

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего образования  
«Тульский государственный университет»

Естественнонаучный институт  
Кафедра «Химии»

Утверждено на заседании кафедры Химия  
«30» января 2023 г., протокол № 6

Заведующий кафедрой



В.А. Алферов

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
по выполнению лабораторных работ  
по дисциплине (модулю)**

**«Основы научных исследований и техника эксперимента»**

**основной профессиональной образовательной программы  
высшего образования – программы магистратуры**

по направлению подготовки  
**18.04.01 Химическая технология**

с направленностью (профилем)  
**Технология органического синтеза**

Форма обучения: очная

Идентификационный номер образовательной программы: 180401-01-23

Тула 2023 год

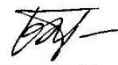
## Разработчик(и) методических указаний

**Разработчик(и):**

Бабкина Е.Е., доц. каф. химии, к.х.н.

---

*(ФИО, должность, ученая степень, ученое звание)*



---

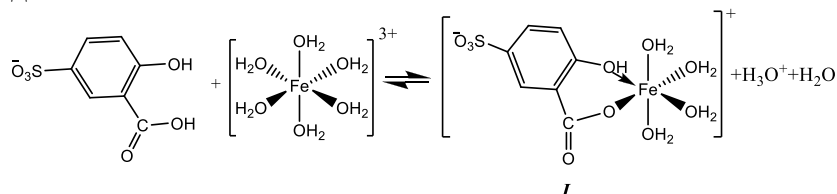
*(подпись)*

## Содержание

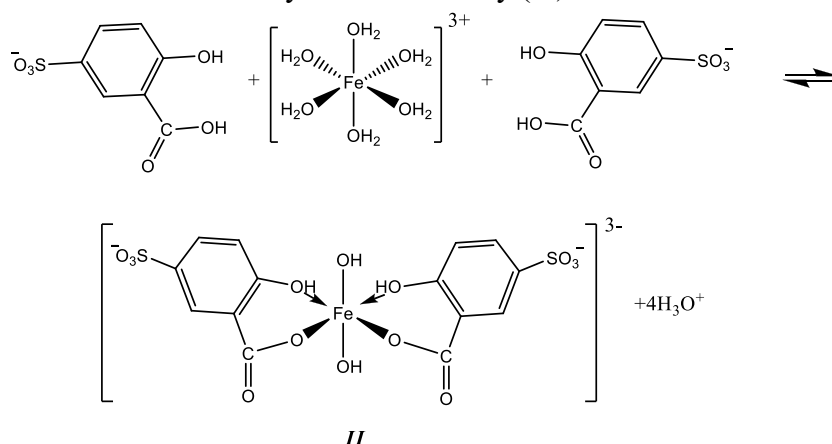
Лабораторная работа № 1. Фотометрическое определение железа в воде с сульфосалициловой кислотой .....	4
Лабораторная работа № 2. Определение цветности питьевых, природных и сточных вод фотометрическим методом .....	9
Лабораторная Работа №3. Определение нитратов в плодоовощной продукции потенциометрическим методом.....	10

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1. ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕЛЕЗА В ВОДЕ С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ КИСЛОТОЙ

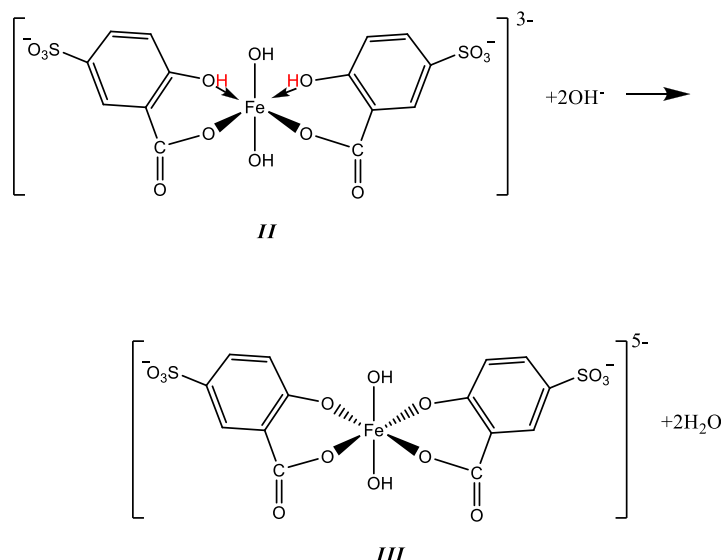
Железо (III) образует с сульфосалициловой кислотой в зависимости от величины  $pH$  раствора ряд окрашенных комплексов. При  $pH$  1,8-2,5 образуется красно-фиолетовый катионный комплекс (**I**), имеющий полосу поглощения с  $\lambda_{\max} = 510$  нм и  $\epsilon_{\max} = 1,8 \cdot 10^3$  дм<sup>3</sup>/моль·см.



При увеличении  $pH$  до 4-8 раствор приобретает красно-бурю окраску, которую приписывают анионному бис-комплексу (**II**).



В щелочных средах ( $9 < pH < 11,5$ ) образуется комплекс желтого цвета (**III**) с полосой поглощения  $\lambda_{\max} = 416$  нм и  $\epsilon_{\max} = 5,8 \cdot 10^3$  дм<sup>3</sup>/моль·см. При  $pH > 12$  происходит его разложение с выпадением в осадок гидроксида железа. Ранее предполагалось, что образующийся в щелочных средах комплекс является трисульфосалицилатом Fe(III). Однако в более поздних исследованиях высказывается другая точка зрения относительно природы этого комплекса. Предполагают, что его образование связано не с присоединением третьей молекулы реагента, а с депротонированием бис-комплекса:



В результате упрочнения связи атома железа с фенольным кислородом происходит сдвиг полосы поглощения бис-комплекса в коротковолновую область спектра.

В практике молекулярного абсорбционного анализа применяются лишь комплексы, образующиеся в кислой (фиолетовый) и щелочной (желтый) средах. Моносальфосалицилатный комплекс используется для определения Fe(III) в присутствии Fe(II), магния, марганца, меди, алюминия, редкоземельных элементов. Фториды мешают определению Fe(III).

В щелочной среде вследствие легкой окисляемости Fe(II) в Fe(III) с помощью сульфосалициловой кислоты можно определить сумму Fe(II) и Fe(III). Фторид-ионы не мешают определению железа сульфосалициловой кислотой в щелочной среде.

**Цель работы:** определить содержание  $Fe^{3+}$  в исследуемом образце воды фотометрическим методом.

#### Оборудование и реактивы

1. Фотоэлектродетектор (КФК-2, Эксперт-003);
2. Рабочий раствор  $Fe(NH_4)(SO_4)_2$ ,  $T(Fe^{3+}) = 0,1$  мг/см<sup>3</sup> (навеску 0,8663 г  $Fe(NH_4)(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$  квалификации х.ч., растворяют в 25 см<sup>3</sup> раствора  $c(1/2H_2SO_4) = 2$  моль/дм<sup>3</sup> и доводят объём раствора до 1000,0 см<sup>3</sup> дистиллированной водой);
3. Сульфосалициловая кислота, водный раствор,  $\omega(C_7H_6O_6S) = 5\%$  масс.;
4. Серная кислота, водный раствор,  $c(1/2 H_2SO_4) = 2,000$  моль/дм<sup>3</sup>;
5. Аммиак, водный раствор,  $\omega(NH_3) = 10\%$  масс.;
6. Мерные колбы вместимостью 50,0 см<sup>3</sup>, 14 шт.;
7. Градуированная пипетка 10,0 см<sup>3</sup>, 1 шт.;
8. Пробирка или мерный цилиндр 10 см<sup>3</sup>, 3 шт.

#### Ход работы

Определение железа (III) проводят в виде красно-фиолетового катионного (I) комплекса при  $pH=2$ , а затем в виде желтого анионного бис-комплекса (III) при  $pH=10$ .

#### Приготовление стандартных растворов (pH=2):

Готовят пять стандартных растворов, содержащих 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 и 0,30 мг железа в 50,0 см<sup>3</sup> раствора. Для этого в мерные колбы вместимостью 50,0 см<sup>3</sup> вносят

рабочий раствор, объемом 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 см<sup>3</sup> соответственно, добавляют в каждую колбу 1 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, 5 см<sup>3</sup> сульфосалициловой кислоты и доводят объём каждого раствора до метки дистиллированной водой.

#### **Приготовление раствора сравнения (pH=2):**

В мерную колбу, вместимостью 50,0 см<sup>3</sup> вносят 1 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, 5 см<sup>3</sup> сульфосалициловой кислоты и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

#### **Приготовление стандартных растворов (pH=10):**

Готовят пять стандартных растворов, содержащих 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 и 0,30 мг железа в 50,0 см<sup>3</sup> раствора. Для этого в мерные колбы вместимостью 50,0 см<sup>3</sup> вносят рабочий раствор, объемом 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 см<sup>3</sup> соответственно, добавляют в каждую колбу 10 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, 5 см<sup>3</sup> раствора аммиака и доводят объём каждого раствора до метки дистиллированной водой.

#### **Приготовление раствора сравнения (pH=10):**

В мерную колбу, вместимостью 50,0 см<sup>3</sup> вносят 10 см<sup>3</sup> воды, 5 см<sup>3</sup> раствора сульфосалициловой кислоты, 5 см<sup>3</sup> раствора аммиака и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

#### **Выбор рабочей длины волны:**

Раствор, имеющий наиболее интенсивную окраску из серии стандартных растворов с pH=2 фотометрируют относительно раствора сравнения со всеми светофильтрами поочерёдно, результаты измерений вносят в таблицу 1. Аналогично проводят фотометрирование стандартных растворов с pH=10, результаты измерений вносят в таблицу 1.

Строят спектральные характеристики для фиолетового (с pH=2) - структура (I) и желтого (с pH=10) - структура (III) комплексов железа (III) в координатах  $A = f(\lambda)$  и выбирают в качестве рабочего светофильтра, соответствующий наибольшему значению светопоглощения.

#### **Определение железа (III) по методу градуировочного графика**

1. Построение градуировочных графиков для двух значений pH среды (при pH=2, а затем при pH=10).

С выбранным светофильтром поочередно фотометрируют все растворы стандартной серии относительно раствора сравнения. Измерения повторяют 3-5 раз. Результаты измерений вносят в таблицы 2 или 3 и строят градуировочные графики в координатах  $A = f(c(Fe^{3+}))$  для оценки молярных коэффициентов светопоглощения  $\epsilon$  комплексов железа в кислой и щелочной среде. Параметры линейных регрессий вносят в таблицу 4.

Для количественного анализа  $Fe^{3+}$  строят градуировочные графики в координатах  $A = f(m(Fe^{3+}))$  при двух значениях pH. Построенные градуировочные графики аппроксимируют уравнениями линейных регрессий. Параметры линейных зависимостей вносят в таблицу 5.

2. Контрольная задача. Определение содержания железа (III) в анализируемом растворе.

Для определения железа (III) в анализируемом растворе аликвоту этого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50,0 см<sup>3</sup>. С раствором проводят те же операции и в той же последовательности, что и при приготовлении стандартных растворов в кислой, а затем в щелочной среде, используемых для градуировки. Фотометрирование проводят относительно соответствующего (для pH=2 или для pH=10) раствора сравнения. Измерения повторяют 3-5 раз. Содержание железа (III) определяют с использованием параметров линейной регрессии соответствующего градуировочного графика.

#### **Оформление лабораторного журнала.**

1. Цель и задачи работы.
2. Уравнение фотометрической реакции в кислой среде.

2. Уравнение фотометрической реакции в щелочной среде.

3. Ход определения:

- Ход приготовления серии стандартных растворов при  $pH=2$  и  $pH=10$ .
- Ход приготовления растворов сравнения в кислой и щелочной среде.
- Выбор рабочей длины волны.

Данные для построения спектральных характеристик комплексов железа (III) с сульфосалициловой кислотой при  $pH=2$  и  $pH=10$ .

Таблица 1

№ светофильтра	$\lambda$ , нм	Оптическая плотность ( $pH=2$ )	Оптическая плотность ( $pH=10$ )
1	375		
2	400		
3	470		
4	505		
5	525		
6	572		
7	590		
8	605		
9	615		
10	626		
11	655		
12	700		
13	850		

В одной координатной плоскости строят две спектральные характеристики комплексов железа (III) в координатах  $A = f(\lambda)$ . Делают вывод о выборе рабочей длины волны для каждой среды.

**Определение железа (III) в водных растворах методом градуировочного графика при  $pH=2$ .**

Данные для построения градуировочной зависимости при  $pH=2$

Таблица 2

№ Раствора	$m(Fe^{3+})$ , мг	$c(Fe^{3+})$ , моль/дм <sup>3</sup>	Оптическая плотность				$s(A)$	$s_r(c)$
			$A_1$	$A_2$	$A_3$	$\bar{A} \pm \Delta A$		
1	0,05							
2	0,1							
3	0,15							
4	0,2							
5	0,3							
Контрольная задача, X								$c_H = \underline{\hspace{1cm}}$

Определение железа (III) в водных растворах методом градуировочного графика при  $pH=10$ .

Данные для построения градуировочной зависимости при  $pH=10$

Таблица 3

№ Раствора	$m(Fe^{3+})$ , мг	$c(Fe^{3+})$ , моль/дм <sup>3</sup>	Оптическая плотность				$s(A)$	$s_r(c)$
			$A_1$	$A_2$	$A_3$	$\bar{A} \pm \Delta A$		
1	0,05							
2	0,1							
3	0,15							
4	0,2							

5	0,3							
Контрольная задача, X								$c_H = \text{—}$

Для расчета молярных коэффициентов поглощения строят градуировочные графики в координатах  $A = f(c(Fe^{3+}))$ . С помощью компьютерных программ Microsoft Excel или Sigmaplot определяют параметры линейных регрессий (таблица 4).

Параметры линейных регрессий  $A=f(c(Fe^{3+}))$ .

Таблица 4

pH	Прибор	$l$ , см	$s_a$	$s_b$	$\bar{a} \pm \Delta a$	$\bar{b} \pm \Delta b$	R	$\bar{\epsilon} \pm \Delta \epsilon$ , дм <sup>3</sup> /моль·см
2								
10								

Рассчитывают молярные коэффициенты поглощения  $\epsilon$ , учитывая, что  $\bar{a} = S^* = \bar{\epsilon} \cdot l$ , где  $S^*$  – коэффициент чувствительности. Сравнивают  $\bar{\epsilon}$  с литературными данными.

Рассчитывают относительную погрешность определения молярных коэффициентов поглощения комплексов железа (III) при  $pH=2$  и  $pH=10$  по формуле:

$$D_{\%} = \frac{|\epsilon_{\text{найд}} - \epsilon_{\text{лит}}|}{\epsilon_{\text{лит}}} \cdot 100\%$$

Рассчитывают  $s_r(c)$  – относительное стандартное отклонение по концентрации (при условии, что величина фонового сигнала стремится к 0) по формуле:

$$s_r(c) = \frac{s(A)}{S^* \cdot c(Fe^{3+})}$$

Строят зависимости  $s_r(c) = f(c(Fe^{3+}))$  для  $pH=2$  и  $pH=10$ , используя данные таблиц 2 и 3. Определяют параметры функции  $y = ax^{-b}$ . Нижнюю границу определяемых концентраций железа (III) в виде фиолетового (I) и желтого (III) комплексов  $c_H$  определяют, приравнявая  $s_r(c) = 0,33$ .

Делают обоснованный вывод о чувствительности определения содержания железа в анализируемом растворе в двух средах, сравнивая количественные характеристики чувствительности ( $c_H$  и  $\epsilon$ ).

Для определения содержания ионов железа строят графики зависимостей в координатах  $A = f(m(Fe^{3+}))$  для комплексов железа (III), образующихся при  $pH=2$  и  $pH=10$ .

С помощью компьютерных программ Microsoft Excel или Sigmaplot определяют параметры линейных регрессий, результаты вносят в таблицу 5.

Параметры линейных регрессий  $A=f(m(Fe^{3+}))$ .

Таблица 5

pH	Прибор	$l$ , см	$s_a$	$s_b$	$\bar{a} \pm \Delta a$	$\bar{b} \pm \Delta b$	R
2							
10							

Рассчитывают содержание железа в анализируемом растворе, используя параметры градуировочных зависимостей, рассчитанные для двух значений  $pH=2$  и  $pH=10$ . Проводят расчёт содержания и концентрации  $Fe^{3+}$  и  $Fe(NH_4)(SO_4)_2$  (точность расчётов – 4 значащих цифры, для массы 0,0001 г), приводят все расчётные формулы и расчёты, все рассчитанные значения вносят в таблицу 6.

Результаты определения железа (III) при  $pH=2$  и  $pH=10$ .

Таблица 6

$pH=2$	$c(Fe^{3+})$ , моль/дм <sup>3</sup>	$T(Fe^{3+})$ , мг/см <sup>3</sup>	$v(Fe^{3+})$ , моль	$m(Fe^{3+})$ , мг	D, %



	$c(Fe(NH_4)(SO_4)_2)$ , моль/дм <sup>3</sup>	$T(Fe(NH_4)(SO_4)_2)$ , мг/см <sup>3</sup>	$v(Fe(NH_4)(SO_4)_2)$ , моль	$m(Fe(NH_4)(SO_4)_2)$ , мг	
$pH=10$	$c(Fe^{3+})$ , моль/дм <sup>3</sup>	$T(Fe^{3+})$ , мг/см <sup>3</sup>	$v(Fe^{3+})$ , моль	$m(Fe^{3+})$ , мг	D, %
	$c(Fe(NH_4)(SO_4)_2)$ , моль/дм <sup>3</sup>	$T(Fe(NH_4)(SO_4)_2)$ , мг/см <sup>3</sup>	$v(Fe(NH_4)(SO_4)_2)$ , моль	$m(Fe(NH_4)(SO_4)_2)$ , мг	

Рассчитывают относительную погрешность определения  $Fe^{3+}$

$$D = \frac{|m_{\text{найд}} - m_{\text{теор}}|}{m_{\text{теор}}} \cdot 100\%$$

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦВЕТНОСТИ ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Чистая вода в небольших слоях бесцветна. В толстом слое она имеет голубоватый оттенок. Иные оттенки свидетельствуют о наличии в воде различных растворенных примесей. Повышение цветности воды обусловлено наличием гуминовых веществ, коллоидных соединений железа, взвешенных и окрашенных веществ и массовым цветением водорослей. Цветность питьевой воды по нормам ГОСТ 2874-73 не должна превышать 20°.

**Цель работы.** Определить показатель цветности водопроводной или речной воды. Для водопроводной воды сравнить данный показатель для линии холодного и горячего водоснабжения.

**Сущность метода.** Измеряют оптическую плотность пробы воды при длине волны 413 нм. По градуировочной зависимости определяют градус цветности.

**Оборудование и реактивы.** Фотоколориметр; кювета толщиной 5 см – 2 шт.; мерные колбы объемом 100 мл – 9 шт.; бюретка объемом 25 мл – 1 шт.; штатив с лапкой – 1 шт.; стакан химический объемом 100 мл – 3 шт.; контрольный раствор № 1; контрольный раствор № 2; проба воды для анализа.

### Ход работы

1. Приготовить серию контрольных растворов:

а) в мерные колбы на 100 мл отобрать при помощи бюретки порции контрольного раствора № 1 согласно таблице 7.

б) довести объем в мерных колбах до метки контрольным раствором № 2.

2. Измерить оптические плотности контрольных растворов при длине волны 413 нм, раствор сравнения – контрольный раствор № 2:

а) в кювету толщиной 5 см налить до метки раствор сравнения и насухо протереть стенки кюветы салфеткой.

б) Кювету с раствором сравнения поместить в дальнее отделение кюветодержателя.

в) В другую кювету толщиной 1 см налить до метки окрашенный раствор и насухо протереть стенки кюветы кусочком фильтровальной бумаги.

г) Кювету с окрашенным раствором поместить в ближнее отделение кюветодержателя.

д) Кюветодержатель поместить в кюветное отделение прибора.

е) Измерить оптическую плотность, следуя инструкции к пользованию прибором.

3. Отобрать пробы горячей и холодной воды из-под крана. Пробу горячей воды охладить.

4. Измерить оптическую плотность проб воды по отношению к контрольному раствору № 2.

Результаты измерений оптической плотности занести в таблицу 7.

#### Оформление лабораторного журнала.

Длина кюветы  $l = \dots\dots\dots$ , см

Длина волны  $\lambda = \dots\dots\dots$ , нм

Таблица 7

№ п/п	1	2	3	4	5	6	7	8	9	проба
$V$ контрольного раствора № 1, мл	1	2	4	6	8	10	12	14	16	
градус цветности	5	10	20	30	40	50	60	70	80	
$D$										$D_a = \dots\dots\dots$

#### Обработка результатов эксперимента

1. Построить градуировочную зависимость в координатах оптическая плотность – градус цветности

2. По градуировочному графику определить цветность пробы воды.

### ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРАТОВ В ПЛОДООВОЩНОЙ ПРОДУКЦИИ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Неорганический азот в растительном сырье в наибольшем количестве представлен в виде нитратов и нитритов, избыточное накопление которых наблюдается при неконтролируемом применении азотных удобрений.

Нитраты входят в группу азотных удобрений, наибольшее распространение среди которых получили калийная селитра (нитрат калия)  $KNO_3$ , чилийская селитра (нитрат натрия)  $NaNO_3$ , кальциевая селитра (нитрат кальция)  $Ca(NO_3)_2$ , аммиачная селитра (нитрат аммония)  $NH_4NO_3$ . Нитраты не оказывают токсического действия на растения, поэтому и при избыточном использовании азотных удобрений урожай будет получен. Нитраты являются естественным компонентом пищевых продуктов растительного происхождения.

Однако количество нитратов в растительных продуктах определяется не только количеством вносимых азотных удобрений. Когда питание растений разбалансировано по азоту, калию, фосфору, микроэлементам или растениям не хватает воды и света, они аккумулируют большое количество нитратов. Некоторые пестициды, например гербицид 2,4-Д, усиливают накопление нитратов в 10–20 раз. Если овощи выращены без дополнительного внесения азотных удобрений, содержание в них нитратов будет примерно следующим (мг/кг): салат – 2900, капуста – 100, картофель – 20. При избытке азота в почве наибольшее количество нитратов (мг/кг) накапливается в шпинате (до 6900), свекле (до 5000), салате (до 4400), редисе (до 3500); наименьшее количество нитратов при таких условиях выращивания накапливается в томатах.

На концентрацию нитратов в растениях оказывают влияние сроки уборки урожая. Так, увеличение продолжительности вегетационного периода приводит к снижению содержания нитратов в овощах: в молодых растениях нитратов на 50–70 % больше, чем в зрелых. Кроме того, содержание нитратов возрастает ближе к корню. Например, в листьях белокочанной капусты нитратов на 60–70 % меньше, чем в кочерыжке; в листьях салата их на 40–50 % меньше, чем в листовых черенках.

Причиной повышенного содержания нитратов в овощах, выращенных под пленкой или в теплицах при большой загущенности посева, является недостаток света, поэтому овощи с повышенной склонностью аккумулировать нитраты не следует выращивать в затемненных местах. Недостаток воды и пониженные температуры оказывают аналогичное действие, приводя к увеличению количества нитратов в растительной продукции.

Таким образом, способность растений аккумулировать нитраты в значительной степени зависит от видов и сортов сельскохозяйственных культур, способов и условий их подкормки, состава почвы и других факторов.

До недавнего времени нитраты относили к малотоксичным веществам. Человек относительно легко переносит дозу в 150–200 мг нитратов в сутки, 500 мг считается предельно допустимой дозой, а 600 мг/сут – токсичная для взрослого человека доза.

Допустимая суточная доза нитратов для взрослого человека составляет от 300 до 325 мг.

Потенциальная токсичность нитратов, содержащихся в повышенной концентрации в пищевом сырье и продуктах питания, заключается в том, что они при определенных условиях могут окисляться до нитритов – солей азотистой кислоты, которые для человека являются ядами. В организме человека нитриты из нитратов образуются в пищеварительном тракте (ротовая полость, желудок, кишечник).

Концентрация нитратов в слюне пропорциональна их количеству, потребляемому с пищей. Эта концентрация влияет на образование нитритов. Проникая вместе с пищей в слюну и тонкий кишечник, нитраты микробиологически восстанавливаются до нитритов, в результате в крови образуются нитрозил-ионы.

**Цель работы:** определить содержание нитратов в растительном материале с помощью ионометрического экспресс-метода определения нитратного азота.

Метод основан на измерении ионоселективным электродом концентрации нитрат-иона  $\text{NO}_3^-$  в солевой суспензии 1 %-го раствора алюмокалиевых квасцов при соотношении 1:4 для сырого растительного материала.

Метод применяется для растительного сырья и продуктов, не содержащих хлоридов, а также для продуктов, в которых содержание хлоридов не превышает содержания нитратов более чем в 50 раз.

**Реактивы и оборудование.** Растительное сырье (картофель, морковь, яблоки и др.), Ионоселективный электрод (нитратный) ЭМ-NO3-01, хлорсеребряный электрод сравнения ЭВЛ-1МЗ, гомогенизатор, стеклянные стаканчики на 50 мл, стеклянные цилиндры на 50 мл, алюмокалиевые квасцы 1 %-й раствор, дистиллированная вода.

#### **Ход работы**

*Подготовка электродов к анализу.* Ионоселективный электрод (нитратный) ЭМ-NO3-01 перед началом работы заполняют приэлектродным раствором 0,1 М по  $\text{KNO}_3$  и 0,005 М по  $\text{KCl}$  (10,11 г  $\text{KNO}_3$  и 0,37 г  $\text{KCl}$  растворяют дистиллированной водой в мерной колбе емкостью 1000 мл и доводят объем до метки). Новый электрод в течение суток выдерживают в 0,1 М растворе  $\text{KNO}_3$ .

Прежде чем приступить к измерению, электрод помещают на 10 мин в дистиллированную воду, затем высушивают его фильтровальной бумагой и измеряют потенциал в трех растворах сравнения  $\text{KNO}_3$  (0,0001 М, 0,001 М и 0,01 М). Если характеристика электрода отличается от заданной, то электрод находится в нерабочем состоянии. В промежутках между работой нитратный мембранный электрод ЭМ-NO3-01 хранят в 0,1 М растворе  $\text{KNO}_3$ . При длительном перерыве в работе (более двух дней) электрод хранят на воздухе.

Если нитратный ионоселективный электрод хранится в растворе сравнения, то ежедневно перед началом работы его следует помещать на 6–10 мин в дистиллированную воду. Если электрод хранится на воздухе, то его помещают на 30 мин в 0,1 М раствор

KNO<sub>3</sub>. Затем электрод тщательно ополаскивают водой и промокают фильтровальной бумагой.

Хлорсеребряный электрод сравнения ЭВЛ-1МЗ в промежутке между работой хранят в дистиллированной воде.

*Методика проведения анализа.* Измельчить сырой растительный материал на терке.

В стеклянный стаканчик объемом 50 мл берут навеску растительного материала массой 12,5 г и переносят ее в стакан гомогенизатора, смывая остатки измельченного материала 1 %-м раствором алюмокалиевых квасцов (объем раствора алюмокалиевых квасцов составляет 50 мл), и гомогенизируют в течение 1 мин при 6000 об/мин.

При отсутствии гомогенизатора навеску растирают в ступке до однородной массы, переносят в плоскодонные колбы с притертыми крышками и перемешивают на встряхивателе в течение 3 мин.

Содержание нитратов в полученной суспензии определяют в трехкратном измерении. Для этого суспензию примерно в равных количествах разливают в 3 стеклянных стаканчика емкостью 50 мл.

В стаканчик с анализируемой суспензией помещают ионоселективный электрод (нитратный) вместе с хлорсеребряным электродом сравнения и снимают показания в  $pC NO_3$ .

Показания прибора считывают не ранее чем через 1 мин после прекращения дрейфа показания прибора.

Полученные значения  $pC NO_3$  переводят в мг/кг N–NO<sub>3</sub>.

По величине  $pC NO_3$  в исследуемых объектах находят содержание нитратного азота (мг/кг или мг/л) по формуле:

$$X = 10^{-pNO_3} 14 \frac{V}{m} 10^3$$

где  $X$  – содержание N–NO<sub>3</sub> в анализируемом материале, мг/кг; 14 – атомная масса азота, г;  $V$  – объем экстрагирующего раствора, мл;  $m$  – навеска анализируемого материала, г;  $10^3$  – коэффициент перевода в мг;  $-pNO_3$  – отрицательный логарифм концентрации нитрат-иона.

$$-(-\log C_{N-NO_3}), \quad \text{т. е. } C_{N-NO_3} = 10^{-pNO_3}.$$

Полученные результаты заносят в таблицу 8.

Таблица 8. Содержание нитратов в растительном сырье

Исследуемые продукты	№ пробы	Показания, $pC NO_3$	Содержание нитратного азота, мг/кг	$X_{\text{среднее}}$	$X_{\text{среднее}} \pm \Delta X$
Картофель	1				
	2				
	3				
Морковь	1				
	2				
	3				
Яблоки	1				
	2				
	3				

При необходимости пересчета результатов на абсолютно сухое вещество пользуются формулой:

$$X_1 = \frac{100 X}{100 - W}$$

где  $X_1$  – содержание N–NO<sub>3</sub>, мг/кг сухого вещества;  $X$  – содержание N–NO<sub>3</sub> в анализируемом материале, мг/кг;  $W$  – влажность материала, %; 100 – коэффициент пересчета в %.

Допустимая точность измерения нитратным ионоселективным электродом 0,5 рNO<sub>3</sub>.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений, допустимое расхождение между которыми по отношению к среднему арифметическому при  $P = 0,95$  не должно превышать, %: 30 – при содержании нитратов до 200 мг/кг; 25 – при содержании нитратов от 200 мг/кг и выше.

#### Оформление лабораторного журнала.

По результатам эксперимента заполнить таблицу 8.

Рассчитать среднее арифметическое значение содержания нитратов  $X_{cp}$  в исследуемых образцах:

$$X_{cp} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_i$$

где  $n$  – число измерений.

Найти среднее квадратичное отклонение результата измерения:

$$S_{X_{cp}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - X_{cp})^2}{n(n-1)}}$$

Определить доверительный интервал  $\Delta X$  при вероятности  $\alpha = 0,95$ :

$$\Delta X = t_{\alpha, n} \times S_{X_{cp}}$$

где  $t_{\alpha, n}$  – коэффициент Стьюдента (см. табл. 9).

Таблица 9. Коэффициенты Стьюдента

N	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$t_{\alpha}$	12,7	4,3	3,2	2,8	2,6	2,4	2,4	2,3	2,3

$N$  – число измерений.

Округлить результаты определения содержания нитратов –  $X_{cp}$  в соответствии с полученной величиной  $\Delta X$  и занести их значения в таблицу.

Найти относительную погрешность измерения  $\varepsilon_x$  (%):

$$\varepsilon_x = \frac{\Delta X_{cp}}{X} \times 100.$$