тип жидкостного соединения. Жидкостное соединение играет роль электролитического мостика между pH-чувствительным электродом и электродом сравнения. Благодаря наличию жидкостного соединения электролит вытекает в образец и обеспечивает замыкание электрической цепи.

— В большинстве случаев функции соединения, которое в этом случае называют также диафрагмой, выполняет керамическая фритта или аналогичный по свойствам материал. Такие датчики пригодны для измерений в самых различных водных растворах.

— Недостатком является то, что частицы образца, например нерастворимые компоненты или белки, вступающие в реакцию с вытекающим электролитом, могут забивать поры фритты.

— Этому недостатка лишены так называемые открытые соединения или соединения с подвижной муфтой. Соединения этого типа легко поддерживать в чистом состоянии.

3. Датчики электропроводности

Выбор подходящего датчика электропроводности играет решающую роль в получении точных и достоверных результатов измерений. В следующих параграфах приведена важная информация, которую следует учитывать при выборе датчика электропроводности. В таблице 1 указаны общие характеристики датчиков.

Таблица 1.

Датчики электропроводности

		Конфигурация	Константа ячейки	Диапазон измерения	Наименование датчика
Универсальные		4 платиновых электрода стеклянный корпус	0.80 см ⁻¹	0.01-500 мСм/см	InLab 710
		4 графитовых электрода эпоксидный корпус	0.57 см ⁻¹	0.01-1000 мСм/см	InLab 731 InLab 738
Специальные	Чистая вода и высокая точность	2 титановых электрода титановый корпус	0.01 см ⁻¹	0.0001-1000 мкСм/см	InLab Trace
		2 стальных электрода стальной корпус	0.105 см ⁻¹	0.001-500 мкСм/см	InLab 741 InLab 742
		2 платиновых электрода стеклянный корпус	0.06 см ⁻¹	0.1-500 мкСм/см	InLab 720
	Микро	2 платиновых электрода стеклянный корпус	1.0 см ⁻¹	0.01-100 мСм/см	InLab 751-4 мм
		2 платиновых электрода стеклянный корпус	1.0 см ⁻¹	0.01-112 мСм/см	InLab 752-6 мм
Биостанол	2 платиновых электрода стеклянный корпус	0.1 см ⁻¹	0.1-500 мкСм/см	InLab 725	

- *Химическая стойкость*

Основное требование сводится к тому, что измеряемые образцы не должны вступать в химические реакции с материалами конструкции датчика. Для химически активных образцов лучшим выбором в большинстве случаев будут стекло и платина, поскольку они обладают максимальной химической стойкостью среди всех используемых конструкционных материалов. Для внелабораторных, а также для многих лабораторных областей применения зачастую важнее механическая прочность датчика. Широкое распространение получили датчики с корпусами из эпоксидного полимера и графитовыми электродами благодаря своей исключительной долговечности и хорошей химостойкости. Для низкорреакционных растворов и органических растворителей хорошей альтернативой могут стать датчики с электродами из нержавеющей стали или титана.

- *Постоянная измерительной ячейки*

Следующие моменты, на которые следует обратить внимание при выборе датчика, – это его конструкция и величина постоянной измерительной ячейки. Постоянную измерительной ячейки выбирают в зависимости от электропроводности измеряемых образцов. Чем ниже ожидаемое значение электропроводности образцов, тем меньше должна быть постоянная измерительной ячейки датчика. На рис. 7 представлен ряд образцов и указаны рекомендуемые диапазоны значений постоянной измерительной ячейки датчиков, подходящих для измерения этих образцов. Для того чтобы сделать выбор между двух- и четырехконтактным датчиком, воспользуйтесь следующим упрощенным правилом: для измерений в образцах с низкой электропроводностью следует использовать двухконтактный датчик. Для образцов с умеренной и высокой электропроводностью желательно использовать четырехконтактный датчик, особенно если измерения выполняются в широком диапазоне электропроводности.

- *Нормы и стандарты*

В некоторых случаях требования к датчикам электропроводности регламентируются нормами или стандартами. Если измерения удельной электропроводности выполняются в соответствии с каким-либо стандартом, то используемый датчик должен полностью удовлетворять требованиям этого стандарта.

4. Интеллектуальное управление датчиками

Технология ISM (Intelligent Sensor Management – интеллектуальное управление датчиками) обеспечивает возможность хранения идентификационной информации и данных калибровки непосредственно в памяти датчика. Благодаря этому можно быстро переключить электрод с одного измерителя на другой. С другой стороны, если в методе измерения «прописан» электрод определенного типа, этот метод не будет работать ни с каким другим электродом, что позволит избежать ошибок.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАГОСОДЕРЖАНИЯ

Влагосодержание

Влагосодержание влияет на эффективность обработки, сроки хранения и качество многих продуктов, включая фармацевтические субстанции, продукты питания и полимеры. Большинство материалов характеризуется оптимальным влагосодержанием, при котором достигается максимальное качество и высокая эффективность обработки. Кроме того, влагосодержание может влиять на цену продукта, что влечет за собой установление норм (в национальной фармакопее или санитарном законодательстве) на допустимое влагосодержание для определенных категорий продуктов.

Принцип измерения

Метод определения влагосодержания должен обеспечивать достоверность результатов и высокую скорость измерения, позволяющую быстро корректировать параметры производственного процесса. Один из типовых методов определения влагосодержания – использование анализатора влажности, предпочтительно с галогенным нагревателем, позволяющим быстро получать точные и воспроизводимые результаты. Влаго-анализатор непрерывно регистрирует потерю массы образца и прекращает сушку при достижении заданного критерия. Исходное влагосодержание автоматически рассчитывается по величине потери массы.

Метод измерения состоит из двух частей: программы нагрева образца и проверки выполнения критерия выключения.

• *Нагрев образца*

Принципиальное значение для скорости и воспроизводимости измерений влагосодержания имеют тип и форма нагревателя (излучателя). Галогенная лампа очень быстро достигает максимума тепловой мощности по сравнению с обычными инфракрасными лампами. Кроме того, излучатель кольцевой формы обеспечивает равномерный нагрев всей поверхности чашки с образцом.

• *Критерий выключения*

Критерий выключения определяет точку автоматического завершения измерения, при достижении которой на дисплее прибора появится результат. Галогенные анализаторы влажности позволяют использовать два критерия выключения: по времени нагрева и по скорости потери массы. В последнем случае процесс сушки прекращается после того, как потеря массы (g) в течение определенного

интервала времени (t) упадет ниже заданного значения. В первом случае выключение нагревателя и анализ результата выполняются по истечении заданной продолжительности сушки.

Советы и рекомендации по определению влагосодержания

Для достижения высокой точности результатов в ходе повседневных измерений следует соблюдать приведенные ниже рекомендации:

1) Содержите в чистоте внутренние поверхности анализатора (очищайте с помощью кисточки).

2) Тщательно очищайте датчик температуры и защитное стекло на модуле нагревателя (указания по очистке см. в руководстве по эксплуатации прибора).

3) При определении влагосодержания используйте только чистые чашки для образцов.

— Использование одноразовых алюминиевых чашек позволяет исключить ошибки, связанные с остатками предыдущих образцов или чистящих средств, и гарантирует высокую достоверность результатов.



Рис. 9. Очистка анализатора влажности

4) Не используйте деформированные чашки.

5) Частицы образца должны быть однородными по размерам.

6) При необходимости измельчите образец, чтобы увеличить площадь его поверхности. Это будет способствовать более полному и быстрому высвобождению влаги в процессе сушки (ускорится диффузия молекул воды к поверхности).

- Образец не должен нагреваться в процессе подготовки, поскольку это приведет к неучтенной потере влаги.

7) Правильно выбирайте массу образца. На массу образца оказывают влияние следующие факторы:

- Содержание влаги в образце;
- В большинстве случаев рекомендуется использовать образцы массой 3–5 г. В то же время при влажности менее 0.5% следует использовать образцы массой 20–30 г;
- Однородность консистенции.

Для материала с неоднородной консистенцией увеличение массы образца поможет точнее определить среднее значение влажности для всей партии.

- Разрешающая способность и наименьший предел взвешивания весов анализатора;
- Тип образца (жидкость, пастообразное, твердое или порошкообразное вещество).

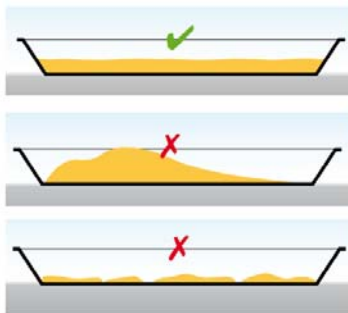


Рис. 10. Распределение образца по поверхности чашки

8) Для достижения хорошей сходимости всегда используйте образцы одной и той же массы.

9) Равномерно распределяйте образец по поверхности чашки (не допускайте образования «горок»).

10) Температура: следуйте одной из приведенных ниже рекомендаций.

- Используйте температуру, указанную в стандартных рабочих процедурах для исследуемого образца.

- Используйте ту же температуру, что и для других близких по свойствам образцов.

- Используйте ту же температуру, что и в стандартном методе сушки в печи.

- Используйте для термочувствительных образцов температуру 105 °С, для прочих образцов – 150 °С.

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Весы, бюретка, подходящая химическая реакция и индикатор – вот и все, что нужно для решения многих задач количественного анализа. Используемый аналитический метод называется титрованием или титриметрическим анализом (титриметрией). Уже сотни лет титриметрический анализ применяют для определения содержания многочисленных соединений в образцах различного типа. Определяемые соединения включают кислоты, щелочи, соли и ионы металлов. Спектр анализируемых образцов простирается от фармацевтических субстанций, продуктов питания, напитков, воды, химических реагентов и продуктов нефтехимии до растворов гальванического производства и смазочных материалов. По существу, во многих случаях это основной метод количественного химического анализа.

До изобретения электродов определение конечной точки титрования производилось с помощью цветных индикаторов. Сегодня автоматические титраторы, разнообразные датчики и принадлежности для работы с образцами позволяют быстро, надежно и в автоматическом режиме выполнять титриметрические анализы, обеспечивая повышение эффективности работы и точности результатов.

Принцип измерения

Перед титрованием часть образца, содержащую определяемое вещество (аналит), растворяют в подходящем растворителе – во многих случаях это деионизированная вода. Другое химическое соединение с известной концентрацией – титрант – добавляют в контролируемом объеме в аналит до тех пор, пока он полностью не прореагирует. Зная расход и концентрацию титранта, а также массу образца, использованного в анализе, можно рассчитать содержание аналита в образце.

В автоматических титраторах определенная последовательность операций (цикл титрования) выполняется до момента завершения титрования. Независимо от марки и модели, во всех титраторах используется, по существу, одна и та же последовательность.

Советы и рекомендации по титриметрическому анализу

А – Бюретка

- Используйте бюретку соответствующего объема. В идеальном случае расход титранта при завершении титрования должен составлять 20–80% от номинальной емкости бюретки.

- При первой заправке новой бюретки тщательно промойте ее титрантом, чтобы исключить образование пустот.

- Следите за тем, чтобы в титранте не было воздушных пузырьков; в противном случае может потребоваться дегазация титранта. Если в стеклянном цилиндре по-прежнему остаются пузырьки воздуха, полностью опорожните бюретку и снова заполните ее.

- Периодически промывайте бюретку. После завершения очистки ополосните ее деионизированной водой.

- Уплотнения поршня требуют осторожного обращения. Царапины или повреждения уплотнений могут стать причиной протечек.

- Храните бюретки с аккуратностью. Перед длительным хранением полностью опорожните бюретку и обе трубки и тщательно промойте их деионизированной водой.

В – Стакан для титрования

- Используйте только чистые стаканы для титрования.

- Установите скорость вращения мешалки таким образом, чтобы перемешивание производилось энергично, но без расплескивания и образования воронок. Если образец реагирует с окружающим воздухом или реакция титрования протекает очень медленно, используйте только легкое перемешивание.

- Задайте достаточную продолжительность перемешивания. Образец должен полностью раствориться до начала титрования.

- Тщательно промывайте мешалку и электрод после титрования каждого образца, чтобы исключить загрязнение последующих образцов. При необходимости введите в цикл операцию кондиционирования (длительностью 30–60 с в соответствующем растворителе).

Д – Автоматический титратор

- Используйте функции управления пользователями для исключения возможности использования титратора неквалифицированным персоналом. Пользователи смогут выполнять только назначенные им задания.

- Разрабатываемые методы должны упрощать выполнение заданий, исключать возможность ошибок и обеспечивать повышение воспроизводимости.

- Перед утверждением стандартных рабочих процедур метода следует провести ряд пробных измерений с контрольными образцами.

- Определите, какие данные необходимо сохранять (таблицу измеренных значений, результаты, данные оборудования и т. п.). Остальные данные удалите. При необходимости выведите данные на печать. Желательно хранить данные в электронном виде в базе данных лаборатории.

УФ/ВИД СПЕКТРОСКОПИЯ

УФ/ВИД спектроскопия

УФ/ВИД спектроскопия – это очень простой, быстрый, недорогой и потому исключительно популярный метод исследования, используемый в аналитических лабораториях. В процессе измерения определяется степень поглощения или пропускания света химическим веществом в ультрафиолетовой и видимой частях спектра. По длине волны и интенсивности поглощения света образцом можно сделать выводы о его свойствах, например, идентифицировать вещество, определить его концентрацию или степень чистоты.

Принцип измерения

УФ/ВИД спектрофотометр измеряет интенсивность света, прошедшего через образец. Основные элементы УФ/ВИД-спектрофотометра – это источник света, держатель образца, диспергирующее устройство, позволяющее выделять монохроматическое излучение с определенной длиной волны (например, монохроматор), и фотоприемник. В конструкции УФ/ВИД-спектрофотометров используются долговечные импульсные ксеноновые лампы и современные светочувствительные матрицы, позволяющие исключительно быстро, с высокой точностью и повторяемостью получать полные развертки исследуемой части спектра.

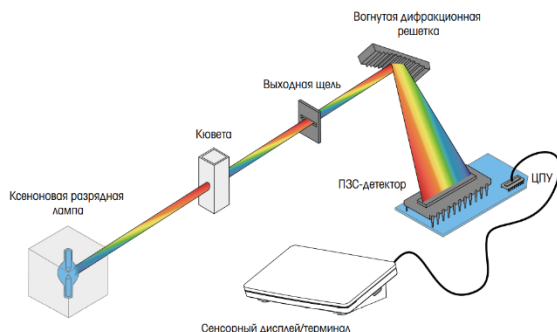


Рис. 11. Устройство матричного спектрофотометра

Коэффициент пропускания образца для каждой длины волны рассчитывается как отношение интенсивностей света, прошедших через кювету с образцом (I) и кювету с эталонным веществом либо

пустую кювету (I_0). Коэффициент пропускания T часто выражают в %.

$$T = \frac{I}{I_0} \quad (1)$$

Во многих случаях удобнее работать с величиной оптической плотности, которая представляет собой отрицательный десятичный логарифм коэффициента пропускания.

$$A = -\log(T) \quad (2)$$

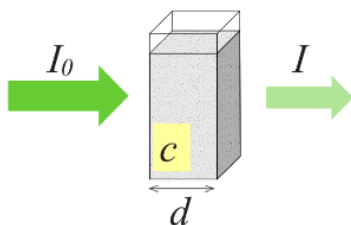


Рис. 12. Переменные, которые связывают закон Бугера – Ламберта – Бэра

Согласно закону Бугера – Ламберта – Бэра, оптическая плотность образца прямо пропорциональна его концентрации (c), длине оптического пути кюветы (d) и коэффициенту поглощения (ϵ):

$$A = \epsilon \cdot c \cdot d \quad (3)$$

Закон Бугера – Ламберта – Бэра занимает центральное положение во многих методах определения концентрации растворов. Помимо количественного анализа, УФ/ВИД спектроскопия применяется также и для качественного анализа. Поскольку различные молекулы поглощают свет с определенными длинами волн, УФ/ВИД спектр можно использовать как для идентификации вещества, так и для его количественного определения.

Измерение микрообразцов

Измерения микрообразцов идеально подходят и широко используются для биологических исследований малообъемных и высококонцентрированных образцов. Уменьшение длины оптического пути позволяет измерять более высокие значения концентраций, не выходя за пределы линейного диапазона оптических плотностей. Тем самым исключаются трудоемкие операции разбавления образ-

цов, зачастую приводящие к ошибкам. Образец помещают непосредственно на измерительную площадку – кювета не требуется.

Для выполнения измерения достаточно образца объемом 1 мкл.

В спектрофотометре для микрообразцов используется технология LockPath, которая позволяет производить высокоточные измерения образцов растворов при двух различных длинах оптического пути, выдерживаемых с исключительной точностью. Переключение длин оптического пути с 1 на 0,1 мм производится автоматически. Это позволяет перекрыть широкий диапазон концентраций за одно измерение.

Советы и рекомендации по УФ/ВИД спектроскопии

• Работа с кюветой

- Длина оптического пути: согласно закону Бугера – Ламберта – Бэра, оптическая плотность прямо пропорциональна длине оптического пути кюветы и концентрации образца. Выбор оптимальной длины пути (в диапазоне 2 мм–5 см) позволяет избежать необходимости разбавления образцов. Наиболее точные результаты дает измерение оптической плотности в диапазоне длин волн 0,2–1,5 А. Для высококонцентрированных образцов идеально подходит прибор для микрообразцов (длина оптического пути 1 или 0,1 мм).

- Диапазон пропускания: для всех УФ/ВИД анализов рекомендуется использовать прецизионные кюветы из плавленого кварца (сорт QS). Для анализов в видимой части спектра (> 400 нм) часто используют одноразовые кюветы из полиметилметакрилата или полистирола.

- Установка: кювету следует устанавливать в прибор таким образом, чтобы луч света попадал на ее прозрачную грань; кювета с образцом и контрольная кювета при установке в прибор должны быть обращены маркировкой в одну и ту же сторону.

- Работа с кюветами: следите за тем, чтобы на кюветах не оставались отпечатки пальцев. Кюветы следует удерживать только за непрозрачные грани.

- Очистка: для тщательной очистки внутренних и наружных поверхностей кювет используйте 60-процентный водный раствор изопропанола и безворсовые салфетки для чистки оптики.

- Наполнение: не следует использовать для наполнения кювет стеклянные пастеровские пипетки – они могут оставлять цара-

пины на оптических поверхностях. Рекомендуется использовать пипетки с одноразовыми пластиковыми наконечниками.

- *Выбор растворителя*

- Диапазон пропускания: растворитель должен быть оптически прозрачным в исследуемом диапазоне длин волн.

Таблица 2

Наиболее распространенные растворители и соответствующие длины волн среза (нижние границы диапазонов длин волн, в пределах которых можно использовать эти растворители)

Растворитель	Чистая вода	Гексан	Этанол	Метанол	Диметил-сульфоксид	Ацетон
λ среза	<197	199	207	210	270	331

- Концентрация: отрегулируйте концентрацию образца для получения оптимальной оптической плотности (см. выше рекомендации по выбору длины оптического пути).

- Побочные реакции: примите меры, чтобы исключить побочные реакции между аналитом и растворителем, которые могут исказить исследуемый спектр. Полярные растворители (вода, кетоны, спирты и т. д.), используемые для растворения полярных образцов, могут влиять на электронные связи в хромофорах, в результате чего ухудшается спектральная разрешающая способность.

- *Поправка холостого измерения*

- Используйте свежий растворитель. Для холостого измерения необходимо использовать тот же свежий растворитель, что и для растворения образца.

- Автоматизация. Податчики кювет позволяют автоматически производить холостое измерение перед каждым образцом, что обеспечивает повышение надежности и эффективности процесса.

- Поправка на фон. Поправка на фон производится путем вычитания величины оптической плотности, измеренной, как правило, в той области спектра, где отсутствует поглощение у аналита, из величины оптической плотности, измеренной на исследуемой длине волны. В качестве примера можно привести прямые измерения ДНК и белков в УФ части спектра, где поправка на фон обычно вводится на длинах волн 320 или 340 нм, поскольку указанные молекулы не поглощают свет в этом диапазоне длин волн. Таким образом, измерение фона и введение поправки позволяет устранить возможные помехи, обусловленные рассеянием света на посторонних частицах, воздушных пузырьках или выпадающем осадке.

• *Влияние величины рН, температуры и окружающего воздуха*

- рН. Величина рН может оказывать существенное влияние на спектр поглощения, если сопряженная кислота или основание имеет другую окраску (индикаторы рН фенолфталеин, метиловый красный/оранжевый и т. д.). При обнаружении зависимости спектра поглощения исследуемого образца от величины рН следует использовать буферный раствор для выполнения холостых измерений.

- Температура. Кажущаяся оптическая плотность растворителей, главным образом органических, может меняться в результате теплового расширения. Если образцы или растворители демонстрируют сильную температурную зависимость кажущейся оптической плотности, следует использовать термостатированный держатель образца.

- Крышка. Для того, чтобы свести к минимуму испарение растворителя или поглощение влаги из окружающего воздуха при измерении гидрофильных образцов, следует закрывать кювету комплектной крышкой.

• *Измерения микрообразцов*

- Очистка. Для достижения точных и повторяемых результатов оптические элементы отделения для микрообразца – окно на нижней половине и зеркало на верхней – необходимо постоянно поддерживать в абсолютно чистом состоянии. Перед холостым измерением в начале серии измерений или после завершения серии дважды промойте оптическое окно и зеркало дистиллированной водой. Это позволит избежать загрязнения новых образцов остатками предыдущего образца. Очистку кювет следует производить с помощью салфеток для чистки оптики, смоченных дистиллированной водой, изопропиловым/этиловым спиртом аналитической чистоты или специальным чистящим средством.

- Техника работы с пипетками. Помещайте образец в отделение для микрообразца плавным движением, чтобы не допустить образования воздушных пузырьков. Образец должен заполнить все пространство между верхней и нижней частями измерительной площадки. Для того чтобы образец пришел в соприкосновение с зеркалом, он должен образовать каплю сферической формы. При необходимости очистите поверхность водой.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ

Плотность

Плотность (или относительная плотность) — это характеристическое свойство вещества. Следовательно, его можно использовать для идентификации различных материалов. Плотность жидкостей и твердых тел зависит от температуры. На плотность газообразных тел влияет также давление.

Плотность растворов зависит от концентрации растворенных соединений. После соответствующей калибровки измеренные значения плотности можно использовать для оценки концентрации соединения в растворе. Этот метод применяется, например, в отношении таких веществ, как сахар (градусы Брикса), спирт и соль. В то же время строгая корреляция между плотностью и концентрацией существует только для двухкомпонентных смесей – одного вещества и одного растворителя.

Принцип измерения и приборы для определения плотности

Принцип действия современных плотномеров основан на определении частоты колебаний U-образной трубки. Частота колебаний трубки зависит от ее массы, в данном случае – от массы ее содержимого. Образец (несколько миллилитров) с помощью шприца или автосемплера вводят в измерительную ячейку плотномера. Измерение выполняется за 2–3 минуты, никакие вспомогательные реагенты не требуются, а образец можно использовать повторно.

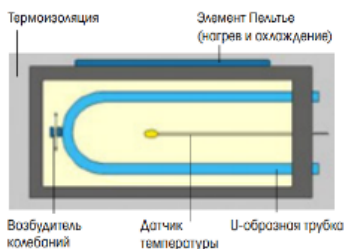


Рис. 13. Устройство ячейки измерения плотности

Промывку и сушку U-образной трубки перед каждым измерением можно автоматизировать. Это повышает достоверность результатов и скорость измерений.

Поскольку плотность зависит от температуры, в современных плотномерах используется активное термостатирование измерительной ячейки, а результаты измерения плотности приводятся к 20 °С или к другой заданной температуре.

Советы и рекомендации по измерению плотности

• Ввод образцов

Следите за правильностью заполнения измерительной ячейки. Образец должен полностью заполнить ячейку. В противном случае из ячейки не будут удалены остатки предыдущего образца, что может привести к ошибочным результатам измерения. Для того чтобы новый образец полностью вытолкнул остатки предыдущего образца и занял весь объем измерительной ячейки, он должен заполнить также не менее 10 см выходной трубки, как показано на рис. 14.



Рис. 14. Заполнение ячейки измерения плотности.

Слева – неправильно, справа – правильно

Заполнение измерительной ячейки следует производить с небольшой скоростью в ламинарном режиме (5–10 см/с), чтобы обеспечить полное смачивание стенок ячейки (чтобы на них не осталось воздушных пузырьков). Следите за тем, чтобы в шприце также не оставались пузырьки воздуха. При вводе образца поршень шприца должен двигаться медленно и без остановок.

При ручном вводе образцов с помощью шприца результат всегда зависит от индивидуальных особенностей оператора, что означает высокую вероятность ошибок. Автоматическая система обеспечивает заполнение измерительной ячейки с оптимальной скоростью и высокой воспроизводимостью независимо от индивидуальных отличий операторов и образцов.

• Пузырьки воздуха

После заполнения измерительной ячейки убедитесь, что в ней не осталось воздушных пузырьков. Пузырьки воздуха – причина ошибочных результатов измерения. Даже мельчайшие пузырьки воздуха могут приводить к большим ошибкам в определении плотности.

Таблица 3

Погрешности измерения, обусловленные воздушными пузырьками

Диаметр воздушного пузырька, мм	Максимальная ошибка измерения, г/см ³
2	0,000838
1	0,000052
0,5	0,000003

• *Очистка*

Очистку ячейки измерения плотности выполняют путем промывки. После промывки ячейку необходимо просушить. Перед промывкой следует удалить исследуемый образец из ячейки и соединительных трубок. В следующей таблице указаны пары растворителей, которые рекомендуется использовать для промывки после измерения образцов различного типа.

Таблица 4

Рекомендуемые растворители для промывки

Образец	Растворитель 1	Растворитель 2
Водный раствор	Вода	Ацетон или этанол (х. ч.)
Кислоты	Вода в больших количествах	Ацетон или этанол (х. ч.)
Жиры и масла	Deconex® (водный раствор 0,3 – 0,5%)	Ацетон или этанол (х. ч.)
Нефтепродукты	Толуол или петролейный эфир	При температуре > 30°C: гексан или аналог. При комнатной температуре: низкокипящий петролейный эфир или ацетон
Концентрированный раствор сахара/сироп	Вода (тщательная промывка водой во избежание полимеризации при последующей промывке ацетоном)	Ацетон (х. ч.)

ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЯ ПРЕЛОМЛЕНИЯ

Показатель преломления

Показатель преломления – это числовая характеристика физического свойства жидкостей. Следовательно, его можно использовать для идентификации различных жидкостей – растворителей, масел и т. п.

Показатель преломления растворов зависит от концентрации растворенных соединений. После соответствующей калибровки измеренные значения показателя преломления можно использовать для оценки концентрации, например, сахара (градусы Брикса), алкоголя и соли. В то же время строгая корреляция между показателем преломления и концентрацией существует только для двухкомпонентных смесей – одного вещества и одного растворителя.

Принцип измерения и приборы для определения показателя преломления

Показатель преломления зависит от температуры (с ростом температуры уменьшается). Поэтому измерения показателя преломления, как правило, выполняют при температуре 20 °С. Также показатель преломления зависит от длины волны света (увеличивается с уменьшением длины волны). В современных рефрактометрах используется излучение с длиной волны 589.3 нм, которое соответствует линии D в спектре натрия.

Показатель преломления принято обозначать символом n . Поэтому полная запись показателя преломления выглядит как n^{20} .

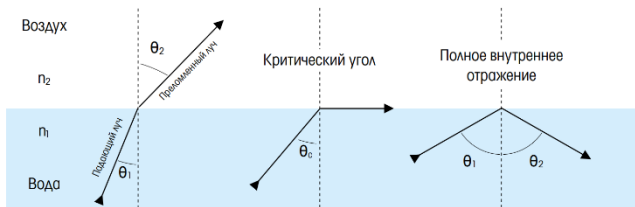


Рис. 15. Преломление, критический угол и полное внутреннее отражение при переходе луча света из одной среды (воды) в другую (воздух)

В автоматических цифровых рефрактометрах используется призма, на которую под тупым углом падает луч света. Призма находится в непосредственном контакте с образцом. В зависимости от показателя преломления образца падающий луч света проходит

сквозь него (преломляется) или претерпевает полное внутреннее отражение на границе контакта с призмой. Угол полного внутреннего отражения определяется с помощью светочувствительной матрицы ПЗС и используется для вычисления показателя преломления образца.

Измерительные ячейки современных рефрактометров не содержат подвижных частей. Для измерения достаточно нескольких капель образца, температура которого поддерживается с помощью встроенного термостата. Благодаря этому современные рефрактометры обеспечивают высокую скорость измерения, удобны в эксплуатации и нечувствительны к вибрациям.

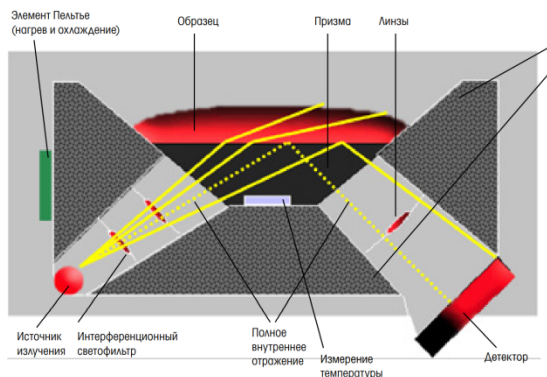


Рис. 16. Устройство измерительной ячейки современного рефрактометра

Советы и рекомендации по измерению показателя преломления

• Ввод образцов

Используйте трехкомпонентный (т. е. с резиновым кольцевым уплотнением) пластиковый шприц с люэровским наконечником, поскольку он позволяет намного точнее контролировать скорость дозирования, чем двухкомпонентный шприц. Нанесите образец на призму. Перемещайте его наконечником шприца, чтобы удалить воздушные полости между призмой и образцом.

Вязкие образцы следует перемешивать с особой осторожностью, чтобы не допустить образования воздушных пузырей.

• Очистка рефрактометра

Для удаления образца с призмы рефрактометра рекомендуется использовать шприц (и растворители). Этот «шприц для отходов» можно использовать многократно (совет: пометьте этот шприц, на-

пример, цветной изолентой, чтобы не перепутать с «чистыми» шприцами). Использование шприца для удаления образцов позволяет сократить расход чистящих салфеток и количество мусора.

Несколько раз промойте призму идеальным растворителем. Этот растворитель должен быстро растворять исследуемый образец. В двух словах:

- 1) Добавьте растворитель;
- 2) Перемешайте «шприцем для отходов»;
- 3) Удалите всю жидкость «шприцем для отходов».

Второй растворитель, который позволяет быстро высушить измерительную ячейку (например, ацетон), зачастую несет опасность загрязнения. Просушите призму (ячейку) мягкой салфеткой. Выждите 10 с, прежде чем нанести на призму следующий образец.

Автоматизация процедуры очистки позволяет упростить работу с прибором и повысить эффективность очистки. Автоматизация очистки в большинстве случаев связана с использованием авто-семплеров.

ТЕМПЕРАТУРЫ ПЛАВЛЕНИЯ, КАПЛЕПАДЕНИЯ, КИПЕНИЯ, ПОМУТНЕНИЯ И ПРОМЕЖУТОЧНАЯ ТЕМПЕРАТУРА ПЛАВЛЕНИЯ

Температуры плавления

Определение температуры плавления – один из методов характеристики и идентификации веществ, особенно органических. Температура плавления легко поддается измерению, и, поскольку это количественная характеристика, экспериментальные данные можно классифицировать и представить в удобной табличной форме.

Температура плавления существенно зависит от чистоты вещества, что позволяет также использовать эту характеристику для контроля качества веществ. Чистые вещества плавятся при строго определенных температурах, тогда как вещества, загрязненные примесями, как правило, характеризуются широким интервалом температур плавления. Температура, при которой образец загрязненного вещества полностью переходит в жидкое состояние, как правило, ниже температуры плавления чистого вещества. Этот эффект называется депрессией температуры плавления.

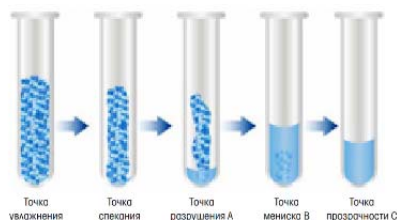


Рис. 17. Определение температуры плавления вручную

Принцип измерения температуры плавления

Нагревание образцов для определения температур плавления веществ, как правило, производится в стеклянных капиллярах с внутренним диаметром приблизительно 1 мм и толщиной стенки 0,1–0,2 мм. Капилляр заполняют тонкоизмельченным образцом на высоту 2–3 мм и нагревают в печи. Процесс плавления контролируют визуально.

Измельченные кристаллические вещества непрозрачны, но становятся прозрачными в расплавленном состоянии. Регистрируя относительную величину интенсивности света, проходящего сквозь

вещество в капилляре (светопропускание) в функции измеряемой температуры печи, можно обнаружить это резкое изменение оптических свойств и тем самым определить точку плавления. В анализаторах температуры плавления в качестве источника проходящего света используется красный светодиод, который освещает нижние части капилляров через отверстия в печи. Свет, прошедший сквозь капилляры, регистрируется видеокамерой.

Советы и рекомендации по измерению температуры плавления образца

- Скорость нагрева. Как правило, $1^{\circ}\text{C}/\text{мин}$. Для достижения максимальной точности при измерении образцов, не подверженных термическому разложению, используйте скорость нагрева $0.2^{\circ}\text{C}/\text{мин}$. При измерении образцов, подверженных термическому разложению, используйте скорость нагрева $5^{\circ}\text{C}/\text{мин}$, для экспериментальных измерений – $10^{\circ}\text{C}/\text{мин}$.

- Начальная температура. Выбирается таким образом, чтобы время нагрева от начальной температуры до предполагаемой точки плавления составляло от 3 до 5 мин (разность температур равна трех- пятикратной скорости нагрева).

- Конечная температура. Для получения качественной измерительной кривой конечная температура должна быть выше предполагаемой температуры эффекта приблизительно на 5°C . Можно также использовать параметр метода stop at event, позволяющий автоматически прервать выполнение температурной программы после полного расплавления всех образцов.

- При измерении окрашенных или подверженных термическому разложению образцов (азобензол, бихромат калия, йодид кадмия), а также образцов, в расплаве которых часто образуются пузырьки воздуха (мочевина), может потребоваться либо снижение порогового уровня В (точка мениска), либо использование аналитического критерия С (точка прозрачности), поскольку в таких случаях скачок светопропускания в процессе плавления может оказаться недостаточно большим.

- Образцы, подверженные термическому разложению (сахар) или возгонке (кофеин): запаяйте капиллярную трубку в пламени горелки. Летучие компоненты, выделяемые образцом при нагревании, создадут в ней избыточное давление, препятствующее дальнейшему разложению или возгонке вещества.

- Из-за неправильной подготовки образца кривая светопропускания может не достичь порогового уровня в 40%, заданного по умолчанию для точки В. В этом случае рекомендуется понизить пороговый уровень либо использовать для анализа точку С. Точка С не зависит от заданного порогового уровня. Для чистых кристаллических веществ разность температур точек В и С, как правило, очень невелика. Она может составлять 0.2 °С или менее. Такая величина разности лежит в пределах неопределенности измерения, поэтому соответствующие значения температур можно считать совпадающими. Примечание: температура в точке С может быть рассчитана с учетом термодинамической поправки.

Температура каплепадения

Синтетические продукты, как и продукты природного происхождения, являющиеся важнейшими сырьевыми материалами для многих отраслей промышленности, не имеют строго определенных температур плавления. В число таких материалов входят мази, синтетические и натуральные смолы, пищевые жиры, смазки, воски, эфиры жирных кислот, полимеры, асфальт и гудрон. С повышением температуры эти материалы постепенно размягчаются и плавятся в достаточно широком интервале температур. В большинстве случаев измерение температуры размягчения или каплепадения является одним из немногих доступных методов характеристики тепловых свойств таких материалов.

Для получения сопоставимых результатов измерений большое значение имеет стандартизация испытательного оборудования, условий измерения и процедур подготовки образцов.

Принцип измерения температуры каплепадения

В общем случае точка каплепадения определяется как температура, при которой происходит падение первой капли вещества из стандартной емкости с отверстием определенного диаметра при нагревании в печи в заданных условиях измерения. Очевидно, что ручные методы измерения предполагают необходимость визуального контроля, что определяет их высокую трудоемкость, поскольку оператор в течение длительного времени должен неотрывно наблюдать за процессом каплепадения. Падение капли происходит внезапно, поскольку после отрыва от чашки ее ускоряет сила тяжести. В этот момент оператор должен быстро зарегистрировать значение температуры. Резюмируя, можно сказать, что ручное определение

температуры каплепадения – это трудоемкий процесс с высокой вероятностью ошибок, результаты которого существенно зависят от индивидуальных особенностей оператора.

Если оператора заменить устройством, которое автоматически регистрирует и анализирует процесс каплепадения, качество результатов измерения значительно повысится. В современных анализаторах светодиодный источник света с коррекцией баланса белого цвета освещает держатель с чашками, установленный в печи. Отраженный свет регистрируется видеокамерой. В ходе видеозаписи всего процесса измерения производится анализ изображения для обнаружения первой капли, которая регистрируется в момент прохождения через прямоугольную область, расположенную под отверстием чашки. При обнаружении падения капли регистрируется температура печи, которая измеряется с разрешением в 0,1 °С.

Советы и рекомендации по измерению температур размягчения и каплепадения образца. Быстрая и качественная подготовка образцов

Главное условие получения достоверных и сопоставимых результатов измерения температур размягчения и каплепадения – это обеспечение повторяемости при подготовке образцов. Приспособление для подготовки образцов помогает полностью соблюсти это важное условие и имеет преимущества:

- Возможность одновременной подготовки четырех чашек.
- Полная безопасность и минимум ошибок в процессе подготовки образцов.
- Исключается загрязнение внешних поверхностей чашек, что способствует повышению достоверности результатов.
- *Прободержатель и чашки, соответствующие требованиям стандартов*

Для определения температур размягчения и каплепадения используют стандартизованные чашки, изготавливаемые из латуни с хромовым покрытием или из алюминия.

Оснастка, используемая для автоматического определения температур размягчения и каплепадения, включает чашку с образцом, закрытую крышкой, и стеклянный сборник, который устанавливается под чашкой и служит для сбора расплавленного образца.

- *Образцы твердых веществ*

Для того чтобы заполнить чашки порошкообразным веществом, сверху на приспособление для подготовки образцов устанавливают дисковидную воронку. Диаметр отверстия воронки точно соответствует внутреннему диаметру чашек. Небольшое количество измельченного вещества засыпают через отверстие воронки в чашку. Затем порошок в чашке уплотняют округлым концом пестика.

Эту последовательность операций повторяют до заполнения чашки. После этого плоским концом пестика уплотняют порошок в чашке таким образом, чтобы он оказался вровень с поверхностью направляющего диска. Затем воронку поворачивают, чтобы под ее отверстием оказалась следующая чашка, и повторяют процедуру наполнения.

- *Смазочные материалы*

Подготовка образцов консистентных смазок выполняется в соответствии с процедурой, впервые описанной в стандарте ASTM D556, которой следуют также стандарты ASTM D2265 и IP 396.

- *Битум, нек*

Расплавленный образец заливают в чашки, используя приспособление для подготовки образцов. Затем следует выждать не менее 30 мин, чтобы образцы остыли до комнатной температуры. Излишки образца удаляют с краев чашек горячим ножом. В этом случае приспособление для подготовки проб также значительно упрощает наполнение чашек для определения температуры каплепадения. Направляющий диск защищает внешние поверхности чашек от загрязнения. Благодаря тому, что поверхность диска располагается вровень с верхними краями чашек, упрощается удаление излишков вещества и повышается воспроизводимость результатов.

- *Синтетические и природные смолы*

Для подготовки образцов смол используется в основном та же процедура, что и для битума. В процессе плавления не допускайте закипания образцов и образования воздушных пузырьков. Не допускайте переполнения чашек, удаляйте излишки горячим ножом.

- *Воски*

В общем случае образцы восков готовят аналогично образцам других плавящихся веществ. Точно так же используется приспособление для подготовки образцов. Расплавленный воск осторожно заливают в чашки, стараясь избежать образования воздушных пузырьков.

Температура кипения

Точка кипения химического соединения – температура, соответствующая его переходу из жидкого состояния в газообразное при нормальных условиях. Она позволяет получить важную информацию для идентификации вещества и определения степени его чистоты, а также часто используется для выбора температур технологических процессов, например, при определении оптимальных условий хранения. Эту характеристику требуется указывать в паспорте безопасности химической продукции (MSDS) соответствующего вещества.

Принцип измерения температуры кипения

Для определения точки кипения образец объемом около 100 мкл с помощью пипетки переносят в стеклянную пробирку. Затем туда вводят капилляр для определения точки кипения, который предотвращает перегрев жидкости и получение завышенных результатов измерения температуры кипения. Пробирку с образцом помещают в прибор и запускают процесс измерения. С повышением температуры в жидкости начинают образовываться пузырьки пара, которые поднимаются к поверхности. Видеокамера регистрирует каждый всплывающий пузырек, благодаря подсветке от встроенного источника света. Прибор измеряет частоту возникновения пузырьков и использует полученное значение для определения температуры кипения.

Поскольку температура кипения зависит от давления, результат измерения пересчитывается к нормальным условиям. В большинстве случаев измерение выполняется при атмосферном давлении. Используя показания встроенного калиброванного барометра, прибор автоматически пересчитывает результат измерения к давлению на уровне моря.

Советы и рекомендации по измерению температуры кипения образца

- Поместите капилляр для определения точки кипения в капилляр с образцом, чтобы предотвратить перегрев жидкости.
- Для каждого измерения необходимо использовать новый внутренний капилляр.
- Скорость нагрева: как правило, 1 °С/мин.
- Начальная температура: выбирается таким образом, чтобы время нагрева от начальной температуры до предполагаемой точки

кипения составляло от 3 до 5 мин (разность температур равна трехкратной скорости нагрева).

- Конечная температура: для получения качественной измерительной кривой конечная температура должна быть выше предполагаемой температуры эффекта приблизительно на 5 °С. Можно также использовать параметр метода stop at event, позволяющий автоматически прервать выполнение температурной программы после того, как оба образца достигнут точки кипения.

- Окрашенные образцы: при исследовании образцов темной окраски вручную отрегулируйте яркость подсветки для надежной регистрации точки кипения.

Температура помутнения

Точка помутнения определяется как температура раствора, при нагревании выше которой он теряет прозрачность. В большинстве случаев это измерение используется при проведении контрольных проверок, призванных подтвердить высокий уровень технических характеристик и качества продукции. Многие протоколы измерений требуют разведения исследуемого вещества водой – обычно это ПАВ, эмульсия или коллоидный раствор – в отношении 1% по массе. Растворимость этих веществ в воде, как правило, падает с ростом температуры: чем выше температура, тем ниже растворимость, а точка помутнения определяется как температура, при которой раствор достигает насыщения и теряет прозрачность.

Принцип измерения температуры помутнения

Для измерения точки помутнения исследуемое вещество, как правило, разводят водой в отношении 1% по массе. Образец объемом приблизительно 100 мкл переносят пипеткой в стеклянную пробирку, которую помещают в прибор, после чего запускают процесс измерения.

Исследуемый раствор прозрачен в начале эксперимента, но при достижении точки помутнения теряет прозрачность. Помутнение обнаруживается по снижению интенсивности проходящего света: чем выше поднимается температура над точкой помутнения, тем более мутным становится раствор и тем меньше света проходит сквозь него. Автоматическое обнаружение снижения интенсивности проходящего света с помощью видеокамеры – ключ к получению достоверных и повторяемых результатов измерения температуры помутнения.

Советы и рекомендации по измерению температуры помутнения образца

- Скорость нагрева: как правило, 1 °С/мин.

- Начальная температура: выбирается таким образом, чтобы время нагрева от начальной температуры до предполагаемой точки помутнения составляло от 3 до 5 мин (разность температур равна трех- пятикратной скорости нагрева).

- Конечная температура: для получения качественной измерительной кривой конечная температура должна быть выше предполагаемой температуры эффекта приблизительно на 5 °С. Можно также использовать параметр метода stop at event, позволяющий автоматически прервать выполнение температурной программы после того, как оба образца достигнут точки помутнения.

Промежуточная температура плавления или температура плавления в открытом капилляре

Температуру плавления в открытом капилляре зачастую используют для характеристики жиров, масел, восков и других твердых веществ, не имеющих определенной или резко выраженной точки плавления. В зависимости от состава образца и его температуры плавления в открытом капилляре метод может использоваться при низких и высоких температурах для исследования различных продуктов – от мороженого до косметики. Метод измерения температуры плавления в открытом капилляре помогает определять характеристики продуктов, способствуя международной торговле, в основе которой лежат стандартизация и соблюдение нормативных требований.

Принцип измерения температуры плавления в открытом капилляре

Измерение температуры плавления в открытом капилляре производится следующим образом: капиллярную трубку, содержащую столбик жира (длиной приблизительно 10 мм), кристаллизованного при определенных условиях, погружают в воду, которую затем нагревают с заданной скоростью. Температура, при которой жир на поверхности столбика начинает плавиться и жировой столбик всплывает внутри капилляра под действием архимедовой силы, регистрируется как температура плавления в открытом капилляре.

Точка плавления вещества в открытом капилляре определяется путем анализа цифрового изображения. Алгоритм анализа ви-

деоизображения автоматически регистрирует температуру, при которой столбик вещества в капилляре начинает подниматься, как точку плавления в открытом капилляре.

Советы и рекомендации по измерению температуры плавления образца в открытом капилляре

- Скорость нагрева: как правило, 1 °С/мин.
- Начальная температура: выбирается таким образом, чтобы время нагрева от начальной температуры до предполагаемой точки плавления в открытом капилляре составляло от 3 до 5 мин (разность температур равна трех-пятикратной скорости нагрева).
- Конечная температура: для успешного измерения конечная температура должна быть выше предполагаемой температуры эффекта приблизительно на 5 °С.
- Для получения достоверных результатов измерения температуры плавления в открытом капилляре диаметр наружного капилляра должен быть по крайней мере вдвое больше диаметра внутреннего капилляра.

ТЕРМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Краткая справка о важнейших методах термического анализа

- *ДСК – дифференциальная сканирующая калориметрия*

Этот метод позволяет измерять эндо- и экзотермические тепловые потоки исследуемого образца и образца сравнения в функции температуры в процессе их нагревания, охлаждения или выдержки при постоянной температуре. Измерительный сигнал определяется как тепловая мощность в милливаттах, выделенная или поглощенная образцом.

Возможности метода ДСК:

- обнаружение эндо- и экзотермических эффектов;
- определение площадей пиков (фазовых переходов и энтальпии реакций);
- определение температур, характеризующих пики и другие эффекты;
- измерение удельной теплоемкости.

- *ДТА – дифференциальный термический анализ*

Метод предполагает измерение разности температур исследуемого образца и инертного образца сравнения в функции температуры. Измерительный сигнал – температура по шкале Цельсия или Кельвина. Ранее в качестве измерительного сигнала использовалась только величина напряжения в мВ или мкВ, считанная с термопары.

- *о-ДТА – одноканальный ДТА*

Этот метод представляет собой разновидность классического ДТА, который особенно полезен при совмещении с термогравиметрическим анализом. Измерительный сигнал представляет разность между температурой исследуемого образца и ранее измеренной и сохраненной в памяти температурой инертного образца.

Возможности метода ДТА (и о-ДТА):

- обнаружение эндо- и экзотермических эффектов;
- определение температур, характеризующих тепловые эффекты.

- *ТГА – термогравиметрический анализ*

ТГА позволяет определять вес, а следовательно, и массу образца в функции температуры. Первоначально для обозначения метода использовался акроним TG. В настоящее время предпочтение отдают англоязычному акрониму TGA, чтобы избежать путаницы с обозначением температуры стеклования Tg.

Возможности метода ТГА:

- обнаружение изменений массы образца (приращения или потери);

- определение скачкообразных изменений массы, как правило, в виде процентной доли от исходной массы образца;

- определение температур, характеризующих ступеньки на кривых потери или приращения массы.

• *АВГ – анализ выделяющихся газов*

Акроним АВГ используется для обозначения семейства методов, позволяющих анализировать природу и/или количество выделяющихся из образца летучих газообразных продуктов как функцию температуры. Важными методами анализа являются масс-спектрометрия и ИК-спектрометрия. Чаще всего АВГ используют в комбинации с ТГА, поскольку каждый эффект ТГА (потеря массы) сопровождается выделением летучих соединений.

• *ТМА – термомеханический анализ*

ТМА используется для измерения деформации и изменения размеров образца в функции температуры. В эксперименте ТМА образец подвергается воздействию постоянной, линейно возрастающей или периодически изменяющейся нагрузки, тогда как дилатометрические измерения проводятся с использованием минимально возможной нагрузки.

Возможности ТМА в зависимости от режима измерения:

- определение тепловых эффектов (набухание или усадка, размягчение, изменение коэффициента теплового расширения);

- определение температур, характеризующих тепловые эффекты;

- определение высоты ступенек деформации;

- измерение коэффициентов теплового расширения.

• *ДМА – динамический механический анализ*

В эксперименте ДМА образец подвергается воздействию механического напряжения, изменяющегося по синусоидальному закону, при этом регистрируются амплитуда силы, амплитуда смещения (деформации) и величина фазового сдвига.

ДМА позволяет обнаруживать тепловые эффекты по изменениям значений модуля упругости или коэффициента демпфирования. Наиболее важные результаты измерений:

- температуры, характеризующие тепловые эффекты,

- угол потерь (фазовый сдвиг);
- коэффициент механических потерь (тангенс угла потерь);
- комплексный модуль упругости или его составляющие – модуль накопления и модуль потерь;
- комплексный модуль сдвига или его составляющие – модуль накопления и модуль потерь.

- *ТОА – термооптический анализ*

Под ТОА понимается визуальное наблюдение или измерение светопропускания образца, например, с помощью термомикроскопа. Типичные области применения – исследование процессов плавления и кристаллизации, а также полиморфных превращений.

- *ТХЛ – термехемиллюминесценция*

ТХЛ – это метод, позволяющий наблюдать и измерять слабое излучение света, которым сопровождаются некоторые химические реакции.

Обзор областей применения

Данные о применимости методов термического анализа для исследования различных свойств и характеристик материалов сведены в таблицу 5.

Таблица 5

Применимость методов термического анализа для исследования различных свойств и характеристик материалов

Свойства и характеристики	ДСК	ДТА	ТГА	ТМА	ДМА	ТОА	ТХА	АВГ
Удельная теплоемкость	●●●	●						
Изменение энтальпии, энтальпия превращения	●●●	●						
Энтальпия плавления, степень кристалличности	●●●	●						
Температура плавления, режим плавления	●●●	●		●		●●●		
Чистота кристаллических неполимерных веществ	●●●		●●●			●		
Режим кристаллизации, переохлаж-	●●●	●				●●●		

Свойства и характеристики	ДСК	ДТА	ТГА	ТМА	ДМА	ТОА	ТХА	АВГ
дене								
Испарение, сублимация, десорбция	●●●	●	●●●			●●●		●●●
Фазовые переходы в твердой фазе	●●●	●●●		●		●●●		
Стеклование, размягчение аморфных тел	●●●	●		●●●	●●●	●		
Термическое разложение, пиролиз, термодеструкция	●	●	●●●	●		●		●●●
Температурная стабильность	●	●	●●●	●		●		●●●
Химические реакции	●●●	●	●				●	
Прикладная кинетика (прогнозирование)	●●●	●	●●●					●
Окислительная деградация	●●●	●●●	●●●	●			●●●	
Композиционный анализ	●●●		●●●					●●●
Сравнительный анализ конкурирующих продуктов	●●●	●	●●●	●	●	●●●	●	●●●
Коэффициент линейного теплового расширения				●●●				
Модуль упругости				●	●●●			
Модуль сдвига					●●●			
Механическое деформирование					●●●			
Вязкоупругие свойства				●	●●●			

●●● – метод полностью применим;

● – метод частично применим.

Разработка методов измерения – аналитическая задача

Разработка метода начинается с точного формулирования вопросов, на которые предполагается получить ответы в процессе анализа образца. Это могут быть следующие типичные вопросы:

- При какой температуре происходит стеклование?
- Обладает ли образец полиморфизмом?
- Какова степень чистоты анализируемого продукта?
- Каково содержание влаги в образце?

В зависимости от поставленной аналитической задачи и исходных данных, в первую очередь необходимо выбрать метод измерения, например, по таблице 5.

Процедура разработки метода

В современных системах обеспечения качества разработке и валидации методов придается первостепенное значение. Отправной точкой, как правило, служит экспериментальный метод, который затем проходит несколько итеративных циклов оптимизации и валидации. Конечным результатом является валидированный метод, который включают в стандартные рабочие процедуры.

Разработка и валидация процедуры измерений требуют больших затрат времени и средств. Поэтому так важно в качестве основы выбрать наиболее подходящий экспериментальный метод.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Персонал лабораторий изо дня в день работает с самыми различными приборами и вспомогательными приспособлениями. В каждом приборе может быть реализован оригинальный интерфейс пользователя.

Аналитические приборы, весы и прочее оборудование позволяют уверенно решать сложные задачи измерений и анализа, получая точные и достоверные результаты. Тем не менее всегда полезно понимать базовые принципы измерений, используемые в приборах. Это поможет разрабатывать более качественные стандартные рабочие процедуры, позволяющие экономить рабочее время и достигать высокой точности измерений в реальных условиях каждой конкретной лаборатории.

Рекомендуемый библиографический список

Основная:

1. Глухов, А. Т. Транспортная планировка, землеустройство и экологический мониторинг городов: учебник для вузов / А. Т. Глухов, А. Н. Васильев, О. А. Гусева. — 2-е изд., стер. — Санкт-Петербург: Лань, 2021. — 324 с. — ISBN 978-5-8114-8183-5.

2. Дмитренко, В. П. Управление экологической безопасностью в техносфере : учебное пособие / В. П. Дмитренко, Е. М. Мессинева, А. Г. Фетисов. — Санкт-Петербург: Лань, 2021. — 428 с. — ISBN 978-5-8114-2010-0.

3. Дмитренко, В. П. Экологическая безопасность в техносфере : учебное пособие / В. П. Дмитренко, Е. В. Сотникова, Д. А. Кривошеин. — Санкт-Петербург: Лань, 2021. — 524 с. — ISBN 978-5-8114-2099-5.

4. Широков, Ю. А. Экологическая безопасность на предприятии: учебное пособие / Ю. А. Широков. — 2-е изд., стер. — Санкт-Петербург: Лань, 2021. — 360 с. — ISBN 978-5-8114-2578-5.

Дополнительная:

1. Годин, А. М. Экологический менеджмент: учебное пособие / А. М. Годин. — Москва : Дашков и К, 2017. — 88 с. — ISBN 978-5-394-01414-7.

2. Москаленко, А. П. Управление природопользованием. Механизмы и методы: учебное пособие / А. П. Москаленко, С. А. Москаленко, Р. В. Ревунов. — Санкт-Петербург: Лань, 2019. — 392 с. — ISBN 978-5-8114-3563-0.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	3
Взвешивание.....	7
Работа с пипетками	12
Определение величины pH и удельной электропроводности	16
Определение влагосодержания	23
Титриметрический анализ.....	26
Уф/вид спектроскопия.....	29
Определение плотности	34
Определения показателя преломления	37
Температуры плавления, каплепадения, кипения, помутнения и промежуточная температура плавления.....	40
Термический анализ	49
Заключение	54
Рекомендуемый библиографический список	Ошибка! Закладка не определена.

СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ СОСТОЯНИЯ ПРИРОДНОЙ СРЕДЫ

*Методические указания к лабораторным работам
для студентов направления подготовки 05.04.06*

Сост.: *А.С. Данилов, В.А. Матвеева*

Печатается с оригинал-макета, подготовленного кафедрой
геоэкологии

Ответственный за выпуск *А.С. Данилов*

Лицензия ИД № 06517 от 09.01.2002

Подписано к печати 20.12.2021. Формат 60×84/16.
Усл. печ. л. 3,3. Усл.кр.-отт. 3,3. Уч.-изд.л. 3,0. Тираж 30 экз. Заказ 1148.

Санкт-Петербургский горный университет
РИЦ Санкт-Петербургского горного университета
Адрес университета и РИЦ: 199106 Санкт-Петербург, 21-я линия, 2