

УЧЕБНАЯ ЛИТЕРАТУРА



Для учащихся медицинских училищ

РУКОВОДСТВО  
К ПРАКТИЧЕСКИМ  
ЗАНЯТИЯМ  
ПО МЕТОДАМ  
САНИТАРНО-  
ГИГИЕНИЧЕСКИХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ

УЧЕБНАЯ ЛИТЕРАТУРА  
Для учащихся медицинских училищ

---

# РУКОВОДСТВО К ПРАКТИЧЕСКИМ ЗАНЯТИЯМ ПО МЕТОДАМ САНИТАРНО- ГИГИЕНИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

*Под редакцией*  
Л. Г. ПОДУНОВОЙ

Допущено Главным управлением подготовки  
и использования медицинских кадров  
Министерства здравоохранения СССР  
в качестве учебного пособия для учащихся  
медицинских училищ



МОСКВА «МЕДИЦИНА» 1990

ББК 51.2

P85

УДК 614.3/.7+613.6] (075.8)

З. Ф. АЗЕВИЧ, А. И. ГРОМОВ, А. А. ГАЛИЧ,  
Н. А. ОРЕХОВА, Н. С. ПЕРМЯКОВА, Г. А. ЗЕНИНА, Н. С. СВОДНОВА

*Рецензенты: М. П. Воронцов, проф., зав. кафедрой  
общей гигиены Харьковского медицинского института;  
Т. И. Своеволя, председатель цикловой комиссии  
Харьковского медицинского училища № 1.*

**Руководство к практическим занятиям по ме-**  
**P85** **тодам санитарно-гигиенических исследований:**  
Учеб. пособие/З. Ф. Азевич, А. И. Громов, А. А. Га-  
лич и др.; Под ред. Л. Г. Подуновой.— М.: Меди-  
цина, 1990.— 304 с.: ил.— (Учеб. лит. Для уча-  
щихся мед. училищ).— ISBN 5—225—00838—0

В руководстве изложены стандартные методы санитарно-гигиенических исследований воздуха, почвы, воды, ядохимикатов, полимерных материалов, пищевых продуктов и готовых блюд. Описаны приборы, используемые в лабораториях санитарно-гигиенических отделов СЭС, приведены правила работы с ними. В конце глав имеются контрольные вопросы и задачи.

Р 4105000000—168  
039(01)—90 55—90

ББК 51.2

ISBN 5—225—00838—0

© Издательство  
«Медицина»,  
Москва, 1990

## ПРЕДИСЛОВИЕ

«Основные направления развития охраны здоровья населения и перестройки здравоохранения СССР в двенадцатой пятилетке и на период до 2000 года» предусматривают дальнейшее повышение эффективности профилактики — генеральной линии советского здравоохранения.

Гигиена — основной профилактический раздел медицинской науки и практической деятельности здравоохранения. Объективная оценка окружающей человека среды, определение зависимости состояния здоровья населения от влияния этой среды невозможны без использования лабораторных и инструментальных методов. Лаборанты, фельдшеры-лаборанты, работающие на санитарно-эпидемиологической станции (СЭС), должны в совершенстве овладеть этими методами и уметь практически осуществлять отбор материалов и проведение исследований в отношении факторов, оказывающих влияние на здоровье человека.

Не освещая теоретических основ гигиены, руководство знакомит учащихся с содержанием работы санитарно-гигиенической лаборатории СЭС, а также с широко используемыми в практике методами лабораторных и инструментальных исследований. Приводятся сведения об исследовании остаточных количеств ядохимикатов и полимеров в различных объектах окружающей среды и пищевых продуктах; даются понятия о стандартизации и метрологическом обеспечении.

Основной задачей руководства является формирование определенных практических навыков и умений необходимых будущему лаборанту.

Авторы будут весьма признательны за все критические замечания и пожелания, направленные на улучшение руководства.

## Глава 1

### ОРГАНИЗАЦИЯ РАБОТЫ САНИТАРНО-ГИГИЕНИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

Санитарно-гигиеническая лаборатория, входящая в состав санитарно-гигиенического отдела, имеет три (гигиены труда, гигиены питания и коммунальной гигиены) и более отделений в зависимости от типа и категории СЭС. Существуют и самостоятельные лаборатории одного профиля в крупных СЭС. При централизации или создании межрайонных лабораторий их функции и зоны влияния расширяются. — появляется возможность узкой специализации исследований и подготовки аналитического материала.

СЭС — комплексное учреждение, причем комплексирование наиболее выражено в работе оперативных и лабораторных отделений.

Осуществляя государственный санитарный надзор, должностные лица СЭС нередко принимают меры вплоть до приостановки дальнейшей эксплуатации предприятия или учреждения. Такие решения часто основываются на результатах лабораторных исследований, поэтому, проводя исследование, лаборант должен всегда помнить о высокой ответственности за результат этого исследования и правильное оформление документации.

Работа СЭС носит плановый характер. Объем, содержание, время работы исполнителей определяются в соответствии с годовым, квартальным или месячным планами и графиками работы. Плановую, а иногда и внеплановую работу лаборант осуществляет в строгом соответствии с должностной инструкцией, разрабатываемой на основе «Положения о лаборанте лаборатории санитарно-гигиенического отдела» № 2952, утвержденного Минздравом СССР 29.12.83.

Лаборант подчиняется «Правилам внутреннего трудового распорядка», утвержденным для данной

СЭС, «Правилам устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санитарно-эпидемиологических учреждений системы Министерства здравоохранения СССР» № 2455—81, утвержденным Минздравом СССР 20.10.81 г.

Лаборант должен соблюдать: меры безопасности при работе с аппаратурой и оборудованием, правила работы с кислотами и щелочами, легковоспламеняющимися веществами; правила хранения реактивов и материалов; правила противоэпидемического режима и личной гигиены; уметь оказать первую медицинскую помощь.

Непосредственным руководителем лаборанта является врач-лаборант. Работой лаборатории руководит заведующий санитарно-гигиенической лабораторией или заведующий санитарно-гигиеническим отделом.

Лаборант должен хорошо знать документацию, которая ведется в лабораторном отделении: формы журналов учета, протоколы выемки и исследования проб, другие документы. В его обязанности входит заполнение этих форм, регистрация их и выдача. Лаборант должен уметь пользоваться счетной техникой (микрокалькулятором), пишущей машинкой.

Санитарно-гигиенические лаборатории оснащены современным оборудованием, сложной техникой, с которой лаборанту приходится работать. Некоторые лаборатории имеют подвижные установки для работы непосредственно на объекте, в населенных пунктах.

В санитарно-гигиенических лабораториях непрерывно идет процесс повышения квалификации лаборантов. Используются все формы повышения квалификации на месте: освоение новых методов исследований и нормативно-технической документации (НТД); самостоятельная работа со специальной литературой, реферирование печатных работ, подготовка докладов, участие в смотрах-конкурсах и т. д. Для лаборантов организуются курсы повышения квалификации по типовым программам, изучение передовой практики. Полезную работу по повышению квалификации лаборантов, как и других средних медицинских работников, проводят Советы фельдшеров-лаборантов, Советы наставников.

## 1.1. Понятие о стандартизации и метрологическом обеспечении

В ускорении темпов научно-технического прогресса, развитии общественного производства, улучшении качества продукции большое значение имеет стандартизация, так как она позволяет находить наиболее прогрессивные и экономически оптимальные решения, способствующие внедрению в производство новых машин, приборов, оборудования, сокращению сроков их разработки и освоения, решению задач автоматизации, унификации, а также совершенствованию производства. Стандарты стали законом производства.

ГОСТ 1.0—85 «Государственная система стандартизации. Основные положения» дает следующее определение стандартизации: «Стандартизация — деятельность, заключающаяся в нахождении решений для повторяющихся задач в сфере науки, техники и экономики, направленная на достижение оптимальной степени упорядочения в определенной области».

В ЭЭС при осуществлении государственного санитарного надзора стандартизация способствует выполнению двух важнейших задач:

своевременному и качественному внедрению НТД, особенно на методы лабораторных исследований (измерений);

обеспечению единства и достоверности лабораторных исследований (измерений) в соответствии с действующей НТД и правилами эксплуатации средств измерений.

Вся работа по стандартизации в Советском Союзе организуется в соответствии с положениями государственной системы стандартизации (ГСС). Эта система упорядочивает и регламентирует все работы по стандартизации на всех уровнях управления народным хозяйством.

Нормативно-технические документы, определяющие требования к объектам стандартизации в СССР, подразделяют на следующие категории: государственные общесоюзные стандарты — ГОСТ; отраслевые стандарты — ОСТ; республиканские стандарты — РТС; технические условия — ТУ; стандарты предприятий — СП; просто стандарты.

Стандарты, как правило, устанавливают требования к группам однородной продукции и только в не-

обходимых случаях требования к конкретной продукции, а технические условия устанавливают требования только к конкретной продукции (моделям, маркам).

В зависимости от объекта стандартизации (содержания стандарта) стандарты подразделяются на виды. Например, стандарты на продукцию подразделяются на параметры и размеры, типы, методы контроля, эксплуатацию и ремонт и др.; стандарты общетехнические — на термины и определения, обозначения, номенклатуру и др.; организационно-методические — на общие положения, порядок, построение.

Главной категорией среди НТД является государственный стандарт Союза ССР (ГОСТ). Наименование ГОСТа состоит из заголовка, который дает общее определение объекта стандартизации, подзаголовка, уточняющего или раскрывающего это определение, и (при необходимости) группового заголовка. Ключевым словом всегда в наименовании стандарта является наименование объекта, а потом уже его определение, например: «Вода питьевая», «Масло сливочное».

Цифровое определение ГОСТа включает порядковый регистрационный номер, год утверждения (последние две цифры), например: ГОСТ 2874—82 «Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством»; ГОСТ 26927—86 «Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути».

Кроме того, определены целые системы (комплексы) стандартов, которые систематизированы по межотраслевому принципу. Например, ГОСТ 1.0—85 «ГСС. Основные положения» относится к 1-й системе — Государственная система стандартизации (ГСС), а ГОСТ 12.1.014—84 «ССБТ. Воздух рабочей зоны. Методы измерения концентраций вредных веществ индикаторными трубками» — к 12-й системе стандартов безопасности труда (ССБТ).

Проблема обеспечения высокого качества продукции в народном хозяйстве, а в здравоохранении — высокого качества проводимых исследований (измерений) находится в прямой зависимости от степени метрологического обеспечения.

Метрологическое обеспечение, в соответствии с ГОСТ 1.25—76 «ГСС. Метрологическое обеспечение. Основные положения», это установление и применение научных и организационных основ, технических

средств, правил и норм, необходимых для достижения единства и требуемой точности измерений.

Научной основой метрологического обеспечения является метрология — наука об измерениях, методах и средствах обеспечения их единства и способах достижения требуемой точности.

Измерение — нахождение значения физической величины опытным путем с помощью специальных технических средств. В здравоохранении применяются все виды измерений (прямые, косвенные, совокупные, совместные).

Технические средства — это средства измерения, используемые при измерениях (исследованиях) и имеющие нормированные метрологические свойства.

Длительная работа по совершенствованию теоретических основ системы единиц измерения привела к разработке Международной системы единиц (СИ), внедренной во всех областях науки и техники, а также в медицине. ГОСТ 8.417—81 (СТ СЭВ 1052—78) «ГСИ. Единицы физических величин» вводит Международную систему единиц как обязательную. Основными преимуществами этой системы являются ее универсальность (она охватывает все области науки и техники), согласованность (коэффициенты пропорциональности в физических уравнениях, определяющих единицы производных величин, равны безразмерной единице), унификация единиц для всех видов измерений, применение удобных для практики основных и производных единиц, упрощение записи уравнений и формул, облегчение педагогического процесса, лучшее взаимопонимание при развитии научно-технических связей между различными странами, возможность создания новых производственных единиц.

В настоящее время СИ состоит из семи основных (метр, килограмм, секунда, ампер, кельвин, моль, кандела) и двух дополнительных (радиан, стерадиан) единиц. В связи с большими трудностями применения только единиц СИ допускается к применению ограниченная совокупность внесистемных единиц (тонна, минута, час, сутки, градус, минута, секунда, литр, градус Цельсия). Все другие системы и внесистемные единицы подлежат изъятию.

Важным условием объективности и сопоставимости результатов измерений является обеспечение их единства (т. е. такого состояния, когда их результаты

выражены в узаконенных единицах и погрешности известны с заданной вероятностью), а также требуемой точности.

Таким образом, метрология связана со стандартизацией, и эта связь выражается в стандартизации единиц физических величин, системы государственных эталонов, средств измерений и методов поверок, в создании стандартных образцов свойств и состава веществ. В свою очередь стандартизация опирается на метрологию, обеспечивающую правильность и воспроизводимость результатов лабораторных исследований (измерений), а также заимствует из метрологии методы определения и контроля качества.

### Контрольные вопросы

1. Перечислите обязанности лаборанта лаборатории санитарно-гигиенического отдела СЭС.
2. Каковы правила техники безопасности и личной гигиены при работе в лаборатории?
3. Что такое стандартизация?
4. Каковы задачи стандартизации в СЭС?
5. Перечислите нормативно-технические документы, необходимые при работе в лаборатории.
6. Что такое ГОСТ?
7. Каковы основные преимущества Международной системы единиц?
8. Перечислите основные и дополнительные единицы СИ.

## Глава 2

### МЕТОДЫ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

**Цель занятия.** Знакомство с современными методами физико-химических исследований.

**Задания.** 1. Ознакомьтесь с устройством и работой приборов. 2. Постройте калибровочный график, используя ФЭК для предложенного вещества. 3. Ответьте на контрольные вопросы.

Для проведения санитарно-гигиенических исследований в настоящее время широко применяются физико-химические методы исследования: фотометрический анализ (колориметрия, фотоколориметрия, спектрофотометрия); нефелометрический, спектральный, потенциометрический, полярографический, радиологический анализы, хроматографический и т. д. Они позво-

ляют определять микроконцентрации вредных веществ в объектах окружающей среды: атмосферном воздухе, воздухе рабочей зоны, питьевой воде, пищевых продуктах, а также одновременно определять комплекс веществ, находящихся в одной пробе.

## 2.1. Фотометрический метод

Фотометрический анализ отличается простотой выполнения, достаточной точностью и высокой чувствительностью. Он основан на избирательном поглощении светового потока однородными средами, пропорциональной зависимости между оптической плотностью вещества, его концентрацией и толщиной поглощающего слоя.

Существует определенное соотношение между цветом поглощаемого излучения и цветом анализируемого раствора (табл. 2.1).

Таблица 2.1. Зависимость спектральной области поглощения света от цвета раствора

Спектральная область максимального поглощения света раствором, нм	Цвет светофильтра	Цвет раствора
400—435	Фиолетовый	Желто-зеленый
435—480	Синий	Желтый
480—490	Зеленовато-синий	Оранжевый
490—550	Сине-зеленый	Красный
500—560	Зеленый	Пурпурный
560—580	Желто-зеленый	Фиолетовый
580—595	Желтый	Синий
595—625	Оранжевый	Зеленовато-синий
625—700	Красный	Сине-зеленый

Таким образом, спектральная область с длинами волн 400—435 нм имеет фиолетовый цвет и лучше всего поглощает раствор, окрашенный в желто-зеленый цвет.

Световой поток может иметь широкий участок излучения, порядка 20—30 нм, иногда 50 нм с определенным максимумом пропускания. Такой характер излучения встречается в фотоэлектроколориметрах, где световой поток в определенном интервале длин волн выделяется с помощью светофильтров. Это полихроматический световой поток.

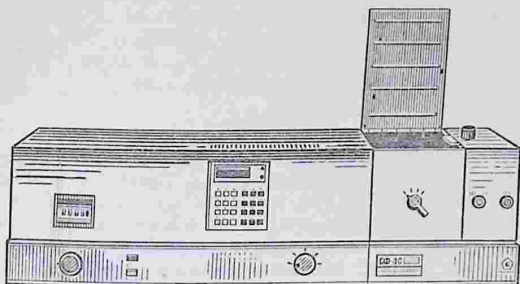


Рис. 2.1. Спектрофотометр.

Световой поток может представлять собой узкий пучок света определенной длины волны. Такой световой поток называется монохроматическим. Монохроматическое излучение характерно для спектрофотометров, где монохроматизация достигается с помощью кварцевой диспергирующей призмы или дифракционной решетки, с помощью которой длина волны может регулироваться с точностью до 0,2 нм.

**Спектрофотометрический анализ** имеет ряд преимуществ по сравнению с фотоколориметрическим. При использовании спектрометрии оптическую плотность анализируемых растворов измеряют спектрофотометром (рис. 2.1) с использованием монохроматического излучения, поэтому значительно увеличивается чувствительность и точность определения. Кроме того, спектрофотометрический метод применим как для анализа одного вещества в растворе, так и для анализа многокомпонентной системы веществ, не реагирующих химически друг с другом. Спектрофотометрия позволяет работать не только с окрашенными растворами, поглощающими свет в видимой области спектра, но и с прозрачными растворами, которые поглощают излучение в УФ- или ИК-областях спектра.

Основной закон светопоглощения. Если световой поток пропустить через кювету с раствором, поглощающим свет, то выходящий световой поток будет менее интенсивным, чем входящий. Ослабление светового потока связано с частичным поглощением его и частичным отражением.

Соотношение между интенсивностями падающего светового потока  $I_0$ , светового потока, прошедшего через раствор  $I$ , поглощенного  $I_n$  и отраженного  $I_{отр}$  можно выразить следующим образом:

$$I_0 = I + I_n + I_{отр}.$$

Интенсивность отраженной части светового потока не велика и ею можно пренебречь. Тогда,  $I_0 = I + I_n$ . Непосредственно можно измерить интенсивность падающего светового потока и светового потока, прошедшего через раствор. Интенсивность поглощенного светового потока непосредственному измерению не поддается. Ее принято выражать величиной  $\lg \frac{I_0}{I}$ . Эта величина называется оптической плотностью и обозначается  $A$ . Существует определенная зависимость между оптической плотностью, толщиной слоя и концентрацией вещества, выражаемая законом Бугера — Ламберта — Бера:

$$A = K \cdot c \cdot l,$$

где  $K$  — молярный коэффициент светопоглощения;  $c$  — концентрация раствора, моль/дм<sup>3</sup>;  $l$  — толщина слоя раствора, через который проходит световой поток, см.

Молярный коэффициент светопоглощения  $K$  зависит от длины волны, температуры растворителя и не зависит от толщины поглощающего слоя и концентрации растворенного вещества. Он отражает индивидуальные свойства вещества, для разных веществ он имеет различное значение. Величина молярного коэффициента светопоглощения является наиболее важной и объективной характеристикой чувствительности фотометрического метода. Чем выше величина коэффициента, тем чувствительнее метод.

Величина оптической плотности зависит от длины волны и концентрации раствора. Поглощение света при разных длинах волн неодинаково, оно носит избирательный характер. Если измерить максимальное значение оптической плотности какого-либо раствора при разных длинах волн и выразить это графически, то можно получить спектр поглощения данного вещества (рис. 2.2): при определенной длине волны (а); на определенном участке длин волны (б); при двух значениях длин волны (в). Спектр поглощения является индивидуальной характеристикой данного веще-

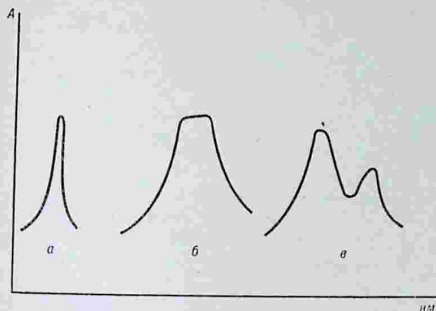


Рис. 2.2. Спектры поглощения. Объяснение в тексте.

ства, он используется для идентификации веществ. Если получить спектры поглощения растворов исследуемого вещества, имеющих различную концентрацию, то кривые спектров поглощения будут иметь одну и ту же форму, положение максимума поглощения сохранится на всех спектрах при одной и той же длине волны.

Как уже было сказано, величина оптической плотности зависит от концентрации раствора. Чем больше концентрация раствора, тем больше величина оптической плотности.

Построение калибровочного графика. Предварительно необходимо подготовить посуду — мерные колбы, пробирки, пипетки, реактивы и растворы.

Для построения калибровочного графика готовят серию стандартных растворов, охватывающих диапазон измеряемых концентраций исследуемого вещества согласно методике.

Калибровочный график строят по 5—6 сериям шкал; количество концентраций в каждой шкале должно быть не менее 5. Резко отличающиеся значения оптической плотности не учитывают. Из остальных рассчитывают среднее арифметическое значение для каждой концентрации и строят график зависимости оптической плотности от концентрации вещества (рис. 2.3).

Примерный размер графика 20—25×30 см; прямая должна проходить через начало координат под углом приблизительно 45°. В идеальном случае все точки

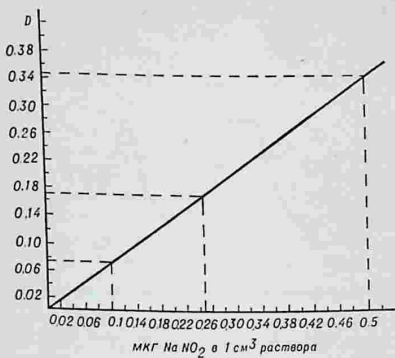


Рис. 2.3. График определения нитритов

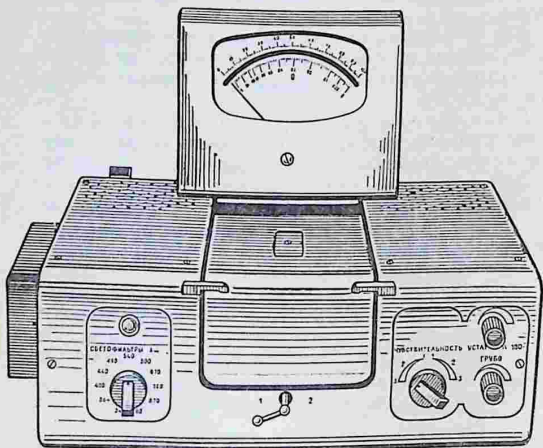


Рис. 2.4. КФК-2 (одноканальный)

располагаются на прямой, обычно часть точек располагается на прямой, часть выше и ниже ее, точки как бы чередуются.

На графике должны быть указаны условия фотометрирования: номер светофильтра или длина волны (нм); размер кюветы (мм), время фотометрирования. Кроме того, должна быть указана дата построения калибровочного графика. Калибровочный график необходимо периодически проверять по 2—3 концентрациям. Наиболее распространенными приборами являются фотоэлектроколориметр ФЭК-56М, колориметр фотоэлектрический однолучевой КФО, колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК-2 (рис. 2.4), КФК-2МП с микропроцессорной системой «Электроника» и спектрофотометр СФ-46 (табл. 2.2).

Таблица 2.2. Технические данные фотометрических приборов

Марка прибора	Спектральный диапазон, нм	Число светофильтров
ФЭК-56М	315—630	8
КФО	400 700	5
КФК-2 (КФК-2МП)	315—980	11
СФ-46	190—1100	—

Надежность результатов измерений при работе на фотоэлектроколориметрах и спектрофотометрах обеспечивается правильной установкой и эксплуатацией приборов. Поэтому приступать к измерениям можно только после тщательного ознакомления с описанием устройства прибора и правил его эксплуатации.

### 2.1.1. Методика работы на колориметре фотоэлектрическом концентрационном КФК-2

Подготовка к работе. Прибор включают в сеть за 15 мин до начала измерений. Во время прогрева кюветное отделение должно быть открыто (при этом шторка перед фотоприемниками перекрывает световой пучок). Затем устанавливают необходимый цветной светофильтр и устанавливают ручку «чувствительность» в положение «1» (при измерении со светофильтрами 315, 364, 400, 440, 490, 540 мм, обозначенными на лицевой панели прибора цифрами черного цвета, ручку «чувствительность» устанавливают

в положения «1», «2», «3», обозначенных на лицевой панели также цифрами черного цвета. При измерении со светофильтрами 590, 670, 750, 870, 980 нм, обозначенными на лицевой панели прибора цифрами красного цвета, ручку «чувствительность» устанавливают в одно из положений «1», «2», «3», обозначенных на лицевой панели также цифрами красного цвета) Ручку «установка 100 грубо» переводят в крайнее левое положение.

Перед измерениями и при переключении фотоприемников необходимо проверить установку стрелки прибора на «0» по шкале коэффициентов пропускания «Т» при открытом кюветном отделении. При смещении стрелки от нулевого положения ее подводят к нулю с помощью потенциометра «нуль», выведенного под шлиц.

Определение оптической плотности. В кюветное отделение устанавливают кюветы с растворителем (или контрольным раствором) и исследуемыми растворами. Сначала световой пучок пропускают через кювету с растворителем (или контрольным раствором). Закрывают крышку кюветного отделения. Ручками «чувствительность» и «установка 100 грубо» и «точно» устанавливают отсчет 100 по шкале прибора. Затем поворотом ручки заменяют кювету с растворителем (или контрольным раствором) на кювету с исследуемым раствором. Снимают показания по шкале прибора в единицах оптической плотности. Измерение проводят 3-5 раз и окончательное значение оптической плотности определяют как среднее арифметическое.

### 2.1.2. Методика работы на спектрофотометре СФ-46

Подготовка к работе. Прибор включают в сеть за 30 мин до начала измерений, нажав кнопку «сеть» и клавишу «пуск». Устанавливают требуемую длину волны, фотоэлемент и источник излучения, соответствующие выбранному спектральному диапазону измерений. Перед каждым новым измерением устанавливают ширину щели 0,15 мм во избежание засвечивания фотоэлементов.

Определение оптической плотности. Рукоятка переключения шторки светового потока должна быть закрыта. Устанавливают в кюветное отделение держатель кювет с кюветами, заполненными следующим образом: первая — растворителем или контрольным раствором; вторая, третья, четвертая — исследуемыми растворами. Нажимают клавишу «Ш(0)», и устанавливают рукояткой «нуль» на фотометрическом табло числовое значение в диапазоне от 0,05 до 0,1. Открывают шторку светового потока и на пути его устанавливают кювету с растворителем или контрольным раствором. Нажимают клавишу «К(1)», показание табло должно быть в пределах от 0,5 до 5,0. При показании меньше 0,5 следует увеличить ширину щели, при показании боль-

ше 5,0 следует уменьшить ширину щели. Нажимают клавишу «Д(5)», при этом на фотометрическом табло должно появиться показание  $0,000 \pm 0,001$ . Устанавливают поочередно на пути светового потока исследуемые растворы, перемещая каретку рукояткой. Нажимают клавишу «Д(5)» и при появлении показания, отличающегося от предыдущего не более чем на 0,1, снимают показание с фотометрического табло.

## 2.2. Полярографический метод

Полярографический метод анализа является одним из электрохимических методов. Он основан на расшифровке вольтамперных кривых, называемых полярограммами, которые получаются при электролизе исследуемого раствора в специальной электрополярографической ячейке. В этой ячейке в качестве одного электрода, называемого рабочим, используют ртуть, вытекающую из тонкого капилляра — катода с периодом капания 2—7 с и диаметром примерно 1 мм. Второй электрод — анод, является электродом сравнения. Он представляет собой слой ртути с большой поверхностью на дне сосуда.

От внешнего источника тока на электроды подается постепенно увеличивающееся напряжение. При наличии в анализируемом растворе веществ, способных окисляться или восстанавливаться, сила тока возрастает после достижения определенной величины приложенного напряжения, называемой потенциалом полуволны. Эта зависимость силы тока от приложенного напряжения выражается полярографической волной и регистрируется на самописце полярографа. Для количественного определения вещества используют прямо пропорциональную зависимость между силой предельного тока, выраженной высотой полярографической волны и концентрацией вещества в растворе. Для получения строго количественных закономерностей в анализируемый раствор вводят избыток постороннего электролита — фон. В качестве фона применяют соли лития и другие разбавленные соли, кислоты, щелочи. Присутствие кислорода в анализируемом растворе мешает проведению анализа, поэтому его удаляют, пропуская через раствор инертный газ.

Для полярографии используют полярографы различных марок (рис. 2.5). Полярографированию поддаются практически все катионы металлов, многие анионы, неорганические и органические вещества,

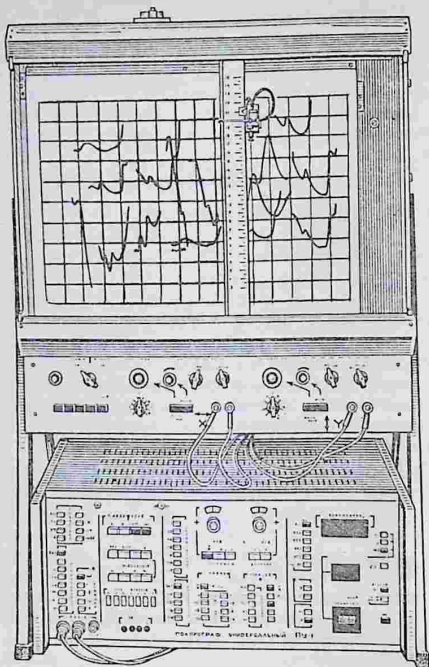


Рис. 2.5. Полярограф ПУ-1

способные к электрохимическому окислению или восстановлению. Высокая чувствительность метода сочетается с достаточной точностью. Быстрота выполнения анализа, объективность получаемых результатов в сочетании с хорошей воспроизводимостью, выгодно выделяет полярографический метод среди других физико-химических методов исследования. Этот метод нашел широкое применение в санитарно-химическом анализе для исследования пищевых продуктов на содержание солей тяжелых металлов, а также питьевых вод, поверхностных водоемов и сточных вод на содержание

солей хрома, свинца, цинка, меди. В воздухе полярографическим методом определяют свинец, хром, марганец, цинк, кадмий, медь, формальдегид и другие токсичные вещества.

### 2.3. Метод газовой хроматографии

Газовая хроматография — метод разделения смеси веществ, основанный на распределении компонентов между двумя несмешивающимися фазами. Подвижной фазой является инертный газ, неподвижной — жидкость или твердое тело. В газожидкостной хроматографии разделяемые компоненты перемещаются по колонке с помощью газа-носителя, распределяясь между ним и жидкой неподвижной фазой, нанесенной на твердый носитель.

Жидкие неподвижные фазы — это вещества, которые в виде пленки наносят на поверхность твердого инертного носителя. Они представляют собой жидкости, имеющие высокую температуру кипения, относящиеся к различным классам соединений.

Твердый носитель — инертное тело, на которое наносится жидкая фаза в виде однородной пленки. Сами носители не должны взаимодействовать с анализируемыми веществами.

Газ-носитель (гелий, азот, аргон) переносит анализируемую пробу через хроматографическую колонку.

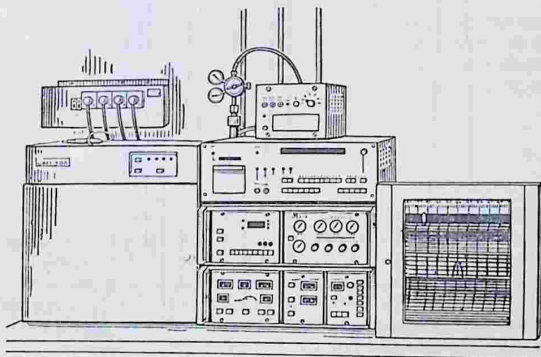


Рис. 2.6. Хроматограф марки «Цвет».

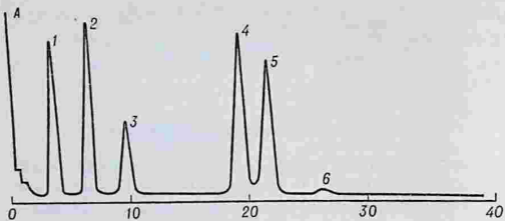


Рис. 2.7. Газохроматографическое разделение пестицидов.

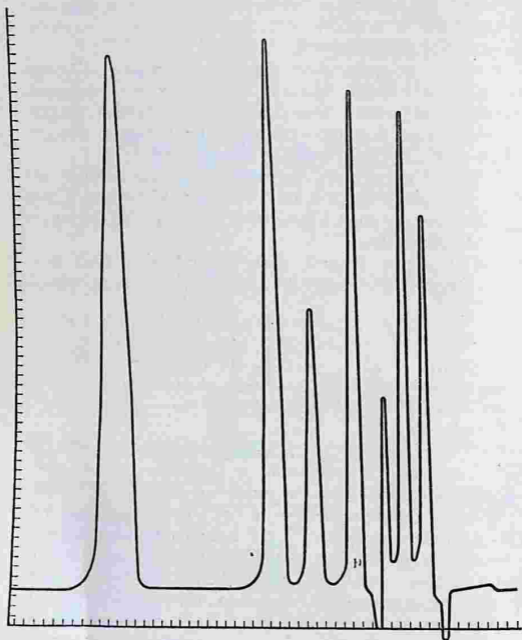


Рис. 2.8. Хроматограмма разделения группы органических веществ ароматического и алифатического рядов.

Анализ смесей исследуемых компонентов выполняют на специальных приборах — хроматографах (рис. 2.6). Хроматографы состоят из регулятора расхода газов, системы ввода проб, термостатируемой колонки детектора и регистрирующего устройства. Современные хроматографы построены по принципу блочной конструкции, включают набор детекторов и вычислительную технику для обработки хроматограмм.

Детектор регистрирует присутствие каждого компонента в пробе и позволяет измерить его количество. Детектор определяет точность и чувствительность метода. Регистрация вещества осуществляется за счет изменения свойства газового потока, выходящего из хроматографической колонки и преобразующегося в электрический сигнал.

Метод газовой хроматографии позволяет определить ничтожно малые количества веществ, не обладающих специфическими реакциями и анализировать смеси десятков и сотен компонентов с близкими свойствами. Разделенные вещества фиксируются в виде пиков на хроматограмме. Местоположение пика на хроматограмме характеризуется временем удерживания. Время удерживания компонента — это период от момента ввода в колонку анализируемой пробы до момента выхода (максимум пика). Размер пика на хроматограмме прямо пропорционален количеству анализируемого вещества, что позволяет проводить количественный анализ (рис. 2.7, 2.8).

Метод газовой хроматографии является высокочувствительным, точным, универсальным, имеет большие преимущества по сравнению с другими методами; используется для определения смесей токсичных веществ в воздухе, продуктах, воде и др.

#### 2.4. Люминесцентный метод

Люминесцентный метод основан на переводе молекул или атомов вещества в энергетическое возбужденное состояние и измерении интенсивности свечения, возникающего при возвращении молекул в состояние равновесия. Основным методом количественного химического люминесцентного анализа является флюориметрия — метод установления количества люминесцирующего вещества по интенсивности возникающей люминесценции. При этом существует определен-

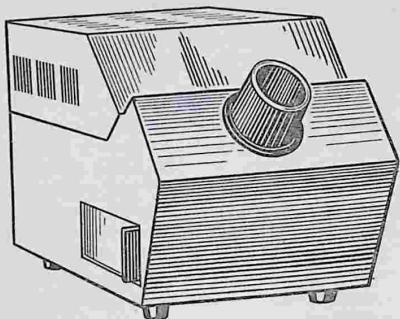


Рис. 2.9. Люминоскоп.

ная зависимость между интенсивностью люминесценции и концентрацией вещества. Флюориметрические методы принципиально ничем не отличаются от фотометрических и представляют лишь разновидность оптических методов, однако имеют и свои специфические особенности.

Поглощая свет соответствующей энергии, атом вещества переходит из нормального состояния  $E_0$  в возбужденное  $E_1$ , при этом наблюдается свечение. Частоты поглощенного и излученного света равны (резо-

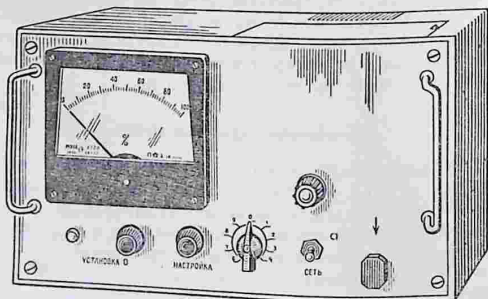


Рис. 2.10. Флюориметр для определения концентраций в окрашенных растворах.

нансное излучение). Во всех видах люминесценции проявляются характерные свойства веществ, что может служить основой для их распознавания и изучения, т. е. составляет предмет санитарно-химического анализа.

Флюориметрические измерения выполняются визуально и с помощью объективных методов регистрации возникающего излучения.

Основными узлами любой флюориметрической установки является источник возбуждающей реакции: первичное монохроматизирующее устройство и приемник лучистой энергии.

Наиболее простыми являются приборы, применяемые при выполнении качественного анализа визуальной флюориметрии (рис. 2.9). Для количественного анализа существуют более сложные приборы — флюориметры (рис. 2.10). Для изучения спектров люминесценций и установления качественных характеристик люминесцентного излучения служат спектрофлюориметры.

Люминесцентный анализ обладает исключительной чувствительностью: люминесценцию можно наблюдать при исследовании очень малых концентраций люминесцирующих веществ. Этот метод успешно конкурирует с большинством физико-химических методов.

Метод применяют для определения нефтепродуктов в воде, смолистых веществ в воздухе рабочей зоны, бензилового спирта в атмосферном воздухе, витаминов, афлатоксинов в пищевых продуктах.

### Контрольные вопросы

1. В чем заключается принцип работы фотоэлектроколориметров?
2. В чем заключаются преимущества спектрофотометрического метода?
3. Сформулируйте основной закон светопоглощения.
4. Как графически изображается зависимость оптической плотности от концентрации вещества?
5. Каков порядок построения калибровочного графика?
6. Каков порядок работы на КФК-2 и СФ-46?
7. Каковы принципы работы полярографа и хроматографа?
8. В каких случаях применяется люминесцентный метод?

## ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И ОТБОР ПРОБ ВОЗДУХА

**Цель занятия.** Освоить санитарно-физические методы исследования микроклимата закрытого помещения.

**Задания.** 1. Ознакомьтесь с устройством приборов. 2. Измерьте среднюю температуру воздуха в помещении, его влажность, скорость движения воздуха, атмосферное давление. 3. Оформите протокол лабораторного исследования, дайте оценку полученным результатам. 4. Ответьте на контрольные вопросы и решите задачи.

Для оценки физических свойств воздуха измеряются следующие показатели: температура, влажность, скорость движения и атмосферное давление. Поскольку нормирование ведется по отдельным показателям, предварительно они определяются и оцениваются раздельно и являются исходными для комплексной оценки метеорологических факторов.

### 3.1. Определение температуры

Приборы, измеряющие температуру воздуха условно подразделяют на фиксирующие (максимальные и минимальные) и измеряющие (в момент наблюдения). Максимальные термометры обычно ртутные, минимальные — спиртовые, измеряющие — жидкостные (спиртовые, ртутные) и электрические.

Чаще применяются ртутные термометры, они более точные, измеряют температуру воздуха в пределах от  $-35$  до  $+357^{\circ}\text{C}$ ; с помощью спиртовых термометров удобно измерять низкие температуры воздуха (до  $-130^{\circ}\text{C}$ ). (Точка кипения спирта  $78,3^{\circ}\text{C}$ ; ртуть замерзает при  $-39,4^{\circ}\text{C}$ .)

В **максимальных термометрах** в дно резервуара впаивают стеклянный стержень, который входит в капиллярную трубку, сужая ее просвет. При повышении температуры воздуха ртуть проходит между стержнем и стенками трубки, при снижении — столбик ртути не в состоянии преодолеть сопротивление и войти обратно в резервуар и показывает бывший максимум температуры. Чтобы вогнать ртуть обратно в резервуар, необходимо встряхнуть термометр. Во время измерения максимальные термометры устанавливают

горизонтально, при снятии показаний следует приподнять верхний его конец.

**Минимальный термометр** имеет штифт (стеклянную иглу-указатель), который погружен в спирт. Перед измерением поднимают нижний конец термометра и штифт касается поверхности спирта, затем термометр устанавливается горизонтально. При повышении температуры воздуха спирт проходит мимо штифта, при понижении — столбик спирта укорачивается и поверхностная пленка увлекает за собой штифт вниз и устанавливает его в положении, соответствующем минимуму наблюдающейся температуры воздуха. Отсчет производят по наиболее отдаленному от резервуара термометра концу штифта.

Среднюю температуру воздуха в помещении измеряют в 6 точках: по вертикали на высоте 0,1; 1,0; 1,5 м от пола. Перепады температур по вертикали не должны превышать  $2^{\circ}\text{C}$ ; по горизонтали — в центре помещения и на расстоянии 0,2 м от наружной и внутренней стен. Разница также не должна превышать  $2^{\circ}\text{C}$ . После вычисления средней температуры воздуха, разности температур по вертикали и горизонтали помещения найденным величинам дается соответствующая оценка.

Среднесуточная температура воздуха складывается из отдельных измерений, выполненных через равные промежутки времени 3—4 раза в сутки. В производственных помещениях при равномерном технологическом процессе измерения осуществляют

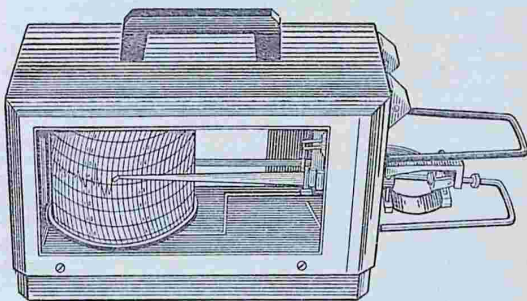


Рис. 3.1. Термограф.

в начале, середине и конце смены. Если производство носит периодический характер, то измерять температуру воздуха необходимо с учетом работы источника теплового излучения.

При необходимости постоянного наблюдения за изменениями температуры воздуха в течение суток, недели используют самопишущие приборы — **термографы** (рис. 3.1). Воспринимающая часть их состоит из биометаллической пластинки. Спаянные между собой полоски металлов имеют различные коэффициенты линейного расширения, поэтому при колебаниях температуры изменяется радиус их кривизны. Один конец пластинки укреплен неподвижно, а другой при помощи рычажков соединен с пером, соприкасающимся с бумажной лентой, надетой на вращающийся барабан. Изменения кривизны пластинок в связи с изменением температуры регистрируются на ленте барабана, которая разграфлена по дням, часам и градусам. Перед началом записи перо термографа устанавливают на тот уровень температуры, который показывает контрольный термометр. В период записи колебаний температуры воздуха следует периодически сверять показания термографа с ртутными или спиртовыми термометрами.

### 3.2. Определение влажности

Влажность воздуха определяют психрометрами и гигрометрами. Психрометры показывают температуру сухого и влажного термометров, по показаниям которых рассчитывается абсолютная и относительная влажность воздуха. Гигрометры показывают непосредственно относительную влажность воздуха. Для определения влажности воздуха пользуются двумя видами психрометров: стационарным (Августа) и аспирационным (Ассмана).

Принцип психрометрии заключается в определении показаний двух термометров, шарик одного из которых увлажнен. Влага, испаряясь с различной скоростью в зависимости от влажности и скорости движения воздуха, отнимает тепло от термометра, поэтому показания влажного термометра будут ниже, чем показания сухого. На основании показаний двух термометров вычисляют относительную влажность воздуха расчетным методом и по таблицам.

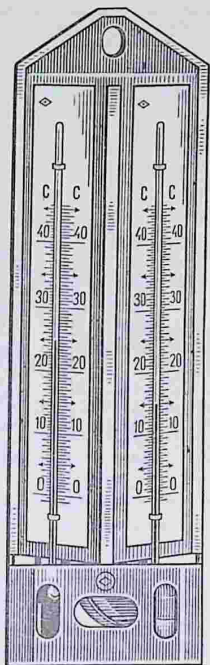


Рис. 3.2. Психрометр Августа.

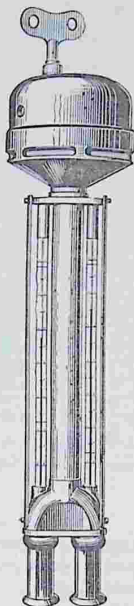


Рис. 3.3. Аспирационный психрометр Ассмана.

В точке измерения психрометр Августа (рис. 3.2) устанавливают так, чтобы на него не влияли тепловые излучения или движение воздуха, которые могут изменить точность показаний прибора. Отсчет показаний производят через 10—15 мин.

Абсолютную влажность определяют по формуле:

$$A = f - a(t_1 - t_2) \cdot B \text{ мм рт. ст.},$$

где  $f$  — максимальное напряжение водяных паров при температуре влажного термометра, мм рт. ст. (табл.

Таблица 3.1. Максимальное напряжение водяных паров в зависимости от температуры воздуха

Температура воздуха, °С	Напряжение водяных паров, мм рт. ст.*	Температура воздуха, °С	Напряжение водяных паров, мм рт. ст.
-5	3,16	19	16,477
-4	3,67	20	17,735
-3	4,256	21	18,650
0	4,579	22	19,827
1	4,926	23	21,068
2	5,294	24	22,377
3	5,685	25	23,756
4	6,101	26	25,209
5	6,543	27	26,739
6	7,103	28	28,35
8	8,045	30	31,842
10	9,209	32	35,663
11	9,844	35	42,175
12	10,518	37	47,067
13	11,234	40	55,324
14	11,987	45	71,88
15	12,788	55	118,04
16	13,634	70	233,7
17	14,530	100	760,0
18	15,477		

\* Перевод в единицы СИ (Па) осуществляется путем умножения на 133,322.

3.1);  $a$  — психрометрический коэффициент (0,00074 для атмосферы; 0,0011 для закрытых помещений);  $t_1$  — температура сухого термометра, °С;  $t_2$  — температура влажного термометра, °С;  $B$  — барометрическое давление, мм рт. ст.

Относительную влажность определяют по формуле:

$$K = \frac{A \cdot 100}{M} \%.$$

где  $A$  — абсолютная влажность, мм рт. ст.;  $M$  — максимальное напряжение водяных паров при температуре сухого термометра, мм рт. ст. (см. табл. 3.1).

Относительную влажность воздуха можно определить по табл. 3.2.

**Аспирационный психрометр Ассмана** (рис. 3.3) дает более точные показания, так как ртутные резервуары термометра заключены в металлические гильзы, предохраняющие их от воздействия теплового излу-

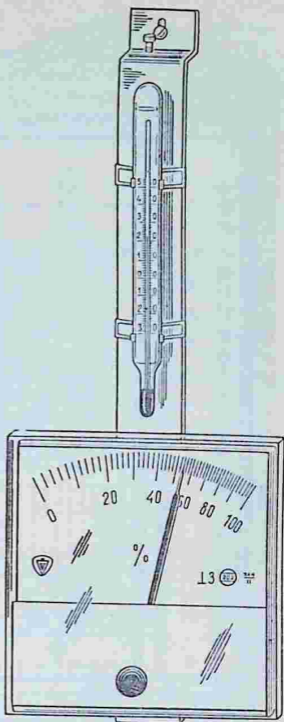
Таблица 3.2. Определение относительной влажности воздуха по психрометру Августа

Показания сухого термометра, °С	Показания влажного термометра, °С																		
	5,3	5,7	6,0	6,4	6,8	7,2	7,6	8,0	8,4	8,7	9,1	9,5	9,9	10,3	10,7	11,0	11,3	11,7	12,0
12	5,3	5,7	6,0	6,4	6,8	7,2	7,6	8,0	8,4	8,7	9,1	9,5	9,9	10,3	10,7	11,0	11,3	11,7	12,0
13	5,9	6,4	6,8	7,2	7,6	8,0	8,4	8,8	9,2	9,6	10,0	10,4	10,8	11,1	11,5	11,8	12,2	12,6	13,0
14	6,6	7,1	7,5	8,0	8,4	8,6	9,2	9,7	10,1	10,5	10,9	11,3	11,7	12,1	12,5	12,8	13,2	13,6	14,0
15	7,3	7,8	8,2	8,7	9,2	9,6	10,0	10,5	10,9	11,4	11,8	12,2	12,6	13,0	13,4	13,8	14,2	14,6	15,0
16	8,0	8,5	9,0	9,4	9,9	10,3	10,8	11,3	11,8	12,2	12,6	13,1	13,5	14,0	14,4	14,8	15,6	16,0	16,0
17	8,6	9,1	9,7	10,2	10,7	11,2	11,6	12,1	12,6	13,0	13,5	13,9	14,4	14,9	15,3	15,8	16,2	16,6	17,0
18	9,3	9,9	10,4	10,9	11,4	11,9	12,4	12,9	13,4	13,9	14,4	14,8	15,3	15,7	16,2	16,6	17,1	17,5	18,0
19	10,0	10,6	11,1	11,7	12,2	12,7	13,2	13,8	14,8	14,8	15,3	15,7	16,2	16,7	17,2	17,6	18,1	18,5	19,0
20	10,6	11,2	11,8	12,4	12,9	13,4	14,0	14,5	15,1	15,6	16,1	16,6	17,1	17,6	18,1	18,5	19,0	19,5	20,0
21	11,2	11,9	12,6	13,1	13,6	14,2	14,8	15,3	15,9	16,6	17,1	17,5	18,0	18,6	19,1	19,5	20,0	20,5	21,0
22	11,8	12,5	13,2	13,8	14,4	15,0	15,6	16,1	16,7	17,3	17,9	18,4	18,9	19,5	20,0	20,5	21,0	21,5	22,0
23	12,5	13,1	13,8	14,4	15,1	15,7	16,4	17,0	17,6	18,2	18,8	19,3	19,8	20,4	20,9	21,5	22,0	22,5	23,0
24	13,1	13,8	14,5	15,2	15,9	16,5	17,1	17,8	18,4	19,0	19,6	20,1	20,7	21,3	21,9	22,4	23,0	23,0	24,0
25	13,7	14,5	15,2	15,9	16,6	17,2	17,9	18,5	19,2	19,8	20,5	21,2	21,7	22,2	22,8	23,3	23,9	24,4	25,0
Относительная влажность, %	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70	75	80	85	90	95	100

Т а б л и ц а 3.3. Определеие относительной влажности по показаниям аспирационного психрометра, %

Показания сухого термометра, °С	Показания влажного термометра, °С													
	10,0	11,0	12,0	13,0	14,0	15,0	16,0	17,0	18,0	19,0	20,0	21,0	22,0	23,0
15	52	61	71	80	90	100								
16	46	54	63	71	81	90	100							
17	39	47	55	64	72	81	90	100						
18	34	41	49	56	65	73	82	91	100					
19	29	36	43	50	58	66	74	82	91	100				
20	24	30	37	44	52	59	66	74	83	91	100			
21	20	26	32	39	46	53	60	67	75	83	91	100		
22	16	22	28	34	40	47	54	61	68	76	84	91	100	
23	13	18	24	30	36	42	48	55	62	69	76	84	92	100

Рис. 3.4.  
Гигрометр волосяной.



чения. Корпус прибора заключен в защитную трубку, в конце которой помещен аспирационный вентилятор, который обеспечивает постоянную скорость движения воздуха (2 м/с).

Для определения влажности воздуха психрометр подвешивают в исследуемой точке на расстоянии 1,5 м от пола. Показания снимают летом через 4—5 мин, зимой — через 15—20 мин.

Абсолютную влажность определяют по формуле:

$$A = f - 0,5(t_1 - t_2) \frac{B}{755} \text{ мм рт. ст.},$$

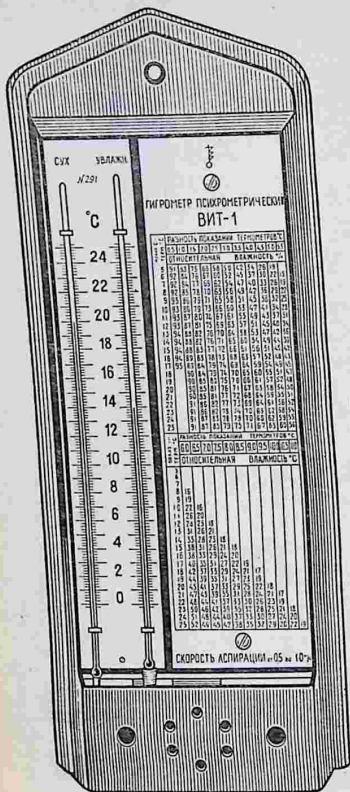


Рис. 3.5.  
Гигрометр психрометрический.

где  $f$  — максимальное напряжение водяных паров при температуре влажного термометра (см. табл. 3.1), мм рт. ст.;  $t_1$  — показания сухого термометра, °C;  $t_2$  — показания влажного термометра, °C;  $B$  — барометрическое давление в момент определения, мм рт. ст.; 0,5 — постоянный психрометрический коэффициент.

Относительную влажность по аспирационному психрометру можно определить по табл. 3.3. Для этого в вертикальном столбце находят показания сухого термометра, в горизонтальном — показания влажного термометра. Относительную влажность (в процентах) находят в месте пересечения горизонтальной и вертикальной линий.

**Гигрометр волосяной** (рис. 3.4). Принцип работы основан на свойстве обезжиренных человеческих волос изменять свою длину в зависимости от влажности. Изменение длины волос передается стрелке, которая, перемещаясь вдоль шкалы, указывает относительную влажность воздуха в процентах.

При определении влажности в помещении гигрометр подвешивают на стене вдали от источника тепла. Показания гигрометра следует периодически проверять по аспирационному психрометру, так как чувствительность волоса со временем меняется.

**Гигрометр психрометрический ВИТ** состоит из двух термометров со шкалой и психрометрической таблицы (рис. 3.5). Метод измерения основан на зависимости между влажностью воздуха и психрометрической разностью показаний «сухого» и «увлажненного» термометров.

Сначала снимают показания термометров, определяют их разность. Затем по показанию «сухого» термометра и разности показаний определяют относительную влажность воздуха по психрометрической таблице.

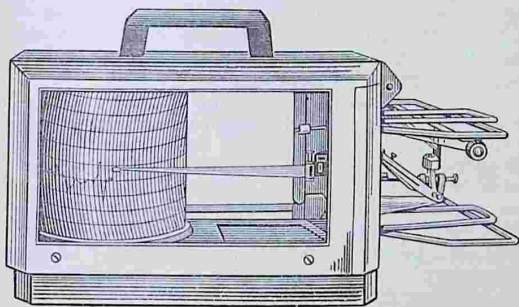


Рис. 3.6. Гигрограф.

Гигрограф (рис. 3.6) служит для постоянного наблюдения за изменениями относительной влажности воздуха; используются суточные и недельные гигрографы. Воспринимающая часть прибора состоит из пучка (35—40 штук) обезжиренных человеческих волос, натянутых на раму и закрепленных с обоих концов. При изменении степени насыщения воздуха водяными парами увеличивается или уменьшается длина пучка волос. Эти колебания с помощью передаточного механизма вызывают перемещение стрелки с пером по диаграммной ленте. Регистрирующая часть прибора такая же, как и у термографа. Необходимо показания гигрографа периодически контролировать по психрометру.

### 3.3. Определение скорости движения

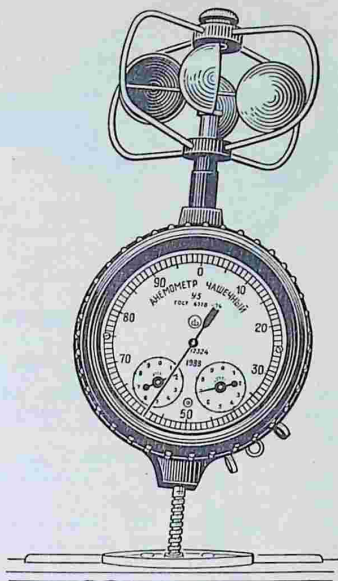
Скорость движения воздуха определяют с помощью анемометров (прямой способ) или кататермометров (косвенный способ).

**Чашечный анемометр** (рис. 3.7) используют для определения скорости движения воздуха в интервале от 1 до 50 м/с. В верхней части прибора имеются четыре полушария, связанные со счетчиком оборотов посредством зубчатой передачи, оси которых снабжены стрелками и выведены на поверхность коробки. Большая стрелка движется по циферблату, разделенному на 100 частей, а каждая маленькая стрелка — по циферблату, разделенному на 10 частей, и поэтому показывает величины в 10 раз большие; прибор на нуль не устанавливается, поэтому перед измерением скорости движения воздуха записывают исходное положение стрелок на циферблатах.

Затем помещают прибор в ток воздуха таким образом, чтобы ось вращения чашек была перпендикулярна потоку воздуха. В течение 1—2 мин чашки вращаются вхолостую, затем включают счетчик оборотов. Наблюдения проводят в течение 1—2 мин, после чего счетчик выключают и записывают показания. Разницу в показаниях прибора делят на количество секунд работы анемометра и умножают на поправку, указанную в паспорте, или пересчитывают по тарировочной кривой анемометра.

**Крыльчатый анемометр** (рис. 3.8) более чувствителен и пригоден для определения скорости движения

Рис. 3.7.  
Чашечный анемометр.



воздуха в интервале от 0,5 до 10 м/с. Этот прибор вместо полушарий имеет легкие алюминиевые крылья, заключенные в широкое металлическое кольцо. Перед определением скорости движения воздуха записывают начальные показания счетчиков, устанавливают анемометр в воздушном потоке и через 10—15 с включают одновременно прибор и секундомер. Скорость движения воздуха определяют в течение 1—2 мин. Затем разность конечного и начального показаний счетчиков делят на время измерения в секундах (количество делений, приходящееся на 1 с). С помощью графика определяют скорость воздушного потока.

**Электротермоанемометр ЭА-2М** (рис. 3.9) позволяет определить скорость движения воздуха в интервале от 0,03 до 5 м/с и его температуру в пределах от 10 до 60° С. Принцип работы прибора основан на охлаждении движущимся воздухом полупроводникового микротермосопротивления.

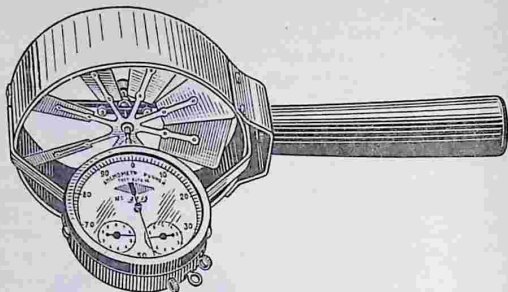


Рис. 3.8. Ручной крыльчатый анемометр.

Перед измерением прибор устанавливают горизонтально, присоединяют к нему датчик и подключают прибор к сети (он может работать и автономно на батареях).

Для измерения скорости движения воздуха переключатель 5 ставят в положение «А», переключатель 6 — в положение «Контроль», переключатель 2 — в положение НП (наружный источник питания) или ВП (внутренний источник питания). Вращением

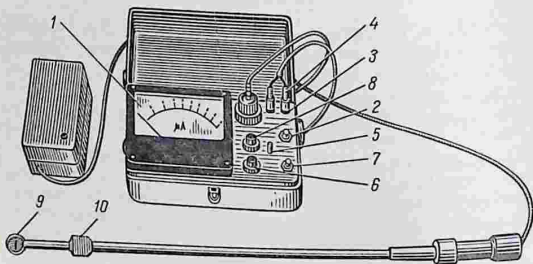


Рис. 3.9. Электротермоанемометр ЭА-2М.  
1 — гальванометр; 2 — переключатель питания; 3 — клеммы для включения в сеть; 4 — вилка датчика; 5 — переключатель для измерения температуры или скорости движения воздуха; 6 — переключатель «измерение — контроль»; 7 — ручка регулировки напряжения; 8 — ручка регулировки подогрева; 9 — датчик (микротермосопротивление); 10 — защитный футляр датчика.

ручки 7 устанавливают стрелку гальванометра на максимальное деление шкалы, переключатель 6 ставят в положение «Измерение». Производят отсчет показаний гальванометра, по графику определяют скорость движения воздуха.

Для измерения температуры воздуха переключатель 5 ставят в положение «Т» и далее выполняют действия в той же последовательности, что и при определении скорости воздушного потока.

**Кататермометр** позволяет определить очень слабые токи воздуха в пределах от 0,1 до 1,5 м/с. Прибор представляет собой спиртовой термометр с цилиндрическим (рис. 3.10) или шаровым резервуаром (рис. 3.11). Шкала цилиндрического кататермометра градуирована в пределах от 35 до 38° С, шарового — от 33 до 40° С.

Вначале определяют охлаждающую способность воздуха. Для этого спиртовой резервуар помещают в стакан с горячей водой (50—60° С) до наполнения на  $\frac{1}{2}$  верхнего резервуара кататермометра. Затем прибор вытирают до суха. Секундомером засекают время, в течение которого столбик спирта снизится с 38 до 35° С. Определение повторяют 2—3 раза и находят среднее значение.

При охлаждении резервуара прибор теряет определенное количество тепла. Количество тепла, теряемое с 1 см<sup>2</sup> поверхности резервуара кататермометра за время снижения столбика спирта с 38 до 35° С, называется фактором прибора (*F*). Он указывается на капилляре каждого кататермометра.

Охлаждающую способность воздуха при пользо-

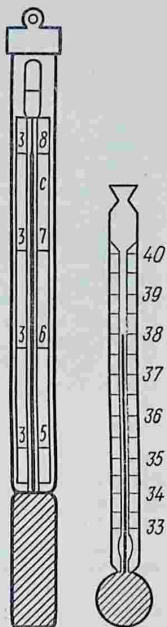


Рис. 3.10. Кататермометр с цилиндрическим резервуаром.

Рис. 3.11. Кататермометр с шаровым резервуаром.

вании цилиндрическим кататермометром определяют по формуле:

$$H = \frac{F}{t} \text{ Дж/с,}$$

где  $F$  — фактор прибора;  $t$  — время, за которое столбик спирта опустился с  $38$  до  $35^\circ \text{C}$ , с.

При работе с шаровым кататермометром наблюдения за охлаждением прибора необходимо проводить в пределах тех интервалов температур, сумма которых, разделенная на 2, давала бы частное  $36,5^\circ \text{C}$ . Например, можно брать следующие интервалы: от  $40$  до  $33^\circ \text{C}$ , от  $39$  до  $34^\circ \text{C}$  и от  $38$  до  $35^\circ \text{C}$ . В последнем случае для вычисления охлаждающей способности воздуха пользуются формулой для цилиндрического кататермометра. При использовании интервалов  $40-33^\circ \text{C}$  и  $39-34^\circ \text{C}$  величину охлаждения определяют по формуле:

$$H = \frac{\Phi \cdot (T_1 - T_2)}{t},$$

где  $\Phi = F/3$  — константа кататермометра,  $\text{мДж/см}^2 \cdot \text{с}$ ;  $T_1$  — высшая температура,  $^\circ \text{C}$ ;  $T_2$  — низшая температура,  $^\circ \text{C}$ ;  $t$  — время падения столбика спирта, с.

Зная величину охлаждения кататермометра и температуру воздуха можно вычислить скорость его движения. При определении скорости менее  $1 \text{ м/с}$  пользуются формулой:

$$v = \left( \frac{\frac{H}{Q} - 0,20}{0,40} \right)^2.$$

Если скорость более  $1 \text{ м/с}$ , то ее определяют по формуле:

$$v = \left( \frac{\frac{H}{Q} - 0,13}{0,47} \right)^2.$$

где  $v$  — скорость движения воздуха,  $\text{м/с}$ ;  $H$  — охлаждающая способность воздуха,  $\text{Дж/с}$ ;  $Q$  — разность между средней температурой кататермометра  $36,5^\circ \text{C}$  и температурой воздуха в момент исследования,  $^\circ \text{C}$ .

Кроме того, зная величины  $\frac{H}{Q}$  и температуру воздуха, скорость движения воздуха можно определить по табл. 3.4 и 3.5.

Таблица 3.4. Скорость движения воздуха в зависимости от поправки на температуру (при скорости меньше 1 м/с)

$\frac{H}{Q}$	Температура воздуха, °С							
	0	12,5	15	17,5	20	22,5	25	26
0,27	—	—	—	—	0,041	0,047	0,051	0,559
0,28	—	—	—	0,049	0,051	0,061	0,070	0,070
0,29	0,041	0,050	0,051	0,060	0,067	0,076	0,085	0,089
0,30	0,051	0,060	0,065	0,073	0,082	0,091	0,101	0,104
0,31	0,061	0,070	0,079	0,088	0,098	0,107	0,116	0,119
0,32	0,076	0,085	0,094	0,104	0,113	0,124	0,136	0,140
0,34	0,091	0,101	0,110	0,119	0,128	0,140	0,153	0,159
0,35	0,127	0,136	0,145	0,154	0,167	0,180	0,196	0,203
0,36	0,142	0,151	0,165	0,179	0,192	0,206	0,220	0,225
0,37	0,163	0,172	0,185	0,198	0,212	0,226	0,240	0,245
0,38	0,183	0,197	0,210	0,222	0,239	0,249	0,266	0,273
0,39	0,208	0,222	0,232	0,244	0,257	0,274	0,293	0,301
0,40	0,229	0,242	0,256	0,269	0,287	0,305	0,323	0,330
0,41	0,254	0,267	0,282	0,299	0,314	0,330	0,349	0,364
0,42	0,280	0,293	0,311	0,325	0,343	0,361	0,379	0,386
0,43	0,320	0,324	0,342	0,356	0,373	0,392	0,410	0,417
0,44	0,340	0,354	0,368	0,385	0,401	0,417	0,445	0,449
0,45	0,366	0,351	0,398	0,412	0,429	0,449	0,471	0,473
0,46	0,396	0,415	0,429	0,446	0,465	0,483	0,501	0,508
0,47	0,427	0,445	0,464	0,482	0,500	0,518	0,537	0,544
0,48	0,468	0,481	0,499	0,513	0,531	0,551	0,572	0,579
0,49	0,503	0,516	0,535	0,566	0,571	0,590	0,608	0,615
0,50	0,539	0,557	0,571	0,589	0,604	0,622	0,640	0,651
0,51	0,574	0,593	0,607	0,628	0,648	0,666	0,684	0,691
0,52	0,615	0,633	0,644	0,665	0,683	0,701	0,720	0,727
0,53	0,656	0,674	0,688	0,705	0,724	0,742	0,760	0,768
0,54	0,696	0,715	0,729	0,746	0,764	0,783	0,801	0,808
0,55	0,737	0,755	0,770	0,790	0,807	0,807	0,844	0,851
0,56	0,788	0,801	0,815	0,833	0,851	0,867	0,884	0,894
0,57	0,834	0,832	0,867	0,882	0,898	0,915	0,933	0,940
0,58	0,879	0,898	0,912	0,929	0,911	0,959	0,972	0,977
0,59	0,930	0,943	0,957	0,971	0,985	1,001	1,018	1,023
0,60	0,981	0,994	1,008	1,022	1,033	1,014	1,056	1,060

### 3.4. Определение атмосферного давления

Величину атмосферного давления определяют с помощью ртутного и металлического барометров.

Таблица 3.5. Скорость движения воздуха в зависимости от поправки на температуру (при скорости больше 1 м/с)

$\frac{H}{Q}$	Скорость движения воздуха, м/с	$\frac{H}{Q}$	Скорость движения, м/с	$\frac{H}{Q}$	Скорость движения, м/с
0,60	1,00	0,83	2,22	1,15	1,71
0,61	1,04	0,84	2,28	1,18	4,99
0,62	1,09	0,85	2,34	1,20	5,30
0,63	1,13	0,86	2,41	1,23	5,48
0,64	1,18	0,87	2,48	1,25	5,69
0,65	1,22	0,88	2,54	1,28	5,95
0,66	1,27	0,89	2,61	1,30	6,24
0,67	1,32	0,90	2,68	1,35	6,73
0,68	1,37	0,91	2,75	1,40	7,30
0,69	1,42	0,92	2,82	1,45	7,88
0,70	1,47	0,93	2,90	1,50	8,49
0,71	1,52	0,94	2,97	1,55	9,13
0,72	1,58	0,95	3,04	1,60	9,78
0,73	1,65	0,96	3,12	1,65	10,5
0,74	1,68	0,97	3,19	1,70	11,2
0,75	1,74	0,98	3,26	1,75	11,9
0,76	1,80	0,99	3,35	1,80	12,6
0,77	1,85	1,00	3,49	1,85	13,4
0,78	1,91	1,03	3,66	1,90	14,2
0,79	1,97	1,05	3,84	1,95	15,0
0,80	2,06	1,08	4,08	2,00	15,8
0,81	2,09	1,10	4,26	—	—
0,82	2,16	1,13	4,52	—	—

**Ртутный чашечный барометр** (рис. 3.12) представляет собой вертикальную стеклянную трубку, наполненную ртутью; верхний конец трубки запаян, а нижний погружен в чашку со ртутью. Воздух, оказывая давление на поверхность ртути в чашке, удерживает часть ртути в трубке, уравнивая ее тяжесть.

Нормальным атмосферным давлением называется такое давление, которое способно при температуре  $0^{\circ}\text{C}$  на уровне моря, при географической широте  $45^{\circ}$  уравновесить столб ртути высотой 760 мм, что соответствует 1013,25 гПа. Поэтому колебания давления воздуха отражаются на высоте столба ртути: чем разреженнее воздух, тем ниже столб ртути.

Барометрическая трубка заключена в корпус, в котором имеется вертикальная прорезь, позволяющая видеть мениск ртути. Границу ртути определяют с помощью нониуса и шкалы. Перед снятием показа-

ний следует слегка посту-  
 чать по оправе барометра.  
 Затем с помощью винта  
 нониус устанавливают так,  
 чтобы его нулевая точка  
 находилась на одной ли-  
 нии с вершиной ртутного  
 мениска. Определяют де-  
 ление шкалы нониуса, сов-  
 падающее с каким-либо  
 делением шкалы барометра;  
 это деление указывает де-  
 сятые доли миллиметра.  
 Целое число миллиметров  
 находят на барометричес-  
 кой шкале под мениском  
 ртути.

**Ртутный сифонный ба-  
 рометр** (см. рис. 3.12) име-  
 ет барометрическую труб-  
 ку, закрепленную на доске  
 со шкалой, градуирован-  
 ной в миллиметрах ртут-  
 ного столба. Атмосферное  
 давление, уравновешивая  
 столб ртути в запаянной  
 с одного конца трубке,  
 равно разности высоты  
 столба ртути в длинном и  
 коротком коленах трубки.  
 Объем ртути, находящей-  
 ся в трубке, при колеба-  
 нии температуры воздуха  
 изменяется, поэтому по-  
 казания барометра при-  
 водят к температуре  $0^{\circ}\text{C}$   
 по формуле:

$$B_0 = B_t - B_t \cdot 0,000162 \cdot t,$$

где  $B_0$  — показания барометра, приведенного к  $0^{\circ}\text{C}$ ,  
 мм рт. ст.;  $B_t$  — показания барометра при данной  
 температуре, мм рт. ст.;  $t$  — температура воздуха во  
 время определения,  $^{\circ}\text{C}$ ; 0,000162 — коэффициент рас-  
 ширения ртути.

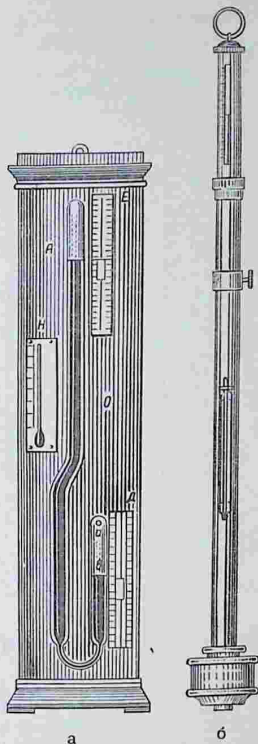


Рис. 3.12. Ртутные барометры.  
 а — сифонный; б — чашечный.

Величину поправки к показаниям барометра можно определить по табл. 3.6.

Таблица 3.6. Поправки для приведения показаний ртутного барометра к 0° С

Температура, ° С	Показания барометра, мм рт ст					
	730	740	750	760	770	780
1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,3	0,3
3	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
4	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
5	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6
6	0,7	0,7	0,7	0,7	0,8	0,8
7	0,8	0,8	0,9	0,9	0,9	0,9
8	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
9	1,1	1,1	1,1	1,1	1,1	1,2
10	1,2	1,2	1,2	1,2	1,3	1,3
11	1,3	1,3	1,3	1,4	1,4	1,4
12	1,4	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
13	1,5	1,6	1,6	1,6	1,6	1,7
14	1,7	1,7	1,7	1,7	1,8	1,8
15	1,8	1,8	1,8	1,9	1,9	1,9
16	1,9	1,9	2,0	2,0	2,0	2,0
17	2,0	2,1	2,1	2,1	2,1	2,2
18	2,1	2,2	2,2	2,2	2,2	2,3
19	2,3	2,3	2,3	2,4	2,4	2,4
20	2,4	2,4	2,5	2,5	2,5	2,5
21	2,5	2,5	2,6	2,6	2,6	2,7
22	2,6	2,7	2,7	2,7	2,8	2,8
23	2,7	2,8	2,8	2,8	2,9	2,9
24	2,9	2,9	3,0	3,0	3,0	3,1
25	3,0	3,0	3,1	3,1	3,1	3,2
26	3,1	3,1	3,2	3,2	3,3	3,3
27	3,2	3,3	3,3	3,4	3,4	3,4
28	3,3	3,4	3,4	3,5	3,5	3,6
29	3,5	3,5	3,6	3,6	3,7	3,7
30	3,6	3,6	3,7	3,7	3,8	3,8
31	3,7	3,8	3,8	3,9	3,9	4,0
32	3,8	3,9	3,9	4,0	4,0	4,1
33	3,9	4,0	4,0	4,1	4,2	4,2

**Барометр-анероид** (рис. 3.13) представляет собой металлическую гофрированную коробку, из которой выкачан воздух. При увеличении атмосферного давления стенки анероидной коробки прогибаются внутрь, а при уменьшении выпрямляются. С помощью системы рычажков эти колебания передаются стрелке, которая движется по циферблату. Шкала барометра-анероида градуирована в миллиметрах ртутного столба или паскалях (цена деления шкалы 100 Па). При-

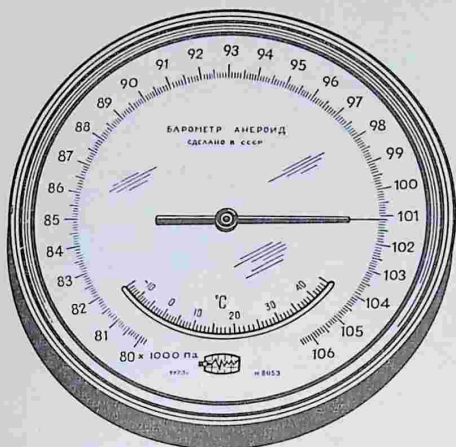


Рис. 3.13. Барометр-анероид.

бор устанавливают в горизонтальном положении и защищают от влияния прямого солнечного излучения и резких колебаний температур.

Перед отсчетом следует слегка постучать пальцем по корпусу или стеклу барометра, чтобы преодолеть трение в механизме прибора. Отсчет по барометру производится с точностью до десятых долей миллиметра ртутного столба (до 50 Па), а по термометру — до десятых долей градуса. Поправки к показанию шкалы прибора вводят в соответствии с паспортом, прилагаемым к каждому прибору. Показания барометра-анероида сверяют с показаниями ртутного барометра не реже 1 раза в 6 мес.

**Барограф** (рис. 3.14) предназначен для постоянной регистрации атмосферного давления. Воспринимающая часть состоит из нескольких соединенных последовательно anerоидных коробок. Изменение длины блока коробок с помощью системы рычажков передается стрелке с пером, которая отмечает соответствующее давление на диаграммной ленте, натянутой и закрепленной на вращающемся барабане часового механизма.

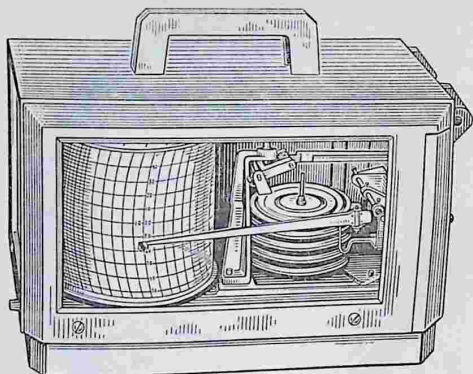


Рис. 3.14. Барограф.

Барограф устанавливают на прочной подставке вдали от источников теплового излучения, рядом помещают контрольный ртутный барометр, по которому периодически производят сверку.

### 3.5. Отбор проб воздуха

**Цель занятия.** Освоить методы отбора проб воздуха для лабораторного исследования.

**Задания.** 1. Ознакомьтесь с аппаратурой для отбора проб воздуха. 2. Отберите пробы воздуха различными способами. 3. Оформите протокол отбора проб воздуха. 4. Приведите отобранный объем воздуха к нормальным условиям. 5. Ответьте на контрольные вопросы и решите задачи.

Исследование воздуха с целью выявления содержания в нем токсичных веществ является одной из труднейших задач аналитической химии. Это связано с тем, что, во-первых, воздух представляет собой неустойчивую фазу и, во-вторых, в одной пробе может одновременно находиться большое число различных токсичных и нетоксичных веществ.

Исследование воздуха включает два этапа — отбор проб и их анализ.

Наличие сравнительно малых количеств (миллиграммы и доли миллиграммов в одном кубическом

метре воздуха) веществ в воздухе и их различное агрегатное состояние предъявляют особые требования к отбору проб воздуха.

Отбор проб исследуемого воздуха — важнейшая часть работы, поскольку результат самого точного анализа теряет смысл в случае неправильно отобранной пробы.

К процессу отбора проб предъявляются следующие требования:

1) получение пробы, соответствующей реальному составу воздуха;

2) накопление в пробе достаточного для обнаружения количества искомого вещества.

Способы отбора проб воздуха зависят от ряда причин: 1) агрегатного состояния искомого вещества в воздушной среде (аэрозоли конденсации и дезинтеграции, пары, газы); 2) возможных химических взаимодействий искомого вещества с воздушной средой; 3) числа исследуемых вредных веществ в воздухе; 4) метода исследования и др.

Когда требуется определить максимальную концентрацию токсичного вещества, поступившую в воздух за короткий промежуток времени, и соответствие ее предельно допустимой концентрации (ПДК), рекомендуется минимальная продолжительность отбора, не превышающая 15—30 мин. Во избежание усреднения концентрации отбирают максимальную разовую пробу (МРП). Отобранного количества воздуха должно быть достаточно для определения в нем искомого вещества в концентрациях, равных 0,5 ПДК для воздуха рабочей зоны и 0,8 ПДК для атмосферного воздуха.

Изучение состояния воздушной среды и содержания в ней вредных веществ следует осуществлять с учетом ее подвижности (динамики). Согласно требованиям ГОСТ 12.1.005—88 это достигается путем последовательного отбора не менее 5 проб в одном месте. Места (точки) и уровни отбора, т. е. расстояние от пола (обычно 1,5—2 м), заранее намечаются врачом. Это — рабочее место (в зоне дыхания), проходы в цехах, места наиболее частого пребывания рабочих и т. д.

В зависимости от поставленной задачи отбор проб воздуха рабочей зоны может производиться либо в продолжение технологического процесса (операции),

либо в течение всей рабочей смены (методические указания Минздрава СССР «Контроль содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны» № 3936—85). В этих случаях необходимо проводить отбор серии последовательных проб на протяжении всей смены с помощью непрерывно действующих анализаторов или миниатюрных аспирационных устройств, прикрепляемых к спецодежде на груди рабочего.

Отбор проб атмосферного воздуха населенных мест производится на стационарных и маршрутных постах и под факелом. Стационарные и маршрутные посты размещаются в местах, выбранных на основе предварительного исследования загрязнения воздушной среды города промышленными выбросами, автотранспорта и других источников.

Места отбора проб подфакельных наблюдений выбирают на разных расстояниях от источника загрязнения по направлению ветра. Продолжительность отбора разовых проб составляет 20—30 мин. Отбор среднесуточных проб производят либо непрерывно в течение суток, либо 12, 6, 4 раза в данной точке за сутки через равные промежутки времени в течение 20—30 мин каждая. После выполнения исследований вычисляют среднюю концентрацию в этих пробах. Одновременно с отбором проб воздуха определяют направление и скорость ветра, температуру и влажность воздуха, состояние погоды.

При проведении лабораторных исследований воздуха используются различные методы отбора проб. Наиболее распространенными являются аспирационный метод и метод отбора проб в сосуды.

### 3.5.1. Аспирационный метод

Основу аспирационного метода составляет аспирация, т. е. протягивание исследуемого воздуха через специальные вещества, способные поглощать из проходящего воздуха подлежащий определению ингредиент. Такие вещества называются поглотительными средами.

Выбор поглотительной среды зависит от агрегатного состояния искомого вещества и его химических свойств. В качестве поглотительной среды могут служить растворы, твердые сорбенты, фильтры.

Для поглощения веществ, находящихся в воздухе в газообразном (парообразном) состоянии, используются жидкие поглотительные среды — поглотительные растворы. Однако могут быть использованы и твердые сорбенты (силикагель, уголь активированный), которые для отбора проб при низких температурах используют в виде «кипящего слоя».

Аэрозоли конденсации и дезинтеграции (пыли, туманы, дымы) задерживаются различными фильтрующими материалами — бумажными, стеклянными, перхлорвиниловыми и др. Для аспирации (протягивания) воздуха используются следующие аспирационные устройства.

1. Наиболее простыми аспирационными устройствами являются **водяные аспираторы** (рис. 3.15), через которые можно протягивать небольшой объем воздуха в тех случаях, когда нельзя использовать электроэнергию.

Водяные аспираторы состоят из двух бутылей вместимостью 3—5 л или металлических сосудов, соединенных между собой резиновой трубкой. Для измере-

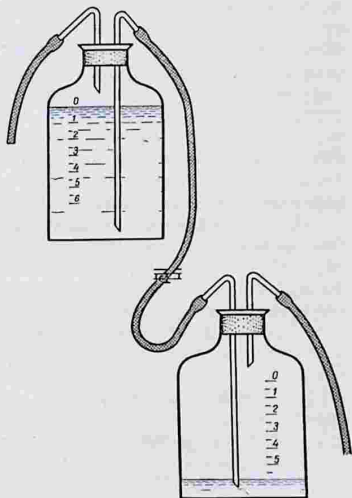


Рис. 3.15.  
Водяные аспираторы.

ния протянутого воздуха они должны быть отградуированы и представлять собой герметически замкнутую систему.

Бутыли герметически закрывают резиновыми пробками, в них просверливают два отверстия, в которые вставляют две различной длины стеклянные трубки диаметром 0,7—0,8 см. Один конец длинной трубки вводят внутрь бутылки почти до дна, а другой ее короткий наружный конец сгибают под прямым углом. Один конец короткой трубки также вводят внутрь бутылки, но оставляют почти под пробкой, а другой, наружный конец, сгибают также под прямым углом и натягивают на него резиновую трубку длиной 0,5—0,7 м.

Наружные концы длинных трубок соединяют между собой резиновым шлангом длиной 1,0—1,5 м с надетым на него винтовым зажимом. Таким образом, бутылки оказываются соединенными между собой в единую систему. Система должна быть герметична, иначе могут произойти ошибки при измерении объема протянутого воздуха.

Для проверки герметичности в одну из бутылей наливают воду, зажимают винтовым зажимом шланг, надетый на наружный конец короткой трубки, и бутылку помещают на возвышение, после чего зажим открывают. Если герметичность верхней бутылки не нарушена, то вначале небольшое количество воды стечет в нижнюю бутылку, а затем уровень воды в верхней бутылки перестанет снижаться. Таким же способом проверяется герметичность и второй бутылки. При переливании воды в нижнюю бутылку в верхней бутылки создается разрежение.

При проведении отбора проб поглотительный прибор осторожно присоединяют к наружному концу короткой трубки верхней бутылки и анализируемый воздух засасывается в поглотительный прибор. Скорость аспирации зависит от разности уровней бутылей, диаметра соединительных трубок и регулируется винтовым зажимом, надетым на шланг, соединяющий бутылки.

2. Электроаспиратор (рис. 3.16) позволяет проводить отбор одновременно по четырем каналам с регулировкой скорости отбора в каждом канале (два со скоростью 0,1—1 дм<sup>3</sup>/мин и два со скоростью 1—20 дм<sup>3</sup>/мин). На шасси прибора укреплены элект-

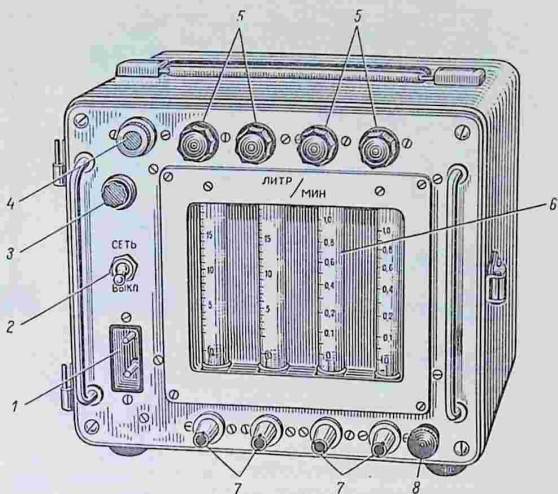


Рис. 3.16. Электроаспиратор (модель 822) переносной с ручным способом регулирования расхода воздуха.

1 — вилка для присоединения к прибору электрического шнура; 2 — тумблер для включения и выключения прибора; 3 — гнездо предохранителя; 4 — предохранительный клапан для предотвращения перегрузки электродвигателя при отборе проб воздуха с малыми скоростями и облегчения запуска прибора; 5 — ручки вентилях ротаметров; 6 — ротаметры; 7 — штуцеры для присоединения резиновых трубок; 8 — клемма для заземления.

рический двигатель, воздуходувка ротационного типа, которая шлангами соединена с ротаметрами.

Перед включением прибора в сеть его необходимо заземлить.

После подключения прибора к сети открывают вентили ротаметров. Тумблером включают электродвигатель. При этом загорается лампочка шкалы, и поплавки в ротаметрах током воздуха поднимаются, показывая скорость его движения. Вращением ручек вентилях ротаметров устанавливают необходимую скорость аспирации воздуха. Отсчет скорости движения воздуха производят по верхнему краю поплавка. После этого присоединяют к штуцерам поглощательные приборы и снова устанавливают необходи-

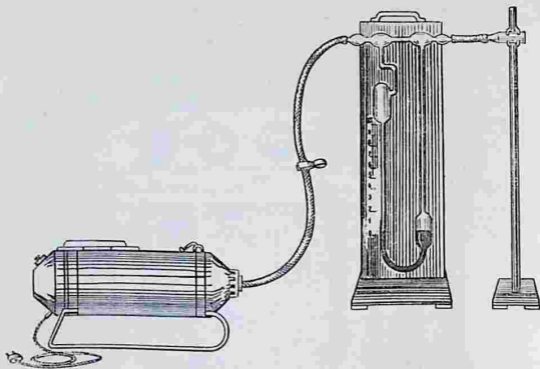


Рис. 3.17. Отбор проб воздуха пылесосом.

мую скорость аспирации. При непрерывной работе прибора на больших скоростях в течение часа рекомендуется сделать перерыв на 10—15 мин.

3. В тех случаях, когда отбор проб воздуха требуется проводить со скоростью, превышающей  $20 \text{ дм}^3/\text{мин}$ , рекомендуется использовать **пылесос**.

Для отбора проб воздуха пылесосом из него удаляют внутренний мешок, а во всасывающее отверстие вставляют резиновую пробку, в которой просверливают отверстие и помещают в него стеклянную трубку. На трубку надевают резиновый шланг, который соединяют с реометром (3.17).

С помощью пылесоса можно отбирать несколько проб одновременно. Скорость просасывания регулируется сужением просвета шланга винтовым зажимом.

4. Если источник тока отсутствует или его нельзя применять по условиям взрывоопасности, например в шахтах, то используют **эжекторный аспиратор «АЭРА»** (рис. 3.18). Это устройство позволяет отбирать одновременно по четырем каналам пробы со скоростью  $0,1—20 \text{ дм}^3/\text{мин}$ . Время отбора фиксируется автоматически секундомером при включении и выключении прибора.

5. **Индивидуальные пробоотборники** закрепляются на спецодежде или каске (в рудниках) работающего.

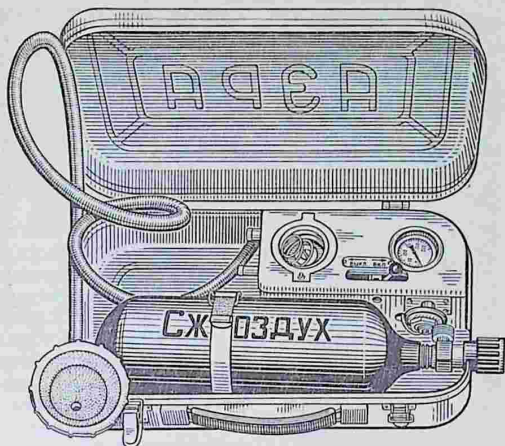


Рис. 3.18. Аспиратор «АЭРА».

Их можно носить целую смену, так как они питаются от батареек. Эти приборы позволяют непрерывно регистрировать наличие вредных веществ в зоне дыхания.

**Расходомерные устройства.** Реометры служат для определения скорости аспирации. Они бывают жидкостные и сухие, последние называются ротаметрами или пневмометрами.

Жидкостный реометр (рис. 3.19) представляет собой U-образную трубку с двумя расширениями. В левой части трубки расширение (1) расположено внизу, а в правой — вверху (2). Верхние концы обоих колен спаяны горизонтальной трубкой с перегородкой в середине (3), имеющей узкое отверстие (диафрагму). U-образную трубку заполняют окрашенной жидкостью (обычно керосином) до метки «0» на шкале. Воздух, проходя (слева) по горизонтальной трубке, встречает препятствие в виде диафрагмы, в результате чего в левом колене трубки создается повышенное давление и уровень жидкости понижается, а в правом повышается. С изменением скорости движения воздуха меняется разность уров-

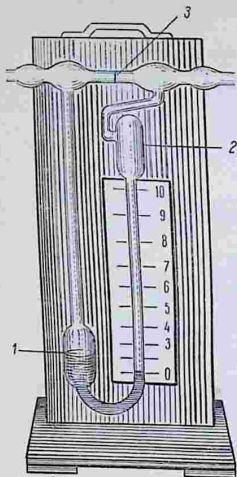


Рис. 3.19. Жидкостный реометр.  
Объяснение в тексте.

ней в обоих коленах. Реометр прикрепляют к штативу со шкалой, на которой имеется калибровка, показывающая скорость движения воздуха в кубических дециметрах за минуту ( $\text{дм}^3/\text{мин}$ ).

Сухие реометры (пневмометры) представляют собой стеклянную трубку с отводами в верхней и нижней частях. В трубку помещен поплавочек, который поднимается потоком воздуха (см. электроаспиратор). Шкала ротаметра градуирована в кубических дециметрах в минуту.

**Поглотительные приборы.** Для улавливания веществ, находящихся в воздухе в виде паров и газов, применяются стеклянные сосуды различной конструкции, например: поглотители с пористой пластинкой, Зайцева, Рыхтера, Петри и др. (рис. 3.20—3.24). Они представляют собой стеклянные цилиндры, в верхнюю расширенную часть которых впаяны две стеклянные трубки. Конец одной из них доходит почти до дна и заканчивается иногда полым шариком с несколькими отверстиями. Верхний конец этой трубки загнут под прямым углом. Вторая, короткая, трубка, тоже изогнутая под прямым углом, впаяна в верхнюю расширенную часть поглотителя и служит для выхода воздуха из него. За счет сужения нижней части прибора повышается высота столба налитой в прибор жидкости (поглотительного раствора), что обеспечивает максимальный контакт исследуемого воздуха (который входит в прибор через длинную трубку) с поглотительным раствором при соблюдении необходимой в каждом конкретном случае скорости аспирации.

В поглотительных приборах с пористой пластинкой в нижнюю часть поглотителя впаяна стеклянная

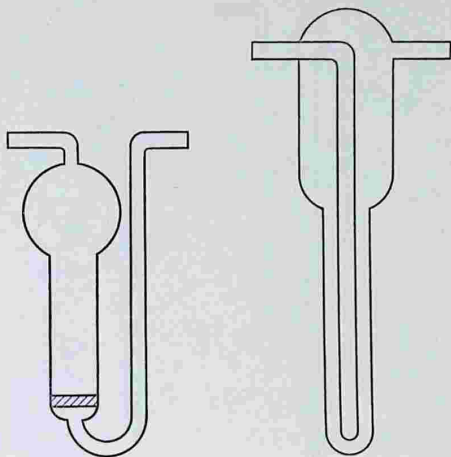


Рис. 3.20. Поглотитель с пористой пластинкой. Рис. 3.21. Поглотитель Зайцева.

пористая пластинка, проходя через которую воздух разбивается на тонкие струи, что увеличивает его соприкосновение с поглотительным раствором. Верхняя, расширенная часть поглотителя за счет уменьшения скорости движения воздуха предупреждает выброс жидкости при больших скоростях аспирации. Поглотительный раствор вводят в поглотитель через длинную трубку, а выводят через короткую.

В качестве поглотительного раствора могут быть использованы дистиллированная вода или специальные растворы, вступая в контакт с которыми содержащиеся в воздухе токсичные вещества растворяются в них или взаимодействуют с ними с образованием новых веществ. Применяются также различные твердые хемосорбенты, силикагель, активированный уголь и другие, позволяющие увеличивать скорость аспирации до 30 дм<sup>3</sup>/мин. Поглотительные приборы при этом имеют другую конструкцию (например, прибор Яворовской). В них твердые сорбенты могут находиться в неподвижном состоянии или токком воздуха приводятся в движение, образуя «ки-

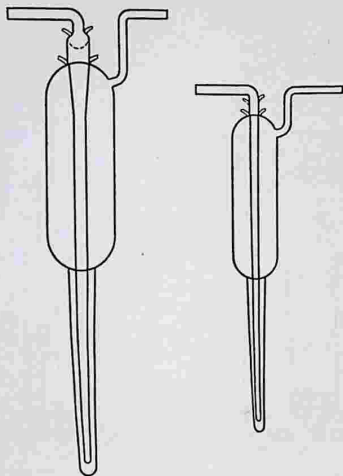


Рис. 3.22. Поглотитель Полежаева.

пящий слой», что способствует их большому контакту с исследуемым воздухом и улучшению поглощения сорбентом искомого вещества.

Монтаж системы. При отборе проб на короткую изогнутую трубку широкой части поглотителя

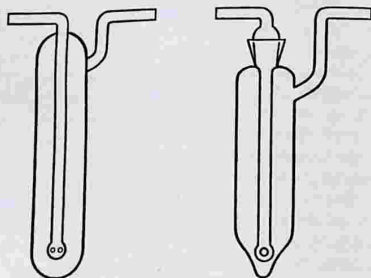


Рис. 3.23. Поглотитель Петри.

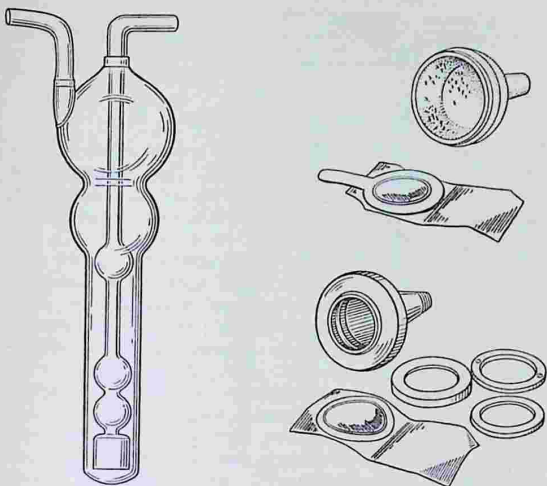


Рис. 3.24. Поглотитель Рыхтера.

Рис. 3.25. Патроны для отбора проб пыли на фильтры.

надевают резиновую трубку (шланг) и конец этого шланга присоединяют к аспиратору. Таким образом, исследуемый воздух, проходя через длинный отрезок трубки, попадает в поглотительный раствор, улавливающий искомое вещество, и выходит через аспиратор.

Для улавливания веществ, находящихся в воздухе в виде пыли и аэрозолей дезинтеграции или конденсации, используются металлические или пластмассовые патроны (рис. 3.25), в которые закладываются фильтры АФА или беззольные бумажные.

**Фильтры АФА** изготавливаются в виде дисков с опрессованными краями, вложенных в защитные кольца. Рабочая площадь фильтров 10 и 20 см<sup>2</sup>, они обладают высокой фильтрующей активностью и малым аэродинамическим сопротивлением, что позволяет аспирировать воздух с большой скоростью, сокращая этим время отбора проб. Фильтры АФА-ВП гидро-



Рис. 3.26. Сорбционные трубки.

фобные, т. е. водоотталкивающие, и при весовом анализе не требуется их высушивать. Для химического анализа применяют следующие фильтры: АФА-ХП, АФА-ХМ, АФА-ХС. Фильтры АФАС-У способны задерживать не только аэрозоли, но и газы.

Для отбора проб воздуха используют также специальные сорбционные трубки, в которых в качестве улавливателя токсичных веществ применяется стеклянный порошок, пропитанный соответствующими растворами и помещенный между двумя перфорированными перегородками (рис. 3.26). Этот метод отбора повышает селективность и чувствительность анализа, что позволяет использовать трубки и для исследования атмосферного воздуха. Сорбционные трубки являются устройствами многоразового использования и компактными, что особенно удобно в экспедиционных условиях. В этом заключается их преимущество перед поглотительными приборами.

В том случае, когда искомое вещество находится в воздухе одновременно в виде паров и аэрозолей, а метод отбора проб предусматривает его определение только в парообразном состоянии, следует перед поглотительными приборами помещать патрон с фильтром для задержания аэрозоля. Для определения количества вещества, содержащегося в воздухе в виде аэрозоля, рекомендуется одновременно с пробой на «пары» в течение такого же времени произвести отбор пробы на фильтры со скоростью не менее  $5 \text{ дм}^3/\text{мин}$ .

### 3.5.2. Отбор проб в сосуды

Аспирационный метод имеет ряд недостатков: во-первых, он трудоемок и, во-вторых, требует длительного времени (до 30 мин) аспирации, что может привести к усреднению концентрации токсичных веществ, в то время как концентрация веществ в воздухе меняется довольно быстро. Кроме аспирационного метода, применяются одномоментные методы отбора проб воздуха. Эти методы удобны тем, что позволяют

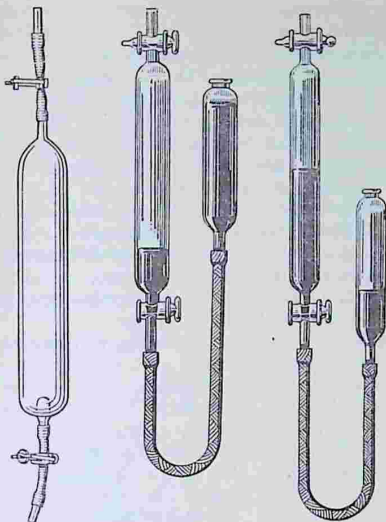


Рис. 3.27. Газовая пипетка.

Рис. 3.28. Отбор проб воздуха с помощью газовых пипеток.

быстро отобрать пробу. Они применяются в тех случаях, когда благодаря наличию чувствительного метода исследования можно ограничиться небольшими объемами исследуемого воздуха и нет необходимости концентрировать (накапливать) в пробе искомое вещество.

Для отбора проб в сосуды используются различные емкости: газовые пипетки, бутылки, резиновые камеры (рис. 3.27, 3.28), шприцы, пробоотборники «ДАГ». Автоматический газоотборник «ДАГ» используется для измерения среднесменных концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны.

**Метод выливания.** В местах отбора проб жидкость из газовой пипетки выливается, что приводит к заполнению ее испытуемым воздухом. Газовые пипетки изготавливаются вместимостью 100—500 см<sup>3</sup> с кранами и без них. В последнем случае на концы пипеток

надевают резиновые шланги соответствующего диаметра, в которые вставляют стеклянные палочки (заглушки). Кроме этого, для герметичности на резиновые трубки надевают зажимы. Перед отбором проб газовой пипетки заполняют жидкостью, не вступающей в реакцию с искомым веществом. Также поступают и с бутылью, которая должна плотно закрываться резиновой пробкой. Заполненную воздухом емкость отправляют в лабораторию для анализа.

**Обменный метод.** Применяется в случаях, когда искомое вещество не должно соприкоснуться с жидкостью. При этом через бутыль или газовую пипетку пропускают 10-кратный объем воздуха со скоростью  $2 \text{ дм}^3/\text{мин}$ . Для продувания используются респираторы или резиновые груши с известным объемом.

Пробы воздуха можно отбирать с помощью насоса в футбольные камеры, резиновые мешки и т. п. В этих случаях отобранный для анализа воздух не должен длительно храниться. Этим способом можно пользоваться в том случае, когда определяемое вещество не вступает в реакцию с резиной.

**Вакуумный метод.** Это метод заполнения сосуда, в котором заранее был создан вакуум. Используют толстостенные бутылки, закрывающиеся герметически каучуковой пробкой, в которую вставляют стеклянную трубку, снабженную краном или резиновой трубкой с зажимом.

Можно пользоваться и герметически закрывающимися газовыми пипетками. Для создания вакуума используют насос Комовского, электронасос или водоструйный насос. Степень разряжения устанавливается по манометру или вакуумметру.

В месте отбора пробы сосуд открывают и в силу разницы давлений он заполняется исследуемым воздухом. После отбора пробы сосуд герметически закрывают и доставляют в лабораторию. Этот способ быстрый и удобный. Во избежание разрушения сосуда от разности давления, сосуды, из которых удален воздух, следует обернуть полотенцем или другой тканью. Пробы воздуха, взятые в сосуды (газовые пипетки), не рекомендуется хранить долго, так как могут происходить реакции с кислородом и водяными парами воздуха.

При отборе проб воздуха необходимо фиксировать дату, время (часы, минуты начала и окончания отбора), номер поглотительного прибора, скорость аспирации,

температуру окружающего воздуха, место отбора, технологический процесс, расстояние от пола, источника выделения вредного вещества и условия отбора (работу вентиляции, открыты или закрыты окна, двери в помещении, процент работающего в этот момент оборудования, число находящихся в помещении людей и т. д.), фамилию, имя и отчество отборщика проб, врача — руководителя отбора и представителя предприятия. Все данные должны быть внесены в лабораторный журнал, составленный по форме, утвержденной Минздравом СССР (РСФСР).

### 3.6. Определение вредного вещества в воздухе

Содержание вредного вещества в воздухе рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{a \cdot V_1}{V \cdot V_0} \text{ мг/м}^3,$$

где  $a$  — количество вещества, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;  $V_1$  — общий объем пробы, см<sup>3</sup>;  $V$  — объем пробы, взятый для анализа, см<sup>3</sup>;  $V_0$  — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям, дм<sup>3</sup>.

Объем воздуха, который аспирирован при отборе проб ( $V_t$ ), приводят к стандартным (нормальным) условиям: температуре воздуха 20° С (0° С) и барометрическому давлению 760 мм рт. ст. по формулам:

$$V_{20} = \frac{V_t(273 + 20) B}{(273 + t) 760};$$

$$V_0 = \frac{V_t \cdot 273 \cdot B}{(273 + t) 760}.$$

Если при отборе проб применяют вакуумный способ, то приведение объема воздуха к нормальным условиям ( $V_0$ ) производят по формуле:

$$V_0 = \frac{V_c \cdot 273 (B - P)}{(273 + t) 760},$$

где  $V_t$  — объем воздуха, который отобран в производственных условиях, дм<sup>3</sup>;  $B$  — атмосферное давление, мм рт. ст.;  $t$  — температура воздуха при отборе воздуха, °С;  $V_c$  — объем сосуда, дм<sup>3</sup>;  $P$  — остаточное давление, мм рт. ст.

Таблица 3.7. Коэффициенты пересчета для приведения объема воздуха к нормальным условиям

Температура, °С	Давление, мм рт ст												
	730	735	740	745	750	755	760	765	770	775	780		
0	0,96	0,96	0,97	0,98	0,98	0,99	1,0	1,0	1,1	1,1	1,2		
5	0,94	0,95	0,96	0,96	0,97	0,98	0,98	0,99	0,99	1,00	1,00		
10	0,93	0,93	0,94	0,95	0,95	0,96	0,96	0,97	0,98	0,98	0,99		
15	0,91	0,92	0,92	0,93	0,94	0,94	0,96	0,96	0,96	0,97	0,97		
20	0,89	0,90	0,91	0,91	0,92	0,94	0,93	0,94	0,94	0,95	0,96		
25	0,88	0,89	0,89	0,90	0,90	0,93	0,92	0,93	0,93	0,94	0,94		
30	0,87	0,87	0,88	0,88	0,89	0,90	0,90	0,91	0,91	0,92	0,92		
35	0,85	0,86	0,86	0,87	0,87	0,88	0,89	0,89	0,90	0,90	0,91		
40	0,84	0,84	0,85	0,85	0,86	0,87	0,87	0,88	0,88	0,89	0,89		

Для упрощения расчетов пользуются коэффициентами  $K$  (табл. 3.7 и 3.8), тогда  $V_{20}(V_0) = V_1 \cdot K$ .

Таблица 3.8. Коэффициент  $K$  для приведения объема воздуха к стандартным условиям

Температура, °C	Давление, мм рт. ст.					
	730	740	750	760	770	780
6	1,009	1,023	1,036	1,050	1,064	1,078
8	1,002	1,015	1,029	1,043	1,560	1,070
10	0,994	1,008	1,022	1,035	1,049	1,063
12	0,987	1,001	0,015	1,028	1,042	1,055
14	0,981	0,994	1,007	1,021	1,034	1,048
16	0,974	0,987	1,001	1,014	1,027	1,040
18	0,967	0,980	0,994	1,007	1,020	1,033
20	0,961	0,974	0,987	1,000	1,013	1,026
22	0,954	0,967	0,980	0,993	1,006	1,019
24	0,948	0,961	0,974	0,987	1,000	1,012
26	0,941	0,954	0,967	0,980	0,993	1,006
28	0,935	0,948	0,961	0,973	0,986	0,999
30	0,929	0,942	0,954	0,967	0,980	0,992
32	0,923	0,935	0,948	0,961	0,973	0,986
34	0,917	0,929	0,942	0,954	0,967	0,979
36	0,911	0,923	0,936	0,948	0,961	0,973
38	0,905	0,917	0,930	0,942	0,955	0,967
40	0,899	0,911	0,924	0,936	0,948	0,961

### Контрольные вопросы и задачи

1. Каков химический состав вдыхаемого воздуха? Как влияет химический состав воздуха на состояние здоровья человека?
2. Перечислите физические параметры воздуха.
3. Что входит в понятие «микроклимат» и как он влияет на человека? Назовите оптимальные и допустимые параметры для жилых помещений.
4. С помощью каких приборов измеряется температура воздуха? Как осуществляется профилактика неблагоприятного воздействия высоких и низких температур?
5. Перечислите назначения приборов-самописцев и порядок работы с ними.
6. В каких единицах измеряется влажность воздуха? Что такое максимальная, абсолютная, относительная влажность, точка росы? дефицит насыщения?
7. Какими приборами измеряется относительная влажность воздуха? Каков порядок работы с ними?
8. Какими приборами измеряется скорость движения воздуха? Каков порядок работы с ними?
9. Какова зависимость между атмосферным давлением и высотой над уровнем моря?

10. Перечислите приборы для измерения атмосферного давления. Каков порядок работы с ними?
11. С какой целью и как производится отбор проб воздуха?
12. Какие требования предъявляются к процессу отбора проб воздуха?
13. От чего зависит выбор способа отбора проб воздуха?
14. Перечислите способы отбора проб воздуха при аспирационном методе? Какая для этого требуется аппаратура?
15. Как калибруются водяные аспираторы и проверяется их герметичность?
16. Смонтируйте систему для отбора проб воздуха аспирационным методом.
17. С помощью каких приборов определяют скорость протекания воздуха? Как рассчитать объем воздуха, отобранного для анализа?
18. Каково назначение, устройство и порядок работы поглощительных приборов?
19. Дайте характеристику фильтрам из ткани ФПП.
20. В каких случаях производят отбор проб воздуха в сосуды? Какими способами?
21. Каковы правила отбора проб воздуха в резиновые камеры?
22. Напишите формулу приведения объема воздуха к стандартным (нормальным) условиям. С какой целью это делается?
23. При температуре воздуха  $24^{\circ}\text{C}$ , давлении 750 мм рт. ст. отобран воздух для лабораторного исследования в течение 20 мин со скоростью  $25\text{ дм}^3/\text{мин}$ . Рассчитайте объем протянутого воздуха и приведите объем воздуха к нормальным условиям.
24. Какими путями человек будет терять тепло, если температура воздуха и стен помещения  $35^{\circ}\text{C}$ , влажность 40%, скорость движения воздуха  $0,2\text{ м/с}$ ?
25. Атмосферное давление в долине равно 777,5 мм рт. ст., а на вершине холма — 760 мм рт. ст. Определите высоту холма.
26. В каких условиях человек будет больше перегреваться: при температуре воздуха  $40^{\circ}\text{C}$  и влажности 40% или при той же температуре и влажности воздуха 80%?
27. В каких условиях человек будет сильнее ощущать холод: при температуре воздуха  $15^{\circ}\text{C}$  и влажности 40% или при температуре воздуха  $15^{\circ}\text{C}$  и влажности 80%?
28. Показания сухого термометра аспирационного психрометра  $20^{\circ}\text{C}$ , влажного —  $13^{\circ}\text{C}$ . Найдите по таблицам относительную влажность воздуха, дайте ей гигиеническую оценку.

## Глава 4

### ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗДУХА НАСЕЛЕННЫХ МЕСТ

**Цель занятий.** Освоить методы химического анализа воздуха.

**Задания.** 1. Отберите пробы воздуха, оформите протоколы отбора. 2. Определите и рассчитайте содержание в пробах воздуха оксида серы, свинца, формальдегида, сероводорода, оксида углерода (II), оксида углерода (IV),

фенола. 3. Оформите протокол исследования, оцените полученные данные. 4. Ответьте на контрольные вопросы и решите задачи.

#### 4.1. Определение оксида серы (IV) с парарозанилином

Химическая формула  $SO_2$ ; молекулярная масса — 64,06. Бесцветный газ с резким характерным запахом, тяжелее воздуха, хорошо растворим в воде, обладает восстановительными свойствами. При действии на организм раздражает дыхательные пути, слизистые оболочки глаз, вызывает кашель.

Источником загрязнения атмосферного воздуха являются котельные, ТЭЦ, специальные производства. Сжигание угля, торфа, сланцев, мазута, особенно их многосернистых сортов сопровождается также выделением оксида серы (IV).

Предельно допустимые концентрации: максимальная разовая —  $0,5 \text{ мг/м}^3$ ; среднесуточная —  $0,05 \text{ мг/м}^3$ . Класс опасности — 3.

Принцип метода. Оксид серы (IV) улавливают из атмосферного воздуха путем просасывания воздуха через поглотительный раствор тетрахлормеркураата натрия (ТХМ). Образовавшийся дихлорсульфитомеркурат с кислым раствором парарозанилина и формальдегидом образует окрашенный в фиолетово-красный цвет комплекс. Интенсивность окраски образовавшегося комплекса пропорциональна концентрации оксида серы (IV).

Определению мешают оксиды азота (II) и (IV), озон и соли некоторых тяжелых металлов. Влияние оксидов азота (II) и (IV) устраняется добавлением сульфаминовой кислоты; озона — выдерживанием раствора с отобранной пробой воздуха в течение 20 мин; солей тяжелых металлов — добавлением к поглотительному раствору трилона Б.

Оборудование. 1. ФЭК или СФ. 2. Аспиратор для отбора проб воздуха. 3. Поглотительные приборы Рыхтера или с пористой пластинкой. 4. Пробирки колориметрические с отметкой 5 и  $10 \text{ см}^3$ . 5. Пипетки измерительные вместимостью 1, 5,  $10 \text{ см}^3$ . 6. Колбы мерные вместимостью 100,  $1000 \text{ см}^3$ . 7. Цилиндры измерительные вместимостью 50,  $100 \text{ см}^3$ .

Реактивы. 1. Исходный стандартный раствор. 0,4 г сульфита натрия  $Na_2SO_3$  или 0,3 г пиросульфита натрия

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$  растворяют в  $500 \text{ см}^3$  предварительно прокипяченной дистиллированной воды. Этот раствор соответствует содержанию  $320\text{--}400 \text{ мкг SO}_2$  в  $1 \text{ см}^3$ . Точное содержание  $\text{SO}_2$  определяют иодометрически. Для этого в две колбы вместимостью  $500 \text{ см}^3$  вносят по  $50 \text{ см}^3$  точно отмеренного  $0,01 \text{ моль/дм}^3$  раствора иода. В одну из колб (контрольную) прибавляют  $25 \text{ см}^3$  воды, в другую —  $25 \text{ см}^3$  исходного раствора сульфита (пиросульфита) натрия. Колбы закрывают пробками и через 5 мин титруют  $0,01 \text{ н.}$  раствором тиосульфата натрия до появления светлой окраски. Затем прибавляют  $5 \text{ см}^3 0,2\%$  раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения окраски. Титрование проводят не менее 3 раз. Содержание оксида серы (IV) в исходном растворе определяют по формуле:

$$x = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,01 \cdot 32\,000}{V} \text{ мкг/см}^3,$$

где  $V_1, V_2$  — объемы растворов тиосульфата натрия, израсходованные при контрольном титровании и титровании стандартного раствора соответственно,  $\text{см}^3$ ;  $V$  — объем раствора сульфата натрия, взятый для титрования,  $\text{см}^3$ ;  $0,01$  — нормальность раствора тиосульфата натрия;  $32\,000 \text{ мкг}$  — микроэквивалент  $\text{SO}_2$ .

Пример.  $V_1 = 49,5 \text{ см}^3$ ;  $V_2 = 22,5 \text{ см}^3$ ;  $V = 25 \text{ см}^3$ , тогда в  $1 \text{ см}^3$  исходного стандартного раствора будет содержаться:

$$\frac{(49,5 - 22,5) \cdot 0,01 \cdot 32\,000}{25} = 345,6 \text{ мкг SO}_2.$$

2. Рабочий стандартный раствор сульфита натрия с содержанием  $20 \text{ мкг SO}_2$  в  $1 \text{ см}^3$ . Разбавляют исходный стандартный раствор поглотительным раствором.

Пример.  $345,6 \text{ мкг}$  содержится в  $1 \text{ см}^3$   
 $20,0 \text{ мкг}$  » » »  $x \text{ см}^3$

$$x = \frac{20 \cdot 1}{345,6} = 0,0579 \text{ см}^3.$$

Для приготовления  $100 \text{ см}^3$  раствора надо взять  $0,0579 \text{ см}^3 \times 100 \text{ см}^3 = 5,79$  или  $5,8 \text{ см}^3$  исходного раствора сульфита натрия пипеткой вместимостью  $10 \text{ см}^3$  перенести в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  и довести до метки поглотительным раствором. Срок хранения 2 нед на холоде.

3. Рабочий стандартный раствор  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  с содержанием  $2 \text{ мкг SO}_2$  в  $1 \text{ см}^3$ . Разбавляют стандартный раствор  $20 \text{ мкг/см}^3$  в 10 раз поглотительным раствором. Раствор готовят перед определением.

4. Поглотительный раствор —  $0,04 \text{ М}$  раствор ТХМ.  $8,66 \text{ г}$  оксида ртути (II) (желтой или красной),  $4,68 \text{ г}$  хлорида натрия и  $0,7 \text{ г}$  трилона Б помещают в химический

стакан вместимостью 100—200 см<sup>3</sup> и растворяют при легком нагревании в 9 см<sup>3</sup> 10 н. раствора хлороводородной кислоты или в 90 см<sup>3</sup> 1 н. раствора хлороводородной кислоты, тщательно растирая стеклянной палочкой до полного растворения. Затем переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, добавляют примерно 800 см<sup>3</sup> воды; медленно, при помешивании, добавляют 124 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора гидроксида натрия, при этом может выпасть в осадок оксид ртути (II). Раствор оставляют на сутки. рН раствора должен быть в пределах 5,4—6,4. Если рН будет меньше 5,4, то его доводят 0,1 н. раствором гидроксида натрия, если больше 6,4, то 0,1 н. раствором хлороводородной кислоты. В случае выпадения осадка раствор фильтруют. Содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки. Срок хранения 6 мес. Раствор ядовит!

5. 0,6% раствор сульфаминовой кислоты. Раствор хранят 2 дня.

6. Формальдегид — 0,2% раствор. 0,5 см<sup>3</sup> 40% раствора формалина разбавляют до объема 100 см<sup>3</sup> дистиллированной водой. Раствор готовят перед использованием.

7. Рабочий раствор парарозанилина. 0,04 г парарозанилина растворяют в 20 см<sup>3</sup> 1 н. раствора хлороводородной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 200 см<sup>3</sup> 3 М раствора фосфорной кислоты и доводят дистиллированной водой до метки. Срок хранения 6 мес.

8. Фосфорная кислота — 3 М раствор. 205 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты (плотность 1,7) растворяют в 1 дм<sup>3</sup> воды.

9. Хлороводородная кислота — 1 н. раствор. 84 см<sup>3</sup> хлороводородной кислоты (плотность 1,17) доводят водой до объема 100 см<sup>3</sup>.

10. Иод — 0,1 н. раствор. Готовят из фиксаля.

11. Иод — 0,01 н. раствор. 0,1 н. раствор разбавляют в 10 раз.

12. Тиосульфат натрия — 0,1 н. раствор. Готовят из фиксаля.

13. Тиосульфат натрия — 0,01 н. раствор. 0,1 н. раствор разбавляют в 10 раз.

14. Крахмал — 0,2% раствор. Растирают 0,4 г растворимого крахмала и 0,002 г иодной ртути HgI<sub>2</sub> (для предохранения раствора от разрушения микроорганизмами) с небольшим количеством воды и полученную массу медленно добавляют к 200 см<sup>3</sup> кипящей воды, нагревание продолжают до получения прозрачного раствора, затем охлаждают. Хранят закрытым.

Отбор проб. Исследуемый воздух протягивают через поглотительный прибор Рыхтера или с пористой пластинкой, содержащей 6 см<sup>3</sup> поглотительного раствора, со скоростью 2 дм<sup>3</sup>/мин в течение 20 мин. Погло-

тительные приборы необходимо защищать от света.

Ход определения. Жидкость из поглотительного прибора переносят в колориметрическую пробирку в количестве 5 см<sup>3</sup>. К 5 см<sup>3</sup> пробы приливают 0,2 см<sup>3</sup> сульфаминовой кислоты, встряхивают и оставляют на 10 мин для разрушения нитритов и оксидов азота. Затем приливают 0,4 см<sup>3</sup> формальдегида и 1 см<sup>3</sup> парарозанилина. Одновременно и аналогично пробам готовят нулевую (контрольную) пробу. Содержимое пробирок тщательно встряхивают и через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов в кювете с толщиной слоя 10 мм при длине волны 575 нм относительно воды. Время от добавления последнего реактива до измерения оптической плотности для всех проб, включая контрольную, должно быть одинаковым. Значение оптической плотности нулевой пробы должно быть не более 0,03.

Содержание оксида серы (IV) в пробе определяют с помощью калибровочного графика по разности результатов измерений оптической плотности растворов исследуемой и нулевой проб. Для построения калибровочного графика готовят серию стандартных растворов в соответствии с табл. 4.1.

Таблица 4.1. Шкала стандартов для определения оксида серы (IV)

Растворы	Номер стандартного раствора							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Рабочий стандартный раствор, см <sup>3</sup>	0	0,25	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Поглотительный раствор, см <sup>3</sup>	5,0	4,75	4,5	4,0	3,0	2,0	1,0	0
Содержание оксида серы, мкг	0	0,5	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0

Концентрацию оксида серы (IV) в воздухе определяют по формуле:

$$x = \frac{a \cdot V_1}{V \cdot V_0} \text{ мг/м}^3,$$

где  $a$  — содержание оксида серы (IV) в анализируемом объеме пробы, мкг;  $V_1$  — общий объем пробы,

см<sup>3</sup>;  $V$  — объем пробы, взятый для анализа, см<sup>3</sup>;  $V_0$  — объем аспирированного воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм<sup>3</sup>.

Пример. Оптическая плотность исследуемого раствора — 0,40; оптическая плотность нулевой пробы — 0,03. Истинное значение оптической плотности исследуемого раствора:  $0,40 - 0,03 = 0,37$ . По калибровочному графику этому значению оптической плотности ( $a$ ) соответствует 4,7 мкг  $\text{SO}_2 \cdot V_1 = 6 \text{ см}^3$ ;  $V = 5 \text{ см}^3$ ;  $V_0 = 39,5 \text{ дм}^3$ :

$$\frac{4,7 \cdot 6}{5 \cdot 39,5} = 0,14 \text{ мг/м}^3.$$

## 4.2. Определение свинца

Принцип метода. Определение основано на взаимодействии неорганических соединений свинца с сульфарсазеном, в результате чего образуется вещество, окрашенное в желто-оранжевый цвет.

Оборудование. 1. Аспирационное устройство. 2. Патроны металлические или из плексигласа. 3. СФ или ФЭК. 4. Фильтры АФА-ХА-20, площадью 40 см<sup>2</sup>.

Реактивы. 1. Исходный стандартный раствор с содержанием 1 мг/см<sup>3</sup> свинца. Растворяют 1,5984 г нитрата свинца в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup> в дистиллированной воде. Рабочие стандартные растворы с содержанием свинца 100 мкг/см<sup>3</sup>, 10 мкг/см<sup>3</sup> получают при соответствующем разбавлении исходного стандартного раствора 3% раствором ацетата аммония. Раствор готовят перед использованием.

2. Ацетат аммония — 3% раствор.

3. Натрий борат — 0,05 М раствор. Растворяют 9,51 г бората натрия в 500 см<sup>3</sup> воды.

4. Тиомочевина — 10% раствор.

5. Сульфарсазен — 0,025% раствор в 0,05 М растворе бората натрия. Срок хранения 2 нед.

6. Калий гексациано-(II)-феррат — 1% раствор (свежеприготовленный).

7. Серная кислота (1:2).

8. Азотная кислота (1:2).

9. Смесь разбавленных серной и азотной кислот (5:1).

10. Перекись водорода — 30% раствор.

Отбор проб. Для определения разовой концентрации соединений свинца исследуемый воздух протягивают через фильтр АФА-ХА-20 со скоростью 130 дм<sup>3</sup>/мин в течение 40 мин или через фильтр площадью 40 см<sup>2</sup> со скоростью 200—250 дм<sup>3</sup>/мин в течение 20—25 мин.

Для определения среднесуточных концентраций исследуемый воздух протягивают через один и тот же фильтр 4 раза с перерывами 6 ч с той же скоростью, что и при отборе разовых проб в течение 20—30 мин. Срок хранения отобранных проб в герметичной упаковке неограничен.

Ход определения. Фильтр с пробой после обрезания опрессованного края помещают в фарфоровый тигель, прибавляют 2 см<sup>3</sup> смеси кислот и 0,25 см<sup>3</sup> 30% раствора перекиси водорода, дают постоять до полного смачивания фильтра и нагревают на песчаной бане до образования твердого остатка. Затем тигли с пробами помещают в муфельную печь, постепенно поднимают температуру до 450—500° С и озоляют. После остывания в тигель с пробой добавляют 3 см<sup>3</sup> 3% раствора ацетата аммония, тщательно растирают осадок стеклянной палочкой и переносят в центрифужные пробирки. Раствор центрифугируют. К 2,5 см<sup>3</sup> прозрачного раствора добавляют по 0,2 см<sup>3</sup> 10% раствора тиомочевины (для связывания ионов меди), по 0,1 см<sup>3</sup> 1% раствора калия гексациано-(II)-феррата (для связывания ионов цинка), по 2 см<sup>3</sup> 0,05 М раствора бората натрия (в качестве буферного раствора), по 0,5 см<sup>3</sup> 0,02% раствора сульфарсазена. После добавления каждого реактива содержимое пробирок перемешивают.

Одновременно с обработкой проб готовят нулевую пробу. Для этого чистый фильтр с обрезанными краями помещают в фарфоровый тигель и проводят все операции согласно ходу анализа.

Оптическую плотность растворов измеряют через 30 мин в кювете с толщиной слоя 10 мм при длине волны 510 нм. Измерение оптической плотности производят относительно воды.

Количество свинца в пробе определяют с помощью калибровочного графика по разности результатов измерений оптической плотности растворов исследуемой и нулевой проб. Для построения калибровочного графика чистые фильтры с обрезанными краями помещают в фарфоровые тигли. На них наносят стандартные растворы согласно табл. 4.2 и обрабатывают аналогично пробам. Для анализа отбирают 2,5 см<sup>3</sup> раствора каждого стандарта, что соответствует 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 мкг свинца. Растворы фотометрируют при длине волны 510 нм. По полу-

ченным средним данным из 5—6 определений строят калибровочный график зависимости величины оптической плотности от количества свинца.

Таблица 4.2. Шкала стандартов для определения свинца

Растворы	Номер стандартного раствора						
	1	2	3	4	5	6	7
Рабочий стандартный раствор, см <sup>3</sup>	0	0,12	0,24	0,48	0,72	0,96	1,2
Содержание свинца, мкг	0	1,2	2,4	4,8	7,2	9,6	12,0

Концентрацию свинца в воздухе в миллиграммах в 1 м<sup>3</sup> определяют по формуле (см. 4.1).

#### 4.3. Определение формальдегида

Химическая формула —  $\text{НСНО}$ ; молекулярная масса — 30,03. Бесцветный газ с резким запахом, хорошо растворим в воде, 35—40% водный раствор называют формалином. Он легко полимеризуется с образованием параформальдегида. Оказывает раздражающее действие на слизистые оболочки верхних дыхательных путей, глаз и кожных покровов, обладает общей токсичностью. Источником загрязнения атмосферы является производство пластмасс, искусственных смол.

Предельно допустимые концентрации: максимальная разовая — 0,035 мг/м<sup>3</sup>, среднесуточная — 0,003 мг/м<sup>3</sup>.

Принцип метода. Определение основано на реакции взаимодействия формальдегида с ацетилацетоном в среде ацетата аммония с образованием продукта реакции, окрашенного в желтый цвет.

Оборудование. 1. Колбы мерные вместимостью 50—100—250 см<sup>3</sup>. 2. Пипетки вместимостью 2, 5, 10 см<sup>3</sup>. 3. Поглотительные приборы Рыхтера средней модели. 4. Аспирационное устройство. 5. Баня водяная. 6. СФ или ФЭК.

Реактивы. 1. Стандартный раствор формальдегида. 5 см<sup>3</sup> формалина вносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и доводят водой до метки. Для определения точного содержания формальдегида в растворе в колбу вмести-

изводства искусственного вискозного шелка; сероводород может выделяться в шахтах, смотровых колодцах, у сернистых источников и т. д.

Предельно допустимые концентрации: максимальная разовая —  $0,008 \text{ мг/м}^3$ ; среднесуточная — не установлена.

Принцип метода. Определение основано на образовании метиленовой сини в результате взаимодействия диметилпарафенилендиамина и хлорного железа с сульфидом кадмия, который получается в процессе поглощения сероводорода щелочным раствором комплекса кадмия с триэтаноламином. По интенсивности окраски раствора определяют количество сероводорода.

Оборудование. 1. ФЭК или СФ. 2. Аспиратор. 3. Поглотительные приборы Рыхтера. 4. Пробирки колориметрические. 5. Пипетки вместимостью 1, 5, 10  $\text{см}^3$ . 6. Колбы мерные вместимостью  $\text{см}^3$ , 1  $\text{дм}^3$ . 7. Цилиндры вместимостью 100  $\text{см}^3$ .

Раствор с содержанием  $\text{H}_2\text{S}$  точное содержание сероводорода определяют титрометрически, г

2. Рабочий раствор с содержанием  $\text{H}_2\text{S}$  5  $\text{мкг/см}^3$ . Его готовят в мерной колбе вместимостью 1  $\text{дм}^3$  наливая в нее 500  $\text{мкг/см}^3$   $\text{H}_2\text{S}$  и прибавляя по необходимости необходимое количество рабочего раствора (содержащего 500  $\text{мкг/см}^3$   $\text{H}_2\text{S}$ ). Объем раствора доводят до метки поглотительным раствором. Срок хранения 24 ч.

3. Поглотительный раствор. 5 г ацетата или 4,8 г сульфата кадмия и 1 г цитрата калия растворяют в мерной колбе вместимостью 1  $\text{дм}^3$  в 500  $\text{см}^3$  воды, добавляют 80 г триэтаноламина (или 400 мл 20% раствора) и доводят водой до метки. Срок хранения 1 мес.

4. Раствор хлорида железа. 50 г хлорида железа растворяют в небольшом количестве воды и доводят объем до 50  $\text{см}^3$ . Срок хранения 1 мес.

5. Диметилпарафенилендиамин дигидрохлорид — 0,1% раствор. 0,1 г растворяют в 100  $\text{см}^3$  разбавленной 1:1 серной кислоты. Срок хранения в холодильнике несколько месяцев.

6. Серная кислота — 5% раствор. К 100  $\text{см}^3$  воды осторожно приливают 3  $\text{см}^3$  концентрированной серной кислоты (плотность 1,83—1,84) и перемешивают.

7. Гидроксид натрия — 0,1 н. раствор. 4 г гидроксида натрия растворяют в мерной колбе в 1  $\text{дм}^3$  свежеприготов-

ленной охлажденной воды. Раствор готовят перед использованием.

8. Сероводород газообразный. Для получения  $H_2S$  аппарат Киппа заряжают кусочками сульфида железа диаметром 1—2 см<sup>3</sup> и серной или хлороводородной кислотой (разбавленной 1:4). Для получения сероводорода из сульфида натрия последний помещают в двугорлую склянку и медленно, по каплям, приливают из капельной воронки 5—10% раствор хлороводородной кислоты, покачивая склянку для более равномерного смачивания. (Осторожно! Прибавление большого количества кислоты может вызвать выброс пробки!) Работать с  $H_2S$  следует только в вытяжном шкафу!

9. Хлороводородная кислота — 5% раствор.

10. Исходный раствор сероводорода. Готовят насыщением сероводородом свежеприготовленного 0,1 н. раствора NaOH. Содержание  $H_2S$  в исходном растворе определяют иодометрически. Для этого в коническую колбу вместимостью 150—200 см<sup>3</sup> вносят точно 25 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора иода, 10 см<sup>3</sup> 5% раствора серной кислоты и 10 см<sup>3</sup> исходного раствора  $H_2S$  при постоянном перемешивании. Закрывают колбу и оставляют на 5 мин. Затем содержимое колбы титруют 0,1 н. раствором тиосульфата натрия до слабо-желтого окрашивания, добавляют несколько капель крахмала и продолжают титрование до полного обесцвечивания раствора. Вычисляют среднее значение из трех определений. Одновременно проводят контрольное титрование, для чего в 3 конические колбы вместимостью 100—200 см<sup>3</sup> вливают точно по 25 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора иода, 10 см<sup>3</sup> 5% раствора серной кислоты и прибавляют по 10 см<sup>3</sup> воды. Титрование проводят, как указано выше. 1 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора тиосульфата натрия соответствует 1,7043 мг сероводорода. Концентрацию сероводорода в исходном растворе определяют по формуле:

$$x = \frac{(V_1 - V_2) \cdot K}{10} \text{ мг/см}^3,$$

где  $V_1$  и  $V_2$  — объемы 0,1 н. растворов тиосульфата натрия, пошедшие на контрольное титрование и титрование пробы, см<sup>3</sup>;  $K$  — коэффициент пересчета, равный 1,7.

Отбор проб. Для определения разовой концентрации сероводорода исследуемый воздух протягивают через поглотительный прибор Рыхтера, заполненный 5 см<sup>3</sup> поглотительного раствора, со скоростью 4 дм<sup>3</sup>/мин в течение 20 мин. При отборе следует защищать поглотительный прибор от попадания прямых солнечных лучей. Срок хранения отобранных проб 24 ч.

Ход определения. Уровень раствора в поглотительном приборе доводят дистиллированной водой до

метки 5 см<sup>3</sup>. В поглотительный прибор приливают 1 см<sup>3</sup> раствора диметилпарафенилендиамина и 0,04 см<sup>3</sup> (1 каплю) раствора хлорида железа. Содержимое тщательно встряхивают и через 30 мин определяют оптическую плотность. Измерения производят в кювете с толщиной слоя 10 мм при длине волны 670 нм относительно воды. Время от добавления последнего реактива до измерения оптической плотности для всех проб должно быть одинаковым. Одновременно проводят измерения нулевой пробы, для чего 5 см<sup>3</sup> поглотительного раствора анализируют аналогично пробам. Значение оптической плотности нулевого раствора должно быть не более 0,02.

Количество сероводорода в пробе определяют с помощью калибровочного графика по разности результатов измерений оптической плотности пробы и нулевого раствора. Для построения калибровочного графика готовят серию стандартных растворов в мерных колбах вместимостью 100 см<sup>3</sup> согласно табл. 4.4.

Таблица 4.4. Шкала стандартов для определения сероводорода

Растворы	Номер стандартного раствора						
	1	2	3	4	5	6	7
Рабочий стандартный раствор, см <sup>3</sup>	1	2	4	8	16	24	32
Поглотительный раствор, см <sup>3</sup>	До 100 см <sup>3</sup> в каждую колбу						
Содержание сероводорода, мкг	0,25	0,5	1	2	4	6	8

Концентрацию сероводорода в воздухе определяют по формуле (см. 4.1).

#### 4.5. Определение оксида углерода (IV)

Химическая формула — CO<sub>2</sub>; молекулярная масса — 44,01. Бесцветный газ без запаха, тяжелее воздуха, легко растворим в воде. Содержание оксида углерода (IV) является косвенным критерием степени чистоты воздуха жилых и общественных помещений.

Санитарно-гигиеническая норма: 0,1%.

**Принцип метода.** Определение основано на нейтрализации слабоаммиачного раствора оксидом углерода в присутствии индикатора фенолфталеина. В дальнейшем проводится сравнительное исследование изучаемого воздуха и воздуха открытой атмосферы, где содержание  $\text{CO}_2$  держится на уровне 0,04% в городе и 0,03% в сельской местности.

**Оборудование.** 1. Пробирки вместимостью 30 см<sup>3</sup> 2. Шприц вместимостью 20 см<sup>3</sup>.

**Реактивы.** 1. Аммиак — 25% раствор.

2. Фенолфталеин — 1% раствор. 1 г фенолфталеина растворяют в 80 см<sup>3</sup> этанола и доводят объем до 100 см<sup>3</sup> водой.

3. Поглотительный раствор. К 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды добавляют 0,04 см<sup>3</sup> 25% раствора аммиака и 1—2 капли 1% раствора фенолфталеина.

**Ход определения.** В пробирку наливают 10 см<sup>3</sup> поглотительного раствора и закрывают резиновой пробкой, которую заранее протыкают иглой от шприца. Сначала исследование проводят с воздухом открытой атмосферы. Для этого воздух забирают шприцем до метки 20 см<sup>3</sup> и под давлением вводят через иглу в пробирку с аммиачным раствором. Не отпуская поршня, пробирку энергично взбалтывают для поглощения  $\text{CO}_2$  из воздуха. Эти манипуляции проводят до полного обесцвечивания поглотительного раствора. Записывают, сколько раз (количество шприцев) пришлось вводить воздух из шприца в пробирку, чтобы раствор обесцветился.

После этого пробирку освобождают от использованного раствора, ополаскивают дистиллированной водой, заполняют 10 см<sup>3</sup> свежего поглотительного раствора и точно также проводят определение с исследуемым воздухом. Снова записывают количество шприцев, пошедших на обесцвечивание раствора. Как правило, во втором случае для нейтрализации аммиачного раствора требуется меньшее количество шприцев воздуха.

Концентрацию оксида углерода (IV) в воздухе определяют по формуле:

$$x = \frac{0,04 \cdot n}{n_1} \%$$

где  $n$  — количество шприцев воздуха открытой атмосферы;  $n_1$  — количество шприцев исследуемого воздуха.

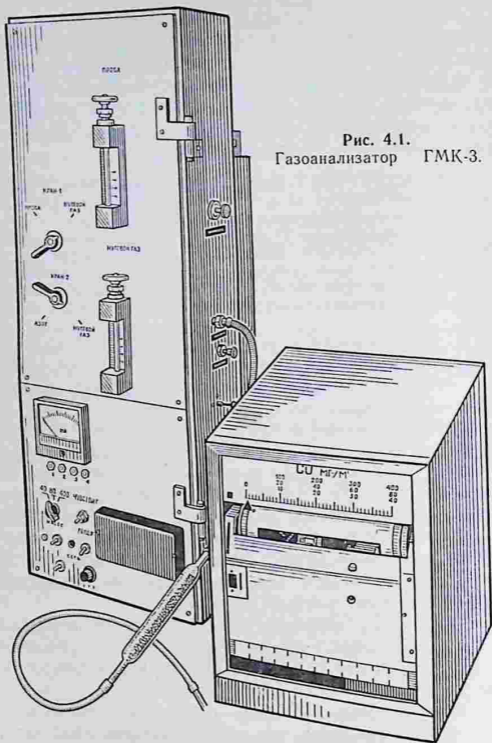


Рис. 4.1.  
Газоанализатор ГМК-3.

#### 4.6. Определение оксида углерода (II) с помощью газоанализатора ГМК-3

ГМК-3 — это оптико-акустический газоанализатор, принцип действия которого основан на измерении степени поглощения оксидом углерода инфракрасной радиации (рис. 4.1). Газоанализатор имеет три шкалы: 0—40, 0—80, 0—400 мг/м<sup>3</sup>, обладает высокой избирательностью. Калибровка газоанализатора произво-

дится аттестованным оксидом углерода (II), который поставляется в комплекте с прибором.

Прибор можно использовать для анализа отдельных проб и непрерывной регистрации. Отбор проб воздуха производят в резиновые камеры, стеклянные пипетки и т. п. Объем отобранной пробы должен быть не менее 1,5 дм<sup>3</sup>.

Порядок работы. Проверяют правильность установки нулевого показания и в случае необходимости производят корректировку, подсоединяют пробу ко входу блока предварительной подготовки газа, в течение 3—4 мин пропускают воздух из пробы через блок осушки и систему рабочей кюветы и производят измерение, затем вместо пробы в систему рабочей кюветы подают воздух через блок фильтров для установки нулевых показаний и подключают следующую пробу воздуха.

Концентрацию оксида углерода рассчитывают путем умножения разности показаний при измерении пробы и чистого воздуха на цену деления (в миллиграммах в 1 м<sup>3</sup>) для данной шкалы.

#### 4.7. Определение фенола

Химическая формула —  $C_6H_5OH$ ; молекулярная масса — 94,11. Бесцветные розовеющие при хранении кристаллы с характерным запахом; хорошо растворимы в спирте, эфире, в 100 г воды растворяется 8,2 г фенола. При попадании на кожу вызывает местные «ожоговые» явления.

Фенол применяют при производстве фенолформальдегидных смол, красителей, пестицидов и др.

Предельно допустимые концентрации: максимальная разовая — 0,01 мг/м<sup>3</sup>; среднесуточная — 0,003 мг/м<sup>3</sup>.

Принцип метода. При взаимодействии фенола с диазотированным паранитроанилином в растворе карбоната натрия образуется соединение, окрашенное в красный цвет. По интенсивности окраски раствора определяют концентрацию фенола. Определению мешают крезолы и сероводород.

Оборудование. 1. ФЭК или СФ 2. Аспиратор для отбора проб воздуха. 3. Поглощающие приборы Рыхтера. 4. Термометр 250° С. 5. Колбонагреватель или плитка с закрытой спиралью. 6. Пробирки колориметрические с отмет-

кой 5 и 10 см<sup>3</sup>. 7. Пипетки измерительные вместимостью 1, 5, 10 см<sup>3</sup>. 8. Колбы мерные вместимостью 50, 100 см<sup>3</sup>. 9. Цилиндры измерительные вместимостью 25, 100, 200 см<sup>3</sup>. 10. Колба Вюрца вместимостью 50—100 см<sup>3</sup>.

**Реактивы.** 1. Исходный стандартный раствор фенола. В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вливают 20 см<sup>3</sup> поглотительного раствора, колбу взвешивают на аналитических весах, вносят 30—50 мг свежеперегнанного фенола и вновь взвешивают. После этого доводят объем жидкости в колбе до метки поглотительным раствором; по разности взвешиваний находят содержание фенола в 1 см<sup>3</sup> раствора.

2. Рабочий стандартный раствор с содержанием фенола 10 мкг/см<sup>3</sup>. Разбавляют исходный раствор поглотительным раствором. Используют свежеприготовленным.

3. Поглотительный раствор — 0,8% раствор. Срок хранения 6 мес.

4. Хлороводородная кислота — 4% раствор. К 89,2 см<sup>3</sup> воды добавляют 9,1 см<sup>3</sup> хлороводородной кислоты (плотность 1,19) и перемешивают.

5. Нитрит натрия — 25% раствор. 10 г нитрита натрия х. ч. растворяют в 30 см<sup>3</sup> воды.

6. Паранитроанилин — 0,1% раствор. 0,1 г паранитроанилина растворяют в 100 см<sup>3</sup> 4% раствора хлороводородной кислоты и охлаждают до 0—5° С.

7. Диазотированный паранитроанилин. Перед работой к 12,5 см<sup>3</sup> охлажденного паранитроанилина приливают 2,5 см<sup>3</sup> раствор нитрита натрия и через 2 мин доводят объем до 50 см<sup>3</sup> водой. Срок хранения в холодильнике не более 3 дней.

8. Фенол свежеперегнанный. Для перегонки фенола собирают установку, состоящую из колбы Вюрца, на конце отростка которой в качестве приемника устанавливают пробирку. Собирают фракцию при температуре 182° С. Все операции по перегонке необходимо производить в вытяжном шкафу!

**Отбор проб.** Для определения разовой концентрации фенола исследуемый воздух протягивают через поглотительный прибор Рыхтера, содержащий 6 мл поглотительного раствора, со скоростью 3 дм<sup>3</sup>/мин в течение 20 мин.

**Ход определения.** Уровень раствора в поглотительном приборе доводят до объема 6 см<sup>3</sup> дистиллированной водой. Для анализа 5 см<sup>3</sup> пробы переводят в пробирку, добавляют 0,4 см<sup>3</sup> диазотированного паранитроанилина, содержащее пробирку тщательно встряхивают через 5—10 мин и измеряют оптическую плотность раствора в кювете с толщиной слоя 10 мм при длине волны 490 нм относительно воды. Время от до-

бавления последнего реактива до измерения оптической плотности пробы должно быть одинаковым. Одновременно проводят измерение оптической плотности нулевой пробы, для чего 5 см<sup>3</sup> поглотительного раствора анализируют аналогично пробам. Величина оптической плотности нулевого раствора должна быть не более 0,01.

Количество фенола в пробе определяют с помощью калибровочного графика по разности измерений оптической плотности растворов пробы и нулевого. Для построения калибровочного графика готовят серию стандартных растворов в мерных колбах вместимостью 100 см<sup>3</sup> (табл. 4.5).

Для приготовления шкалы стандартов отбирают из каждой колбы по 5 см<sup>3</sup> раствора и проводят все операции согласно ходу анализа.

Таблица 4.5. Шкала стандартов для определения фенола

Растворы	Номер стандартного раствора							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Рабочий стандартный раствор, см <sup>3</sup>	0,4	0,8	1,6	2,0	4,0	8,0	16,0	20,0
Поглотительный раствор, см <sup>3</sup>	До 100 см <sup>3</sup> в каждую колбу							
Содержание фенола, мкг	0,2	0,4	0,8	1,0	2,0	4,0	8,0	10,0

Концентрацию фенола определяют по формуле (см. 4.1).

#### Контрольные вопросы и задачи

1. В чем выражается неблагоприятное воздействие производственных ядов на организм работающего?
2. В чем заключается принцип метода определения оксида серы (с парарозанином)? Что служит поглотительным и стандартным растворами?
3. Как производится отбор проб воздуха и готовится шкала стандартов для определения оксида серы (IV)?
4. По какой формуле определяют концентрацию токсичных веществ в воздухе?
5. На чем основан принцип метода определения свинца в воздухе? Как производится отбор проб воздуха?
6. На чем основан принцип метода определения формальдегида в воздухе? Как строится калибровочный график?

7. На чем основан принцип метода определения сероводорода в воздухе? Каковы порядок отбора проб и ход анализа  $H_2S$ ?

8. На чем основан принцип метода определения в воздухе оксида углерода (II) с помощью газоанализатора ГМК-3?

9. На чем основан принцип метода определения в воздухе фенола? По какой формуле производится расчет?

10. Какое санитарно-гигиеническое значение имеет определение  $CO_2$  в воздухе помещений? На каком принципе основан метод определения  $CO_2$ ?

11. Напишите формулу расчета концентрации  $CO_2$ .

12. Наметьте основные пути снижения концентрации токсичных веществ в атмосферном воздухе и воздухе промышленных предприятий.

13. При определении фенола обнаружено, что оптическая плотность нулевой пробы равна 0,01, а исследуемого раствора — 0,05. По калибровочному графику этому значению оптической плотности соответствует 1,0 мкг фенола. Рассчитайте концентрацию фенола, если отобрано 60 дм<sup>3</sup> воздуха.

14. Для определения содержания оксида серы (IV) отобрано 40 дм<sup>3</sup> воздуха через 6 см<sup>3</sup> поглотительного раствора. При нефелометрировании 5 см<sup>3</sup> пробы обнаружено 2,5 мкг. Рассчитайте концентрацию  $SO_2$  и сопоставьте с ПДК.

15. Для определения соединений свинца через фильтр АФА со скоростью 130 дм<sup>3</sup>/мин в течение 40 мин протянут воздух при температуре 18° С и атмосферном давлении 740 мм рт. ст. Общий объем анализируемого раствора — 3 см<sup>3</sup>. При фотометрии 2,5 см<sup>3</sup> пробы обнаружена концентрация 4,0 мкг свинца. Рассчитайте концентрацию свинца и сопоставьте с ПДК.

16. Для определения формальдегида воздух со скоростью 2 дм<sup>3</sup>/мин протянули в течение 30 мин через 5 см<sup>3</sup> поглотительного раствора. При фотометрии 5 см<sup>3</sup> пробы обнаружено содержание формальдегида, равное 2,0 мкг. Рассчитайте концентрацию формальдегида и сопоставьте с ПДК.

17. Для определения сероводорода воздух протянули со скоростью 4 дм<sup>3</sup>/мин в течение 20 мин при температуре 20° С и атмосферном давлении 742 мм рт. ст. через 5 см<sup>3</sup> поглотительного раствора. При фотометрии 5 см<sup>3</sup> пробы обнаружено содержание  $H_2S$ , равное 1 мкг. Рассчитайте концентрацию  $H_2S$ .

18. Количество шприцев воздуха открытой атмосферы, прошедших на обесцвечивание раствора, равно 5, а количество шприцев исследуемого воздуха — 3. Рассчитайте концентрацию  $CO_2$  в процентах, сопоставьте с гигиеническими нормативами.

19. Концентрация  $CO_2$  в кинотеатре после окончания сеанса — 0,1%. О чем свидетельствует такая концентрация  $CO_2$ ?

## Глава 5

### ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗДУХА ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ПОМЕЩЕНИЙ

**Цель занятий.** Освоить физико-химические методы определения запыленности и загазованности воздуха производственных помещений, научиться пользоваться современными нормативными документами, наметить основные про-

филактические мероприятия по снижению запыленности и загазованности.

**Задания.** 1. Отберите пробы воздуха для определения пыли и газов. 2. Оформите протокол отбора проб воздуха. 3. Определите в пробах пыль, хлороводород, пары ртути, аммиака, оксид серы, оксид азота, ацетон. 4. Познакомьтесь с экспресс-методами определения токсичных веществ в воздухе с помощью приборов «УГ-2», «ГХ-4». 5. Оформите протокол исследования, оцените полученные результаты. Наметьте план мероприятий, направленный на снижение уровня запыленности и загазованности. 6. Ответьте на контрольные вопросы и решите задачи.

Методы исследований токсичных веществ в воздухе рабочей зоны должны отвечать требованиям ГОСТа 12.1.016—79 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ» и «Методическим указаниям на определение вредных веществ в воздухе», утвержденным Минздравом СССР (РСФСР).

Одновременно с исследованием воздуха рабочей зоны на содержание токсичных веществ необходимо провести измерение показателей микроклимата (температуры, относительной влажности, скорости движения воздуха, интенсивности теплового излучения) согласно «Санитарным нормам микроклимата производственных помещений» № 4088—86, утвержденным Министерством СССР 31.03.86.

При расчете концентраций обнаруженных веществ приведение отобранной пробы к стандартным (нормальным) условиям проводится в соответствии с ГОСТом 12.1.005—76 по формуле (см. 3.5.3).

### **5.1. Определение пыли в атмосферном воздухе и воздухе рабочей зоны**

**Принцип метода.** Определение основано на гравиметрическом (весовом) определении массы пыли (дисперсной фазы аэрозолей), уловленной из измеренного объема исследуемого воздуха.

Определение невозможно в средах, содержащих ацетон, бензол, ксилол, так как фильтры АФА-ВП под воздействием этих паров изменяют свою структуру с потерей обычных фильтрующих свойств.

**Оборудование.** 1. Аналитические весы. 2. Аналитические аэрозольные фильтры АФА-ВП-10, АФА-ВП-20.

3. Эксикатор. 4. Пинцет аналитический. 5. Часы (точность отсчета  $\pm 0,5$  с).

Реактив. Этанол 96%.

Взвешивание фильтров АФА-ВП-20 производится на аналитических весах с точностью  $\pm 0,1$  мг. Фильтр с защитными кольцами и пакетом из кальки извлекают из бумажной кассеты, разворачивают пакет, раскрывают половинки защитных колец и с помощью пинцета устанавливают фильтр на середину чашки весов.

Взвешенные фильтры с помощью пинцета осторожно распрямляют, вкладывают в защитные кольца и помещают в пакет из кальки. Номер каждого фильтра записывают на выступающей части защитных колец, а полученную массу с точностью до четвертого знака фиксируют в рабочем журнале.

Фильтры к месту отбора доставляют в бумажных кассетах. Затем предварительно взвешенный фильтр извлекают из бумажной кассеты, освобождают от пакета из кальки и вместе с защитными кольцами устанавливают в гнездо пылевого аллонжа.

Включают электроаспиратор и с помощью регулировочных вентилях устанавливают по ротаметру заданную скорость протягивания воздуха. После выключения электроаспиратора извлекают фильтр и перегибают его пополам запыленной стороной внутрь. Фильтр, вложенный в пакет из кальки, помещают в свободную ячейку бумажной кассеты.

Объем аспирируемого воздуха зависит от предполагаемого содержания пыли и определяется необходимостью накопления на фильтре такого количества пыли, которое достаточно для надежного взвешивания (1—2 мг) и не превышает пылеемкость применяемого фильтра.

Фильтры с пробами, вложенные в бумажную кассету, доставляют в лабораторию для повторного взвешивания или химического анализа дисперсной фазы аэрозоля. Фильтры извлекают из кассеты и в течение 2 ч выдерживают в эксикаторе. Фильтры АФА-ВП-20 взвешивают сложенными вчетверо, как и при первоначальном определении массы.

Содержание пыли определяют по формуле:

$$x = \frac{(a-b) \cdot 1000}{V_0} \text{ мг/м}^3,$$

где  $a$  — масса фильтра после отбора, мг;  $b$  — масса

фильтра до отбора, мг;  $V_0 (V_{20})$  — объем аспирированного воздуха, приведенный к нормальным условиям по формуле,  $\text{дм}^3$ ; 1000 — коэффициент для пересчета в кубические метры.

## 5.2. Определение хлороводорода

Химическая формула —  $\text{HCl}$ ; молекулярная масса — 36,46. Бесцветный газ с резким запахом, хорошо поглощается водой, растворяется в эфире, спирте. Во влажном воздухе образует аэрозоль хлороводородной кислоты. Хлороводород и хлороводородная кислота раздражают верхние дыхательные пути, вызывают воспаление слизистой оболочки глаз.

Принцип метода. Определение основано на реакции ионов хлора с роданидом ртути и железом (III).

Предельно допустимая концентрация: 5 мг/м<sup>3</sup>.

Оборудование. 1. Аспирационное устройство. 2. Поглотительные приборы с пористой пластинкой № 2. 3. Пробирки колориметрические. 4. Пипетки вместимостью 1, 2, 5 и 10 см<sup>3</sup> с делениями 0,01 и 0,1 см<sup>3</sup>. 5. Колбы мерные вместимостью 100 и 500 см<sup>3</sup>. 6. Воронки стеклянные с пористыми пластинками № 1 и 4. 7. Воронка Бюхнера. 8. СФ или КФК-2.

Реактивы. 1. Исходный стандартный раствор с содержанием 100 мкг/см<sup>3</sup> хлороводорода. 0,0204 г хлорида калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

2. Рабочий стандартный раствор, содержащий 10 мкг/см<sup>3</sup> хлороводорода. Разбавляют исходный стандартный раствор в 10 раз водой.

3. Азотная кислота (плотность 1,4).

4. Железоаммиачные квасцы — 0,25 н. раствор. 61 г квасцов вносят в колбу, добавляют 100 см<sup>3</sup> воды и 310 см<sup>3</sup> азотной кислоты. Раствор фильтруют через воронку с пористой стеклянной пластинкой № 4 в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доводят водой до метки.

5. Этанол, ректификат.

6. Роданид ртути — 0,2% спиртовой раствор. 0,2 г роданида ртути растворяют в 100 см<sup>3</sup> этанола. Через сутки раствор отфильтровывают через воронку с пористой пластинкой № 2. Срок хранения 14 дней.

Отбор проб. Воздух со скоростью 1 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных прибора с пористой пластинкой, содержащих по 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды в течение 10 мин.

Ход определения. 5 см<sup>3</sup> из первого поглотительного прибора и 5 см<sup>3</sup> из второго вносят в колориметрические пробирки, добавляют по 0,5 см<sup>3</sup> железо-аммиачных квасцов, по 0,4 см<sup>3</sup> раствора роданида ртути и тщательно перемешивают. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора на ФЭКе в кювете с толщиной слоя 10 мм при длине волны 480 нм. Содержание хлороводорода в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно табл. 5.1.

Таблица 5.1. Шкала стандартов для определения хлороводорода

Номер стандартного раствора	Стандартный раствор, см <sup>3</sup>	Дистиллированная вода, см <sup>3</sup>	Раствор квасцов, см <sup>3</sup>	Раствор роданида ртути, см <sup>3</sup>	Содержание хлороводорода, мкг
1	0	5,0	0,5	0,4	0
2	0,3	4,7	0,5	0,4	3,0
3	0,6	4,4	0,5	0,4	6,0
4	0,9	4,1	0,5	0,4	9,0
5	1,2	3,8	0,5	0,4	12,0
6	1,5	3,5	0,5	0,4	15,0
7	2,0	3,0	0,5	0,4	20,0

Концентрацию хлороводорода в воздухе определяют по формуле (см. 4.1).

### 5.3. Определение паров ртути

Химический знак — Hg; атомная масса — 200,6.

Принцип метода. Определение основано на реакции образования комплексной ртутномедноиодистой соли, окрашенной в красный цвет. Содержание ртути определяют фотометрически по розовой окраске на фоне белой взвеси иодида меди.

Метод неспецифичен в присутствии сулемы и ртутноорганических соединений.

Предельно допустимая концентрация: 0,01 мг/м<sup>3</sup>.

Оборудование. 1. Аспирационное устройство. 2. Гофрированные трубки. 3. Пробирки центрифужные вместимостью 10 см<sup>3</sup>. 4. Пипетки вместимостью 1,5 и 10 см<sup>3</sup>. 5. Бюретки вместимостью 25 см<sup>3</sup>. 6. Колбы мерные вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

мостью 100 см<sup>3</sup> и 1 дм<sup>3</sup>. 7. Цилиндр с шлифованной пробкой вместимостью 25 см<sup>3</sup>. 8. Чашки фарфоровые.

Реактивы. 1. Стандартный раствор № 1 с содержанием 100 мкг/см<sup>3</sup> ртути. 0,0135 г хлорида ртути (II) растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> в небольшом объеме 0,25% раствора иода, затем доводят объем до 100 см<sup>3</sup> этим же раствором. Срок хранения 6 мес.

2. Стандартные растворы № 2 и 3 с содержанием соответственно 10 и 1 мкг/см<sup>3</sup> ртути. Стандартный раствор № 1 разбавляют 0,25% раствором иода. Срок хранения растворов № 2 и 3 — 7 дней.

3. Иод кристаллический ч. д. а. — 0,1 н. раствор и 0,25% раствор. Для приготовления последнего 2,5 г возогнанного иода и 30 г иодида калия растворяют в небольшом количестве воды и объем доводят водой до 1 дм<sup>3</sup>.

4. Сульфит натрия — 2,5 н. раствор. 32 г сульфита натрия растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды; титр раствора устанавливают по 0,1 н. раствору иода.

5. Хлорид меди (II) — 7% раствор.

6. Сульфат меди — 10% раствор.

7. Реактивный раствор. В цилиндр вместимостью 25 см<sup>3</sup> вносят 12 см<sup>3</sup> раствора хлорида меди и 14 см<sup>3</sup> раствора сульфита натрия, закрывают цилиндр пробкой и взбалтывают до растворения образовавшегося осадка. Раствор готовят перед употреблением.

8. Сульфат магния х. ч., высушенный и прокаленный при температуре 500° С в течение 2 ч.

9. Пропитывающий раствор. В колбу вместимостью 25—50 см<sup>3</sup> вносят 1,2 г иодида калия, 0,1 иода и 0,4 см<sup>3</sup> воды. Затем добавляют 12 см<sup>3</sup> ацетона, 1 см<sup>3</sup> этиленгликоля, перемешивают и колбу слегка подогревают на водяной бане.

10. Контрольный раствор. 30 г прокаленного сульфата магния, 0,25 г иода, 6 г иодида калия и 5,5 см<sup>3</sup> этиленгликоля растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды.

11. Сорбент для паров ртути. В фарфоровую чашку вносят порошкообразный сульфат магния и наливают при помешивании стеклянной палочкой пропитывающий раствор из расчета 1 см<sup>3</sup> на 1 г сульфата магния. Полученную массу помешивают, пока частицы перестанут прилипать друг к другу и порошок делается сыпучим.

Отбор проб. Воздух со скоростью 20 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют 5 мин через вертикально установленную гофрированную трубку, содержащую 1 см<sup>3</sup> сорбента.

Ход определения. Содержимое гофрированной трубки переносят в чашку, сорбент растворяют в 2 см<sup>3</sup> воды. Для анализа отбирают 1 см<sup>3</sup> раствора в центрифужную пробирку. Прибавляют по каплям до появления окраски контрольного раствора 0,1 н. раст-

вора иода и затем вводят 0,8 см<sup>3</sup> свежеприготовленного реактивного раствора. Содержимое пробирки взбалтывают и оставляют на 5—10 мин до полного осаждения взвеси. После этого окраску осадка сравнивают со стандартной шкалой, приготовленной одновременно аналогично пробам согласно табл. 5.2.

Таблица 5.2. Шкала стандартов для определения ртути

Номер стандартного раствора	Стандартный раствор № 3, см <sup>3</sup>	Стандартный раствор № 2, см <sup>3</sup>	Контрольный раствор, см <sup>3</sup>	Реактивный раствор, см <sup>3</sup>	Содержание ртути, мкг
1	0	—	0	0,8	0
2	0,2	—	0,8	0,8	0,2
3	0,4	—	0,6	0,8	0,4
4	0,6	—	0,4	0,8	0,6
5	0,8	—	0,2	0,8	0,8
6	1,0	—	0	0,8	1,0
7	—	0,2	0,8	0,8	2,0
8	—	0,3	0,7	0,8	3,0
9	—	0,4	0,6	0,8	4,0
10	—	0,6	0,4	0,8	6,0
11	—	0,8	0,2	0,8	8,0
12	—	1,0	0	0,8	10,0

Концентрацию паров ртути в воздухе определяют по формуле (см. 4.1).

#### 5.4. Определение аммиака

Химическая формула — NH<sub>3</sub>; молекулярная масса — 17,0.

Принцип метода. Определение основано на образовании окрашенного в желто-бурый цвет соединения (иодида димеркураммония) при взаимодействии аммиака с реактивом Несслера.

Предельно допустимая концентрация: 20 мг/м<sup>3</sup>.

Оборудование. 1. Аспирационное устройство. 2. Приборы поглотительные с пористой пластинкой. 3. Пробирки колориметрические плоскодонные. 4. Пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10 см<sup>3</sup>. 5. Колбы мерные вместимостью 250, 100 см<sup>3</sup>. 6. ФЭК или СФ.

Реактивы. 1. Стандартный раствор № 1, содержащий 100 мкг/см<sup>3</sup> аммиака. 0,0314 г хлорида аммония растворяют

в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, не содержащей аммиака. Срок хранения 2 мес.

2. Стандартный раствор № 2, содержащий 10 мкг/см<sup>3</sup> аммиака. Стандартный раствор № 1 разбавляют 0,01 н. раствором серной кислоты в день анализа.

3. Серная кислота — 0,01 н. раствор.

4. Реактив Несслера.

Отбор проб. Воздух со скоростью 0,5 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных прибора с 10 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора серной кислоты в каждом. Для определения в воздухе концентрации на уровне 1/2 ПДК достаточно отобрать 2 дм<sup>3</sup> воздуха.

Ход определения. Пробу объемом 1 см<sup>3</sup> из первого и 5 см<sup>3</sup> из второго поглотительного прибора вносят в колориметрические пробирки. 1 см<sup>3</sup> пробы доводят до объема 5 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствором серной кислоты. В пробирки прибавляют по 0,5 см<sup>3</sup> реактива Несслера и взбалтывают. Через 5—10 мин измеряют оптическую плотность раствора в кювете с толщиной слоя 10—20 мм при длине волны 450 нм по сравнению с контролем, который готовят аналогично пробам. Содержание аммиака в анализируемом объеме определяют по калибровочному графику зависимости оптической плотности раствора от концентрации аммиака. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно табл. 5.3.

Таблица 5.3. Шкала стандартов для определения аммиака

Номер стандартного раствора	Стандартный раствор № 2, см <sup>3</sup>	Серная кислота: 0,01 н. раствор, см <sup>3</sup>	Содержание аммиака, мкг
1	0	5,0	0
2	0,1	4,9	1,0
3	0,2	4,8	2,0
4	0,4	4,6	4,0
5	0,6	4,4	6,0
6	0,8	4,2	8,0
7	1,0	4,0	10,0

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптическую плотность и строят график.

Концентрацию аммиака в воздухе определяют по формуле (см. 4.1).

## 5.5. Определение оксида серы (IV)

Химическая формула —  $\text{SO}_2$ ; молекулярная масса — 64,0.

Принцип метода. Определение основано на окислении оксида серы хлоратом калия (бертолетовой солью) или перекисью водорода до серной кислоты и взаимодействии последней с хлоридом бария с образованием взвеси.

Определению мешают серная кислота и растворимые сульфаты. Предельно допустимая концентрация: 10 мг/м<sup>3</sup>.

Оборудование. 1. Аспирационное устройство. 2. Пробирки колориметрические. 3. Поглотительные приборы с пористой пластинкой. 4. Колбы мерные вместимостью 100, 50, 25 см<sup>3</sup>. 5. Пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10 см<sup>3</sup>. 6. СФ или ФЭК.

Реактивы. 1. Стандартный раствор № 1 с содержанием  $\text{SO}_2$  1 мг/см<sup>3</sup>. 0,272 г калия сульфата растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

2. Стандартный раствор № 2, содержащий 100 мкг/см<sup>3</sup>. Раствор № 1 разбавляют поглотительным раствором в 10 раз.

3. Поглотительный раствор. 4% раствор хлората калия или 0,3% раствор перекиси водорода.

4. Хлорид бария — 10% раствор.

5. Этанол, ректификат.

6. Составной раствор. К 100 см<sup>3</sup> 10% раствора хлорида бария приливают 50 см<sup>3</sup> этанола, 50 см<sup>3</sup> глицерина и 0,1 см<sup>3</sup> концентрированной хлороводородной кислоты. Раствор оставляют на сутки, при появлении осадка фильтруют через плотный фильтр.

Отбор проб. Воздух со скоростью 1 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через поглотительный прибор с пористой пластинкой, содержащей 6 см<sup>3</sup> поглотительного раствора. Для определения  $1/2$  ПДК необходимо отобрать 2 дм<sup>3</sup> воздуха.

Ход определения. Из поглотительного прибора 5 см<sup>3</sup> пробы вносят в колориметрическую пробирку, приливают 1 см<sup>3</sup> составного раствора хлорида бария, перемешивают и через 10 мин фотометрируют в кюветах с толщиной слоя 1 см при длине волны 410 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам. Содержание оксида серы в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для его построения готовят шкалу стандартов согласно табл. 5.4.

Таблица 5.4. Шкала стандартов для определения оксида серы (IV)

Номер стандартного раствора	Стандартный раствор, см <sup>3</sup>	Поглотительный раствор, см <sup>3</sup>	Содержание оксида серы, мкг
1	0	5,0	0
2	0,05	4,95	5,0
3	0,1	4,90	10,0
4	0,2	4,80	20,0
5	0,3	4,70	30,0
6	0,4	4,60	40,0
7	0,5	4,50	50,0

Все пробирки обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптическую плотность и строят график.

Концентрацию оксида серы (IV) в воздухе определяют по формуле (см. 4.1).

### 5.6. Определение оксидов азота

Химическая формула —  $\text{NO}_2$ ; молекулярная масса — 46,0.

Принцип метода. Определение основано на образовании азокрасителя при взаимодействии оксида азота с реактивом Грисса — Илосвая.

Предельно допустимая концентрация: 5 мг/м<sup>3</sup>.

Оборудование. 1. Аспирационное устройство. 2. Поглотительные приборы. 3. Пробирки колориметрические, плоскодонные. 4. Пипетки вместимостью 1, 5, 10 см<sup>3</sup>. 5. Колбы мерные вместимостью 100 см<sup>3</sup>. 6. СФ-46 (СФ-26) или ФЭК.

Реактивы. 1. Стандартный раствор № 1, соответствующий 100 мкг/см<sup>3</sup> оксида азота. 0,0150 г нитрита натрия растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Дистиллированная вода и реактивы не должны давать положительной реакции на пнитрит-ион. Срок хранения 2 нед.

2. Стандартный раствор № 2, содержащий 1 мкг/см<sup>3</sup> оксида азота. Раствор № 1 разбавляют в 100 раз 8% раствором иодида калия. Раствор готовят перед употреблением.

3. Уксусная кислота — 10% раствор.

4. Реактив Грисса—Илосвая: а) 0,5 г сульфаниловой кислоты растворяют в 150 см<sup>3</sup> 10% раствора уксусной кислоты; б) 0,1 г  $\alpha$ -нафтиламина растворяют в колбе в 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и нагревают на кипящей водяной бане до образования на дне лиловой капли. Раствор декантируют и добавляют 10% раствор уксусной кислоты до объема 150 см<sup>3</sup> (каплю не употреблять). Растворы хранят в склянках с

тертыми пробками. Перед употреблением оба раствора мешивают в отношении 1:1.

5. Иодат калия — 8% раствор.

6. Сульфит натрия — 0,01 н. раствор.

Отбор проб. Воздух со скоростью 0,2 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных прибора с 10 см<sup>3</sup> 8% раствора иодида калия в каждом. Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 3 дм<sup>3</sup> воздуха.

Ход определения. 1 и 5 см<sup>3</sup> пробы из каждого поглотительного прибора вносят в колориметрические пробирки. Объем пробы 1 см<sup>3</sup> доводят до объема 5 см<sup>3</sup> 8% раствором иодида калия. Затем приливают по 1 см<sup>3</sup> реактива Грисса — Илосвая и взбалтывают. Через 20 мин добавляют по 0,5 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора сульфита натрия, взбалтывают и фотометрируют в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волны 520 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам.

Содержание оксида азота в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно табл. 5.5.

Таблица 5.5. Шкала стандартов для определения оксида азота

Номер стандартного раствора	Стандартный раствор № 2, см <sup>3</sup>	Иодида калия 8% раствор, см <sup>3</sup>	Содержание оксида азота, мкг
1	0	5,0	0
2	0,3	4,7	0,3
3	0,5	4,5	0,5
4	1,0	4,0	1,0
5	2,0	3,0	2,0
6	3,0	2,0	3,0
7	4,0	1,0	4,0
8	5,0	—	5,0

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптическую плотность и строят график.

Концентрацию оксида азота в воздухе определяют по формуле (см. 4.1).

## 5.7. Определение ацетона

Химическая формула —  $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ; молекулярная масса — 58,0.

Принцип метода. Определение основано на образовании соединения при взаимодействии ацетона с салициловым альдегидом в щелочной среде, окрашивающего раствор в желтый цвет.

Предельно допустимая концентрация: 200 мг/м<sup>3</sup>.

Оборудование. 1. Аспирационное устройство. 2. Поглощительные приборы с пористой пластинкой № 1. 3. Пробирки колориметрические. 4. Пипетки вместимостью 1, 2, 5 см<sup>3</sup>. 5. Колбы мерные вместимостью 100, 50 см<sup>3</sup>. 6. Цилиндры вместимостью 100 см<sup>3</sup>. 7. Водяная баня. 8. Термометр химический (на 100° С). 9. ФЭК.

Реактивы. 1. Стандартный раствор № 1. В мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> наливают 15—20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Колбу взвешивают, вносят в нее 2—3 капли свежеперегнанного ацетона и снова взвешивают. Содержимое колбы доводят до метки водой и перемешивают. По разности двух взвешиваний определяют навеску ацетона и вычисляют содержание ацетона в 1 см<sup>3</sup>.

2. Стандартный раствор № 2 свежеприготовленный, содержащий 10 мкг/см<sup>3</sup>. Готовят в мерной колбе соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1.

3. Салициловый альдегид. 2,18 см<sup>3</sup> свежеперегнанного альдегида вносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, содержащую 10—20 см<sup>3</sup> этанола и доводят до метки этанолом.

4. Этанол ректификат.

5. Гидроксид калия — 50% раствор.

Отбор проб. Воздух со скоростью 0,2 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглощительных прибора, содержащих по 4 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Отбор проб проводят при охлаждении поглощительных приборов путем помещения их в сосуд со льдом. Для определения  $1/2$  ПДК отбирают 1 дм<sup>3</sup> воздуха.

Ход определения. 2 см<sup>3</sup> пробы из каждого поглощительного прибора переносят в колориметрические пробирки и наливают 1 см<sup>3</sup> 50% раствора гидроксида калия и 0,5 см<sup>3</sup> салицилового альдегида. Содержимое пробирок встряхивают и помещают на 25 мин в водяную баню, нагретую до 70° С. По охлаждении растворы фотометрируют в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волны 445—450 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробе. Количество

ацетона определяют по калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно табл. 5.6.

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптическую плотность и строят график.

Таблица 5.6. Шкала стандартов для определения ацетона

Номер стандартного раствора	Стандартный раствор № 2, см <sup>3</sup>	Вода дистиллированная, см <sup>3</sup>	Содержание ацетона, мкг
1	0	2,0	0
2	0,1	1,9	1,0
3	0,2	1,8	2,0
4	0,4	1,6	4,0
5	0,6	1,4	6,0
6	0,8	1,2	8,0
7	1,0	1,0	10,0

Концентрацию ацетона в воздухе определяют по формуле (см. 4.1).

### 5.8. Экспресс-методы определения токсичных веществ

При необходимости срочного определения концентрации токсичного вещества в воздухе рабочей зоны рекомендуется использовать экспресс-методы, которые дают возможность (за короткое время) в течение технологического процесса или одной рабочей смены проанализировать большое число проб воздуха на одном или нескольких рабочих местах.

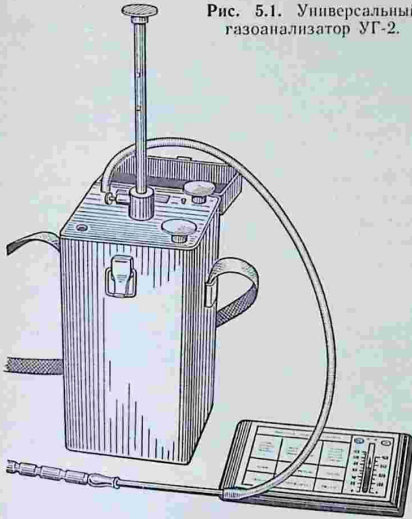
Недостатком их является то, что отдельные линейно-колористические показания имеют приближенно количественный характер и в концентрациях, близких к ПДК их следует проверять лабораторными методами.

В настоящее время наиболее распространены методы с использованием следующих приборов.

**«УГ-2» (универсальный газоанализатор).** Прибор предназначен для определения в воздухе рабочей зоны концентраций оксида серы, ацетилена, сероводорода, хлора, аммиака, оксидов азота и углерода, этилового эфира, бензина, бензола, толуола, ксилола, ацетона, углеводородов нефти (рис. 5.1).

Газоанализатор обеспечивает определение концентрации вредных газов в воздухе с содержанием пыли не

Рис. 5.1. Универсальный газоанализатор УГ-2.



более  $40 \text{ мг/м}^3$ ; относительной влажностью не более 90%, при температуре  $10\text{--}30^\circ \text{C}$  и давлении  $740\text{--}780 \text{ мм рт. ст.}$

Определение основано на аспирации исследуемого воздуха с помощью воздухозаборного устройства через стеклянную трубку, наполненную индикаторным порошком.

В результате реакции, возникающей между анализируемым газом и реактивом-наполнителем индикаторной трубки, происходит выделение цветного продукта, отличающегося от исходного по цвету. Длина окрашенного столбика индикаторного порошка, находящегося в трубке, пропорциональна содержанию искомого вещества в воздухе и измеряется по шкале, приложенной к прибору, градуированной в миллиграммах в  $1 \text{ м}^3$  (линейно-колористический метод).

На неподвижном плато прибора имеются гнезда для хранения штока. Во внутренней части футляра помещается воздухозаборное устройство для просасывания исследуемого воздуха через индикаторные трубки.

Основной частью воздухозаборного устройства является резиновый сильфон с расположенной внутри него пружинной, которая удерживает сильфон в растянутом положении. Просасывание исследуемого воздуха через индикаторную трубку производится после предварительного сжатия сильфона штоком, снабженным головкой.

На грани головки штока обозначены объемы просасываемого при анализе воздуха. На цилиндрической поверхности штока имеется продольная канавка с двумя углублениями, служащими для фиксации объема просасываемого воздуха. Расстояние между углублениями в канавке рассчитано таким образом, чтобы при ходе штока от одного углубления до другого прибор забирал определенное количество исследуемого воздуха (см. цифры под головкой штока).

При переноске прибора из одного помещения в другое (с другой температурой воздуха) необходимо, чтобы индикаторные трубки приняли температуру окружающего воздуха, лишь после этого приступить к анализу.

Ход определения. При открытой крышке футляра отводят стопор и вставляют шток в направляющую втулку так, чтобы стопор скользил по канавке штока. Затем давлением руки на головку штока сжимают сильфон до тех пор, пока наконечник стопора не совпадет с верхним углублением в канавке штока.

Индикаторную трубку освобождают от предохранительных колпачков. Надавливая одной рукой на головку штока, другой рукой отводят стопор. Одновременно с началом движения штока стопор освобождают от руки. В это время происходит просасывание воздуха через индикаторную трубку. После того, как наконечник стопора войдет в нижнее углубление канавки штока (слышен щелчок) и движение штока прекратится, необходимо выдержать паузу, так как просасывание еще продолжается вследствие остаточного вакуума в сильфоне.

Затем индикаторную трубку отсоединяют от резиновой трубки и прикладывают к шкале таким образом, чтобы нижняя граница потемневшего столбика совпала с нулевым делением шкалы. Верхняя граница окрашенного столбика порошка в индикаторной трубке укажет на шкале концентрацию искомого вещества.

**«ГХ-4» (АМ-3) (газоопределитель химический).**

Рис. 5.2. Газоопределитель химический ГХ-4.

Прибор разработан для определения четырех веществ, наиболее часто встречающихся в шахтах и рудниках: оксид углерода (II), оксиды азота (II и IV), оксид серы (IV), сероводород.

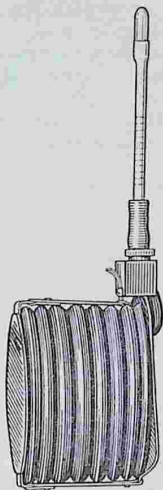
Преимуществом прибора «ГХ-4» по сравнению с «УГ-2» является то, что трубки заполняются реактивами на заводе-изготовителе и прилагаются в запечатанном виде к прибору; при использовании прибора «УГ-2» поглотительные трубки наполняются вручную перед началом отбора проб (рис. 5.2).

Аспиратор действует по принципу ручного сильфонного насоса. Всасывание воздуха осуществляется камерой сильфона за счет предварительно сжатых рукой пружин, расположенных внутри сильфона и выброса из камеры через клапан. На верхней торцевой стороне аспиратора расположено гнездо для герметичного подключения индикаторной трубки, через которую во время отбора пробы аспирируется воздух.

Перед отбором пробы воздуха концы индикаторных трубок обламывают специальным приспособлением, вмонтированным в прибор. На поверхности трубок краской нанесены: формула определяемого вещества, маркировочные кольца с указанием концентрации и стрелка, показывающая направление движения воздуха через трубку к аспиратору.

Определение оксида углерода (IV). Метод основан на окислении оксида углерода (IV) в кислой среде. Индикаторный порошок при этом окрашивается в коричневый цвет, который быстро переходит в зеленый.

Для анализа аспирируют вначале 100 см<sup>3</sup> воздуха (один ход мехового аспиратора). Если окрашенный слой достиг первого деления на трубке или превысил его, то анализ заканчивают. Если же после одного хода аспиратора окраска не появилась, то делают



еще до 10 ходов, т. е. всего просасывают через трубку не более 1 дм<sup>3</sup> воздуха.

Для расчета концентрации оксида углерода (IV) нужно цифру, стоящую около маркировочного кольца, разделить на значение объема пропущенного воздуха (100 или 1000 см<sup>3</sup>). При этом получают концентрацию, выраженную в процентах по объему.

Пересчет в миллиграммы в 1 м<sup>3</sup> производится по формуле:

$$x = \frac{M \cdot a}{22,4} \text{ мг/100 см}^3 \text{ воздуха,}$$

где  $M$  — масса молекулы вещества, мг;  $a$  — содержание вещества, %.

Определение оксида серы (IV) и сероводорода. Для определения оксида серы (IV) силикагель обрабатывают смесью растворов иодида калия и крахмала. При взаимодействии с SO<sub>2</sub> порошок окрашивается в темно-синий цвет.

Для определения сероводорода силикагель обрабатывают раствором нитрата висмута и уксусной кислотой. При взаимодействии с H<sub>2</sub>S образуется сульфид висмута, который окрашивает порошок в темно-коричневый цвет.

Для анализа отбирают 1 дм<sup>3</sup> воздуха, через 2—3 мин отсчитывают концентрацию по трубке.

Если индикаторный слой в трубке окрашивается целиком раньше, чем отобран 1 дм<sup>3</sup> воздуха, то концентрацию (в % по объему) рассчитывают по формуле:

$$x = \frac{10 \cdot K}{n},$$

где  $K$  — показания шкалы, %;  $n$  — число ходов мехового аспиратора.

Определение оксидов азота (II и IV). Метод основан на окислении оксида азота (II) до оксида азота (IV) перманганатом калия в кислой среде и последующей реакции NO<sub>2</sub> с иодидом калия. Выделившийся иод в присутствии крахмала окрашивает силикагель в синий цвет.

В верхней части трубки находится окрашенный в темно-фиолетовый цвет силикагель, для окисления NO в NO<sub>2</sub>.

Другая часть трубки заполнена индикаторным порошком, обработанным смесью растворов иодида ка-

ля и крахмала, который при взаимодействии с  $\text{NO}_2$  окрашивается в синий цвет.

На индикаторной трубке, под маркировочными кольцами, указаны концентрации ( $\text{NO} + \text{NO}_2$ ) в процентах по объему.

### 5.9. Определение уровня шума и вибрации

**Измеритель шума и вибрации ИШВ-1.** Прибор предназначен для измерения интенсивности шума, вибрации и анализа их спектра (рис. 5.3).

На панели прибора имеется вход (1) для подключения микрофона (14) при измерении шума или виброприемника (15) при измерении вибрации; переключателя (2 и 3) пределов измерения «Дец. I» и «Дец. II», первый из которых градуирован от 30 до 90 дБ, второй — от 0 до 40 дБ; переключатель рода измерения (4), положения которого А, В и С определяют шкалу, предназначенную для измерения шума, «Лин» — для измерения вибрации, «Фильтры» — для определения уровней звука или вибрации в октавных полосах; переключатель рода работы (5), который устанавливается в положение «Контр.» при проверке питания, «Быстро» — при измерении стабильного шума, «Медленно» — при измерении прерывистого и импульсного шумов; переключатель октавных полос фильтра (6) со среднегеометрическими частотами 16, 32, 63, 125, 250, 500, 1000, 2000, 4000, 8000 и

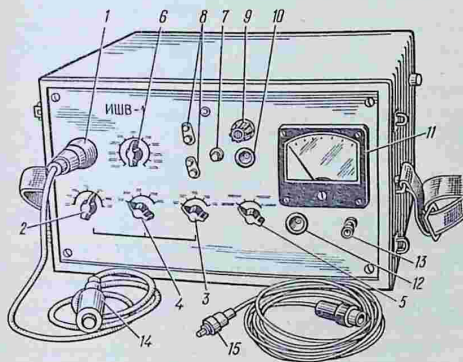


Рис. 5.3. Измеритель шума и вибрации ИШВ-1. Объяснение в тексте.

16 000 Гц; тумблер переключателя работы на микрофон или на виброприемник (7); гнезда со шлицами (8) для калибровки прибора; индикатор питания (9); гнездо для подключения системы электрической калибровки прибора (10); стрелочный индикатор (11); выход (12) для подключения магнитофона или осциллографа; клемма заземления (13).

Методика измерения шума. Подключают к разъему «Вход» микрофон и переключателем (5) включают питание, устанавливая его в положение «Контр.». При этом стрелка индикатора (11) устанавливается на шкале стрелочного прибора против сектора «Батарей», а индикаторная лампа (9) начинает мигать. Тумблер (7) ставят в положение «Микрофон». При измерении стабильного шума ручку переключателя (5) устанавливают в положение «Быстро», при измерении импульсного и прерывистого шумов — в положение «Медленно».

Соответственно роду измерения устанавливают переключатель: в положение А при измерении шума, в положение С при определении суммарного звукового давления, в положение «Фильтр» при измерении звукового давления в октавных полосах частот. Переключатели (2 и 3) устанавливают в положение соответственно против цифр 90 и 40.

При определении общего уровня шума постепенно снижают пределы измерений переключателями (сначала 3, затем 2), находят такое положение, когда стрелка индикатора (11) устанавливается против того или иного деления шкалы. Сумма показателей переключателей и стрелки индикатора показывает звуковое давление.

Если измеряют уровень звукового давления в октавных полосах, то переключатель (4) ставят в положение «Фильтры», переключатель октавных полос (6) — на октаву 16 Гц и в указанном выше порядке определяют величину звукового давления в этой полосе. Затем постепенно устанавливают величину звукового давления во всех октавных полосах.

Методика измерения вибрации. К разъему «Вход» подключают виброприемник, устанавливают тумблер (7) в положение «Датчик». При измерении общего уровня вибрации ручку переключателя (4) устанавливают в положение «Лин.», при определении уровня вибрации в октавных полосах — в положение «Фильтры». Ручку (5) при измерении непрерывной

вибрации устанавливаются в положение «Быстро», при прерывистой вибрации — в положение «Медленно». Далее измерения проводят так же, как при определении шума. В настоящее время СЭС оснащаются приборами ВШВ-001 и ВШВ-003.

### Контрольные вопросы и задачи

1. В каких случаях производится санитарно-химическое исследование воздуха?
2. В чем заключается подготовительный период перед исследованием воздуха?
3. Дайте определение понятию ПДК.
4. Перечислите способы отбора проб воздуха для лабораторного исследования.
5. Каким требованиям должны отвечать лабораторные исследования воздуха?
6. Как осуществляется отбор проб воздуха для определения в нем пыли?
7. Как рассчитывается содержание пыли?
8. Напишите формулу приведения отобранного объема воздуха к нормальным (стандартным) условиям.
9. В чем заключается принцип метода определения паров ртути в воздухе? Что служит стандартным раствором?
10. Напишите формулу для расчета концентраций газов в воздухе (в  $\text{мг}/\text{м}^3$ ).
11. В чем заключается принцип метода определения в воздухе аммиака и хлороводорода? Что служит стандартным и поглотительным раствором? Как готовится шкала стандартов?
12. В чем заключается принцип метода определения оксидов серы и азота? Какие реактивы применяются в качестве стандартных и поглотительных растворов?
13. Как проводится отбор проб воздуха и готовится шкала стандартов для определения оксидов серы и азота?
14. Перечислите экспресс-методы определения токсичных веществ в воздухе.
15. В чем заключается принцип работы «УГ-2»? Продемонстрируйте работу прибора «ГХ-4».
16. На мукомольне отобрано  $100 \text{ дм}^3$  воздуха. Масса фильтра до отбора —  $0,3452 \text{ г}$ , после отбора —  $1,5848 \text{ г}$ . Рассчитайте концентрацию пыли и сравните с ПДК ( $6 \text{ мг}/\text{м}^3$ ).
17. Для определения хлороводорода воздух со скоростью  $1 \text{ дм}^3/\text{мин}$  в течение  $10 \text{ мин}$  протянули через  $10 \text{ см}^3$  дистиллированной воды при температуре  $16^\circ \text{C}$  и атмосферном давлении  $736 \text{ мм рт. ст.}$  При фотометрии  $5 \text{ см}^3$  пробы обнаружено  $6 \text{ мкг HCl}$ . Приведите объем протянутого воздуха к стандартным условиям, рассчитайте концентрацию  $\text{HCl}$ , сопоставьте с ПДК.
18. Пропущено  $600 \text{ дм}^3$  воздуха при температуре  $16^\circ \text{C}$ , давлении  $742 \text{ мм рт. ст.}$  Масса задержанной пыли  $10 \text{ мг}$ . Рассчитайте концентрацию пыли, сопоставьте с гигиеническими нормами.
19. Для определения ртути через гофрированную трубку протянуто  $200 \text{ дм}^3$  воздуха при температуре  $15^\circ \text{C}$  и давлении  $746 \text{ мм рт. ст.}$  Общий объем пробы составляет  $2 \text{ см}^3$ ; при фото-

метрии  $1 \text{ см}^3$  пробы окраска совпала с пробиркой стандартной шкалы, содержащей  $1,0 \text{ мкг}$  ртути. Определите концентрацию ртути и сопоставьте с ПДК.

20. Для определения аммиака воздух со скоростью  $0,5 \text{ дм}^3/\text{мин}$  протягивают в течение 5 мин через  $10 \text{ см}^3$  поглотительного раствора. При фотометрии  $1 \text{ см}^3$  пробы обнаружено  $4,0 \text{ мкг}$  аммиака. Определите концентрацию аммиака в воздухе и сопоставьте с ПДК.

21. Для определения оксидов азота воздух со скоростью  $0,2 \text{ дм}^3/\text{мин}$  в течение 5 мин протягивают через  $10 \text{ см}^3$  поглотительного раствора. При фотометрии  $1 \text{ см}^3$  пробы обнаружено  $0,5 \text{ мкг}$  оксида азота. Вычислите концентрацию оксида азота и сопоставьте с ПДК.

22. Перечислите производства, где имеются шум и вибрация.

23. Перечислите физические характеристики шума и вибрации.

24. Каковы предельно допустимые уровни шума?

25. Перечислите симптомы шумовой и вибрационной болезни?

26. Каковы меры профилактики неблагоприятного воздействия шума и вибрации?

27. В инструментальном цехе уровень шума  $95 \text{ дБ}$ . Какие индивидуальные средства надо использовать, чтобы снизить уровень шума ниже допустимого уровня?

28. В цехе уровень шума  $96 \text{ дБ}$ . Для борьбы с шумом рекомендуют носить в течение 2—4 ч в день звукоизолирующие наушники. Достаточно ли это?

29. Какое влияние на организм может оказать уровень шума в  $100 \text{ дБ}$  (шум высокочастотный)?

## Глава 6

### ИССЛЕДОВАНИЕ ПОЧВЫ

**Цель занятий.** Освоить методы гигиенического исследования почвы.

**Задания.** 1. Ознакомьтесь с методами отбора и подготовки проб почвы для физико-химических анализов. 2. Определите механический состав, пористость, водопроницаемость, капиллярность образца почвы. 3. Получите водную вытяжку почвы и проведите ее исследования. 4. Оформите протокол лабораторного исследования. 5. Ответьте на контрольные вопросы и решите задачи.

Почва является средой, с которой человек связан в течение всей своей жизни; в зависимости от условий она может влиять на состояние его здоровья. При загрязнении почвы органическими веществами животного происхождения почва может явиться источником инфекции или инвазии. Почва может подвергаться радиоактивному и химическому загрязнению. Она может явиться причиной геохимических заболеваний

(флюороз, зубная, урвовская болезни и др.). Кроме отмеченных санитарных и эпидемических моментов, имеют значение механический и химический состав почвы, степень ее сухости и влажности, способность к самоочищению, что важно знать при градостроительстве.

При оценке санитарного состояния почвы применяют физико-химические, гельминтологические, бактериологические, энтомологические, радиометрические и другие исследования в зависимости от поставленной цели. Так, при оценке санитарного состояния естественной почвы земельных участков, отводимых под новые населенные пункты, рекомендуется проводить полный санитарный анализ почвы, который включает определение: механического состава, влажности свежевзятого образца и гигроскопической влажности; содержания солей аммония, нитритов, нитратов, хлоридов; общего, органического и почвенного азота; природного микро- и макроэлементарного состава; вредных химических веществ; общего числа микроорганизмов, коли-титра, титра анаэробов; содержания яиц гельминтов, личинок и куколок мух.

При гигиенической оценке искусственно созданной почвы населенных мест в случае благоприятной эпидемической обстановки рекомендуется проводить исследования по схеме краткого санитарного анализа: определение влажности, хлоридов, окисляемости, санитарного числа, микробного числа, коли-титра, титра анаэробов, содержания яиц гельминтов, личинок и куколок мух.

При неблагоприятной эпидемической ситуации в схему включают изучение почвы на наличие патогенных бактерий и вирусов.

Сначала производят санитарное обследование земельного участка. Паспорт обследуемого участка включает следующие данные: адрес, размер, рельеф, растительный покров; уровень залегания грунтовых вод, название почвы. Дается характеристика источника загрязнения (характер производства, используемое сырье, объем выбросов, расстояние от жилых зданий, игровых площадок, мест водозабора и т. д.); описывается характер использования участка в год обследования и в предыдущие годы. Эти данные должны быть дополнены сведениями об эпидемической обстановке. Затем проводят отбор проб для

лабораторного анализа. Частота отбора зависит от характера источника загрязнения.

На сельскохозяйственных объектах пробы почвы следует отбирать до первой обработки растений пестицидами и во время уборки овощей. Отбирать и исследовать почву необходимо одновременно с отбором и анализом проб овощей. Вокруг протравочных площадок (на расстоянии до 300 м) пробы отбирают по четырем румбам (север, юг, запад, восток) до и после обработки зерна.

На территории детских учреждений, расположенных в зоне влияния промышленных предприятий, пробы почвы отбирают 2 раза в год — весной (апрель) и осенью (октябрь); на участках, размещенных в зоне влияния объектов, подвергающихся обработке химическими средствами защиты растений, — до и после первой обработки, в середине лета и после последней обработки.

В местах массового отдыха и первого пояса зоны санитарной охраны источников питьевого водоснабжения пробы почвы следует отбирать в те же сроки, что и на территории детских учреждений.

На территории жилых усадеб, лечебно-оздоровительных учреждений пробы почвы отбирают выборочно весной и в середине лета.

На полях орошения пробы отбирают до первого полива и после окончания поливов; на неорошаемых полях, которые удобряются осадками сточных вод, — весной (при внесении осадков в почву) и в сентябре — октябре.

В районе складирования промышленных отходов пробы почвы отбирают по четырем румбам на расстоянии 500 м от шламонакопителей и промышленных отвалов после таяния снега, в июле, августе, октябре. Для контроля отбирают почву с усадеб, которые расположены вблизи.

В сопроводительном талоне указываются: дата и час отбора пробы, адрес, номер участка и пробной площадки, номер объединенной пробы, горизонт, глубина взятия пробы, характер метеорологических условий в день отбора проб; особенности, обнаруженные во время отбора пробы (освещение солнцем, применение средств химизации, виды обработки почвы, наличие свалок, очистных сооружений и т. д.); необходимые исследования; фамилия, имя,

Таблица 6.1. Показатели санитарного состояния почвы

Степень загрязнения	Число яиц гельминтов в 1 кг	Число личинок и куколок мух на площади 25 м <sup>2</sup>	Коли-титр	Титр анаэробов	Санитарное число <sup>2</sup>	Химически вредные вещества	Допустимый уровень радиации	Содержание канцерогенных веществ (по бензпирену), мкг/кг
Чистая	0	0	1,0	0,1	0,98	ПДК	Естественный уровень	до 5
Слабо загрязненная	до 10	1—10	1,0—0,01	0,1—0,001	0,75—0,98	Превышение ПДК не более чем в 10 раз	Превышение естественного уровня в 1,5 раза	5—10
Загрязненная	11—100	10—100	0,01—0,001	0,001—0,0001	0,7—0,85	Превышение ПДК в 10—100 раз	Превышение естественного уровня в 2 раза	10—30
Сильно загрязненная	100	100	0,001	0,0001	0,7	Превышение ПДК более чем в 100 раз	Превышение естественного уровня в 3 раза	> 30

<sup>1</sup> При условии отбора проб почвы с глубины 0—20 см.

<sup>2</sup> Санитарное число — отношение количества почвенного белкового азота (азота гумуса) к количеству органического азота.

отчество, должность лица отобравшего пробу; ставится его подпись. Кроме того дается чертеж земельного участка, на котором отмечаются расположенные на нем объекты и места, где проводился отбор проб.

После лабораторного исследования дается санитарно-гигиеническое заключение о данном образце почвы. Показатели санитарного состояния почвы приведены в табл. 6.1.

### 6.1. Отбор проб почвы для физико-химического анализа

Для контроля загрязнения почв сельскохозяйственных угодий образцы почвы отбирают с участка площадью  $10 \times 10$  м; для контроля детских садов, игровых площадок, выгребов, мусорных ящиков и др. — с участка площадью  $5 \times 5$  м. Для контроля санитарного состояния почвы в зоне влияния промышленного источника загрязнения размер площадки должен быть равен 3-кратной величине санитарно-защитной зоны.

Контрольный участок выбирают с таким расчетом, чтобы он был заведомо незагрязненным и имел одинаковый природный состав с опытным. При отсутствии на изучаемой территории видимых источников загрязнения необходимо выделять контрольные участки с учетом рельефа.

Пробы отбирают ножом, шпателем или буром Некрасова в 3—5 точках из одного или нескольких горизонтов методом конверта или по диагонали. В намеченных точках выкапывают шурф с гладкими стенками площадью  $1,5 \times 1$  м, глубиной до 2 м. Из каждого шурфа берут пробы на глубине 10—20 см от поверхности, затем через 50 см от первого слоя до дна шурфа. Из каждого горизонта берут среднюю пробу массой не менее 1 кг. Первичные пробы рассыпают на брезенте или листе фанеры, перемешивают, разравнивают в виде прямоугольника и делят диагоналями на 4 части в виде треугольников (метод конвертов). Почву из двух противоположных частей отбрасывают, а остальные две части снова перемешивают и разравнивают, после чего выбрасывают две другие части и так делают до тех пор, пока не остается объединенная средняя проба всего участка массой 1 кг. Такая проба будет соответствовать действительному составу почвы на данном участке (глубине).

В зависимости от задач исследования почву берут в «свежевзятом» (определение аммиака, нитратов, нитритов и др.) или воздушно-сухом (определение окисляемости, органического углерода и др.) состоянии.

Для приготовления воздушно-сухого образца из средней пробы отбирают 100—200 г почвы, распределяют тонким слоем и высушивают на рассеянном свете в хорошо вентилируемом помещении. Затем ее растирают в ступке, просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм и ссыпают в пронумерованную чистую банку с притертой пробкой.

Если сделать анализ в течение 4—6 ч невозможно, то слабо загрязненную почву можно хранить в холодильнике при температуре 0° С в течение 72 ч, а сильно загрязненную — 48 ч. При необходимости хранения проб почвы более месяца применяют консервирующие средства: жидкость Барбагалло (3% раствор формалина, приготовленный на изотоническом 0,85% растворе хлорида натрия), 3% раствор хлороводородной кислоты, толуол, хлороформ из расчета 6 см<sup>3</sup> на 1 кг почвы.

## 6.2. Определение механического состава

**Определение величины зерен почвы.** Механический состав, величина частиц и их характер определяют такие свойства почвы, как пористость, воздухопроницаемость, водопроницаемость, влагоемкость, тепловые и т. д. Анализ механического состава почвы дает возможность судить о возможности почвы к самоочищению, что важно в санитарном отношении.

**Ход определения.** Для определения структуры почвы ее разделяют на отдельные частицы в зависимости от величины почвенных частиц. Для этого применяют набор металлических сит (рис. 6.1) с отверстиями: 10; 5; 3; 2; 1; 0,5; 0,25 мм в диаметре, при работе их соединяют друг с другом так, чтобы сита с более крупными отверстиями помещались сверху, с мелкими — внизу.

В верхнее сито насыпают 200—300 г воздушно-сухой почвы и, сотрясая набор сит, просеивают через них навеску почвы. На ситах № 1, 2, 3 собираются частицы почвы размером более 3 мм, которые представляют собой камни и гравий, на ситах № 4, 5 —

Мерный цилиндр высотой 30—35 см, диаметром 3—4 см без дна укрепляют в штативе, прикрывают нижнее отверстие фильтровальной бумагой и подвязывают полотном. В цилиндр насыпают образец почвы до уровня 20 см<sup>3</sup>. На слой почвы наливают слой воды толщиной 4 см<sup>3</sup> (т. е. до уровня 24 см<sup>3</sup>) и отмечают время, за которое через слой сухой почвы (20 см<sup>3</sup>) пройдут первые капли воды. Давление воды поддерживают постоянным за счет сохранения слоя воды над почвой (4 см<sup>3</sup>).

**Определение капиллярности почвы.** Величина почвенных частиц влияет на водоподъемную силу почвы: чем меньше величина почвенных частиц, тем капиллярность больше.

**Ход определения.** В стеклянные трубки диаметром 2—3 см, укрепленные в штативе вертикально с подвязанным полотном нижними отверстиями, насыпают исследуемые образцы почвы в суховоздушном состоянии. Нижний конец трубок погружают в воду на глубину 0,5 см. Отмечают максимальный уровень поднятия воды в трубках в сантиметрах через 10, 15, 30 мин и 24 ч.

### 6.3. Определение показателей органического загрязнения

Загрязненные почвы обычно содержат значительное количество органических веществ и поэтому являются благоприятной средой для развития микроорганизмов. При оценке химических показателей проводится их сопоставление с аналогичными показателями контрольного участка.

На свежее загрязнение указывает присутствие органического азота, углерода и хлоридов в изучаемой почве в количествах, превышающих их содержание в почве контрольного участка. Обнаружение повышенных количеств солей аммония, нитритов, нитратов свидетельствует о постоянном загрязнении почвы органическими веществами. Если количество органического углерода и органического азота в почве опытного участка не превышает их содержания в почве контрольного, то это является показателем чистоты почвы. Присутствие в такой почве нитратов и хлоридов в повышенных количествах указывает на

давность загрязнения и окончание процессов минерализации органических веществ.

**Анализ водной вытяжки из почвы.** При воздействии воды на почву большинство из образующихся минеральных солей растворяются и переходят в водную вытяжку, в которой они могут быть определены соответствующими методами. Таким образом, по данным анализа водной вытяжки из почвы можно судить о санитарном состоянии почвы, т. е. о характере и степени загрязнения почвы органическими веществами, интенсивности их минерализации и завершенности процесса самоочищения почвы.

Приготовление водной вытяжки по Н. И. Хлебникову. Отвешивают 50—100 г свежесобранной почвы и переносят ее с помощью воронки в колбу вместимостью 500—700 см<sup>3</sup>, в которую приливают 250—500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, дважды перегнанной и лишенной аммиака. Затем колбу закрывают пробкой, взбалтывают 3 мин, прибавляют 1 см<sup>3</sup> 13% раствора сульфата алюминия, вновь перемешивают в течение 30 с. Если просветления раствора и свертывания суспензии не произошло, то в колбу прибавляют 0,5 см<sup>3</sup> 7% раствора гидроксида калия и опять взбалтывают. Если просветления и свертывания вытяжки все же не произошло, то снова прибавляют сульфат алюминия и гидроксид калия. После просветления вытяжку фильтруют через промытый водой плотный бумажный фильтр. Первые порции фильтрата отбрасывают. Фильтрацию повторяют несколько раз.

Если водная вытяжка предназначена для определения окисляемости, сухого остатка, фосфатов и сульфатов, то ограничиваются только фильтрованием без предварительной коагуляции.

Анализ водной вытяжки должен быть произведен в день ее приготовления или она консервируется путем прибавления 0,2 г оксида ртути (II) и хранится в колбе, закрытой пробкой, в темном месте.

### 6.3.1. Качественная реакция на присутствие экскрементов

К 250 см<sup>3</sup> водной вытяжки из почвы прибавляют 0,3 г виннокаменной кислоты и выпаривают досуха. Из сухого остатка готовят спиртовую вытяжку, которую также выпаривают досуха. К сухому остатку

прибавляют немного раствора гидроксида калия. Если экскременты присутствуют, то тотчас появляется их специфический запах.

### 6.3.2. Качественная реакция на присутствие мочи

100 см<sup>3</sup> водной вытяжки из почвы выпаривают досуха и сухой остаток нагревают с небольшим количеством карбоната натрия. Затем сухой остаток растворяют в воде и фильтруют. Фильтрат сгущают в фарфоровой чашке, прибавляют несколько капель азотной кислоты и выпаривают досуха. Если почва содержит мочу, то сухой остаток приобретает красно-желтую окраску, превращающуюся от прибавления раствора аммиака в пурпурную, а от прибавления раствора гидроксида натрия в сине-фиолетовую.

### 6.3.3. Количественное определение азота аммиака методом перегона

50 г суховоздушной пробы пересыпают в колбу вместимостью 500—750 см<sup>3</sup>. Приливают 250 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, прибавляют 3 г оксида магния, взбалтывают, соединяют с холодильником и перегоняют аммиак в 0,1 н. раствор серной кислоты (25 см<sup>3</sup>), подкрашенный розоловой кислотой. Разница в титре серной кислоты (до и после перегонки) указывает на количество аммонийных солей во взятой навеске почвы; 1 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора серной кислоты соответствует 1,7 мг аммиака.

## Контрольные вопросы и задачи

1. Каково санитарно-гигиеническое и эпидемиологическое значение почвы?
2. Перечислите методы, применяемые при оценке санитарного состояния почвы.
3. Как производится санитарное обследование земельного участка? Как заполняется паспорт?
4. Как оформляется сопроводительный талон при отборе проб почвы?
5. Как осуществляется отбор проб почвы для физико-химического анализа?
6. Перечислите способы консервирования проб почвы.
7. Как готовится воздушно-сухой образец пробы почвы?
8. Как влияет механический состав почвы на ее свойства?
9. Как производится определение величины зерен почвы и ее пористости?

10. Как определяется водопроницаемость и капиллярность почвы?

11. Присутствие каких органических соединений свидетельствует о загрязнении почвы?

12. Как готовится водная вытяжка из почвы по Хлебникову?

13. В чем выражается качественная реакция на присутствие экскрементов и мочи в почве?

14. В цилиндр налито  $500 \text{ см}^3$  воды, объем исследуемой почвы  $500 \text{ см}^3$ . После перемешивания воды с почвой общий объем составил  $800 \text{ см}^3$ . Определите пористость почвы.

## Глава 7

### ИССЛЕДОВАНИЕ ВОДЫ

**Цель занятия.** Знакомство с гигиеническими принципами нормирования качества питьевой воды, правилами выбора источников водоснабжения, физическими и органолептическими свойствами воды. Научиться анализировать питьевую воду на соответствие ее требованиям ГОСТа 2874—82.

**Задания.** 1. Ознакомьтесь с законодательными документами: ГОСТ 2874—82, ГОСТ 2761—84 и правилами организации зон санитарной охраны водопроводов и источников водоснабжения. 2. Отберите пробы воды для исследования, познакомьтесь с правилами хранения и транспортировки воды, формами лабораторной документации. 3. Определите физические и органолептические свойства предложенного образца воды, определите в нем сухой остаток. 4. Дайте заключение о пригодности исследуемого образца воды для хозяйственно-питьевых целей. 5. Ответьте на контрольные вопросы и решите задачи.

Вода, используемая человеком, имеет физиологическое, санитарно-гигиеническое, хозяйственное и эпидемиологическое значения. Употребление недоброкачественной воды может быть причиной возникновения инфекционных болезней, гельминтозов, геоэндемических заболеваний, связанных с загрязнением водоемов химическими веществами.

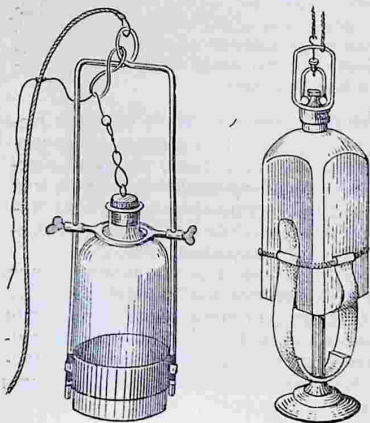
В СССР в основу гигиенического нормирования водопроводной воды положены два стандарта: ГОСТ 2874—82 «Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством» и ГОСТ 2761—84 «Источники централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения. Гигиенические, технические требования и правила выбора».

## 7.1. Отбор проб воды для физико-химического анализа

Отбор проб воды является важным и ответственным этапом во всем комплексе исследований воды. Результат анализа в значительной мере зависит от правильности отбора пробы. При отборе проб необходимо соблюдать следующие правила (ГОСТ 24481—80, ГОСТ 4979—49).

Для отбора проб воды на полный анализ берут бутылку вместимостью 5 дм<sup>3</sup> с притертой или корковой пробкой. Для краткого анализа используют бутылку вместимостью 2 дм<sup>3</sup>. Бутылка должна быть чисто вымыта и ополоснута дистиллированной водой.

Проба воды из открытого водоема забирается в месте водозабора батометрами разной конструкции (рис. 7.1). Допускается отбор проб воды бутылкой. Бутылку закрывают пробкой, к которой прикреплен шнур, к ней подвешивают груз на троссе. Обычно пробу берут на расстоянии 0,5—0,75 м от поверхности и дна водоема и не ближе чем 1,5—2 м от берега. Пробку вынимают при помощи шнура. Пробу воды с небольшой глубины, особенно зимой, отбирают шестом с прикрепленной к нему бутылкой.



*Личная  
видеокамера  
ХЧБ*

Рис. 7.1.  
Батометры.

Пробы из подземного источника (скважины, колодца, каптажа) отбирают в часы максимального расхода воды. Из артезианской скважины пробы берут из устья скважины через пробоотборные краны, не реже чем 1 раз в квартал.

Из водопроводных кранов выемка пробы воды осуществляется через 10—15 мин после свободного спуска воды при полном открытии крана. Перед отбором пробы бутылку ополаскивают 2 раза отбираемой водой. Бутылку заполняют водой до верха, закрывают так, чтобы под пробкой оставался небольшой слой воздуха. На месте отбора пробы производят определение остаточного хлора, озона и запаха.

Отбор проб воды оформляется актом, в котором указывают: наименование источника, его адрес; место и глубину отбора; расстояние от берега; объем пробы; метеоусловия при отборе; вид пробы (разовая, средняя и др.); особые условия отбора; цель отбора; НТД, согласно которой произведен отбор; дату и время отбора и доставки; адрес, наименование лаборатории; условия транспортировки, хранения; методы консервации; должность, фамилию, имя, отчество лица, производившего отбор проб; ставится его подпись.

## 7.2. Хранение и транспортировка проб воды

Для транспортировки бутылки с водой упаковывают в ящик или корзинку с войлочной прокладкой или в сумку-холодильник. Доставленную воду рекомендуется исследовать в день отбора проб. В случае невозможности исследования воды в день отбора вода хранится в леднике: незагрязненная — 72 ч; малозагрязненная — 48 ч. Срок хранения проб и выполнения анализа не должен превышать 72 ч с момента отбора.

При невозможности произвести анализ в ближайшие 2—4 ч производят консервацию проб. Добавляют 2—4 см<sup>3</sup> хлороформа на 1 дм<sup>3</sup> пробы, если в ней будут определять азотсодержащие вещества. Для определения в воде железа, алюминия, меди, цинка, мышьяка к ней добавляют концентрированную хлороводородную кислоту из расчета 3 см<sup>3</sup> на 1 дм<sup>3</sup> воды. Для консервации используют также концентрированную азотную кислоту (3 см<sup>3</sup> на 1 дм<sup>3</sup> воды) при определении марганца, молибдена, свинца, серебра, селена и др. Не консервируют пробы при определении

органолептических показателей, остаточного хлора, общей жесткости, сухого остатка, хлоридов, сульфатов, хлора и др.

### 7.3. Определение физических и органолептических свойств

Физические свойства воды (температура, запах, вкус, цвет, прозрачность, осадок, муть) обуславливают внешний вид воды. Определение физических свойств воды имеет большое гигиеническое значение, так как наличие в воде постороннего запаха, привкуса, окраски может указывать на загрязнение воды посторонними веществами, кроме того, отталкивает потребителя, действуя на его эстетические чувства, даже если она безвредна.

#### 7.3.1. Определение температуры

Температура воды имеет большое физиологическое и гигиеническое значение. Наиболее благоприятной для питьевой воды является температура 7—12° С. Вода более высокой температуры не оказывает освежающего действия. Охлажденная вода вызывает усиление деятельности слюнных и желудочных желез, способствует охлаждению слизистой оболочки рта и глотки. Вода температуры ниже 5° С может вызвать простудные заболевания, нарушение целостности эмали зубов.

Температура рассматривается и как показатель санитарного состояния водоема. Высокая температура воды в колодце летом и низкая зимой говорит о поверхностном расположении грунтовой воды, а следовательно, большой возможности ее загрязнения извне. Повышенная температура воды способствует размножению сапрофитов. Температура питьевой воды должна быть постоянной, так как постоянство температуры воды в водоеме указывает на отсутствие притока в него поверхностных, загрязненных вод.

Ход определения. Температура воды измеряется непосредственно в водоеме при взятии пробы. Температура воды открытых водоемов определяется путем погружения в воду ртутного термометра (цена деления 0,1° С) в металлической оправе. Температуру воды в глубоких слоях измеряют с помощью термометра, помещенного внутрь батометра.

Температуру воды из колодцев с насосом определяют путем погружения резервуара термометра в вытекающую струю, показания снимают при установлении постоянной температуры.

### 7.3.2. Определение запаха

Характер и интенсивность запаха определяют органолептически. Характер запаха определяют по ощущению воспринимаемого запаха. Различают две группы запахов: запахи естественного и искусственного происхождения. Запахи естественного происхождения обусловлены живущими и отмирающими в воде организмами, влиянием берегов, дна, почв, грунтов. Так, присутствие в воде растительных остатков придает ей землистый, илистый или болотный запах. Если вода цветет и в ней содержатся продукты жизнедеятельности актиномицетов, то она имеет ароматический запах. Наличие сероводорода придает воде запах тухлых яиц.

При гниении органических веществ в воде или загрязнении ее нечистотами возникает гнилостный, сероводородный или фекальный запах. Обычно характер запаха воды описывается следующими терминами: ароматический (огуречный, цветочный); болотный (кислый, тинистый); гнилостный (фекальный, сточный); древесный, землистый, плесневелый, рыбный, сероводородный, травянистый, неопределенный.

Запахи искусственного происхождения возникают при загрязнении воды промышленными и сельскохозяйственными сточными водами. Их характер определяют по названию тех веществ, запах которых они представляют: фенольный, камфорный, аптечный, хлорный, металлический.

Ход определения при температуре 20° С. В колбу с притертой пробкой вместимостью 250—350 см<sup>3</sup> отмеривают 100 см<sup>3</sup> испытуемой воды температуры 20° С, закрывают пробкой, перемешивают, затем колбу открывают и определяют характер и интенсивность запаха.

Ход определения при температуре 60° С. В колбу отмеривают 100 см<sup>3</sup> исследуемой воды, накрывают колбу часовым стеклом и подогревают на водяной бане до температуры 50—60° С. Содержимое колбы несколько раз перемешивают, затем сдви-

гают стекло в сторону и определяют характер и интенсивность запаха (табл. 7.1.).

Таблица 7.1. Оценка интенсивности запаха

Интенсивность запаха	Характер проявления запаха	Интенсивность запаха, баллы
Нет	Запах не ощущается	0
Очень слабая	Запах не ощущается потребителем, но обнаруживается при лабораторном исследовании	1
Слабая	Запах замечается потребителем, если обратить на это его внимание	2
Заметная	Запах легко замечается и вызывает неодобрительный отзыв о воде	3
Отчетливая	Запах обращает на себя внимание и заставляет воздержаться от питья	4
Очень сильная	Запах настолько сильный, что делает воду непригодной к употреблению	5

Согласно ГОСТу 2874—82, запах воды не должен превышать 2 баллов. Специфический запах, появляющийся при хлорировании, не должен превышать 1 балла. При определении запаха должны соблюдаться следующие условия: воздух в помещении, где проводится анализ, не должен иметь никакого запаха; одежда, руки, лицо, волосы наблюдателя не должны иметь отвлекающего запаха, одно и то же лицо не должно длительное время производить определение запаха, так как наступает утомление, привыкание к запахам и притупление обоняния.

### 7.3.3. Определение вкуса и привкуса

Питьевая вода должна быть приятной, иметь освежающий вкус без какого-либо постороннего привкуса. Вкус воды зависит от минерального состава воды, температуры ее и растворенных газов.

Органолептическим методом определяют характер и интенсивность вкуса и привкуса. Различают четыре основных вкусовых ощущения: соленое, кислое, слад-

кое и горькое. Все другие виды вкусовых ощущений называются привкусами (щелочной, металлический, хлорный, вяжущий и т. д.).

Определение вкуса воды производят только в обеззараженной или заведомо чистой воде при температуре 20° С. В сомнительных случаях воду подвергают кипячению в течение 5 мин с последующим охлаждением. Исследуемую воду набирают в рот малыми порциями, не проглатывая, задерживают 3—5 с.

Интенсивность вкуса и привкуса оценивают по 5-балльной системе: 0 баллов — нет вкуса; 1 балл — очень слабый; 2 балла — слабый; 3 балла — заметный; 4 балла — отчетливый; 5 баллов — очень сильный. Интенсивность вкуса и привкуса должна быть не более 2 баллов, а при хлорировании не превышать 1 балл.

Гигиеническое значение определения запахов и привкусов состоит в том, что при их интенсивности свыше 2 баллов ограничивается водопотребление, интенсивность естественных запахов и привкусов свыше 2 баллов свидетельствует о наличии в воде биологически активных веществ, искусственные запахи и привкусы могут быть показателями загрязнения воды сточными водами.

#### 7.3.4. Определение прозрачности

Прозрачность воды является важным признаком ее доброкачественности. Прозрачность зависит от содержания в воде механических взвешенных веществ (мути), химических примесей, солей железа. Цветение водоемов ведет также к понижению прозрачности воды. Питьевая вода должна быть прозрачной. Мутная, непрозрачная вода неэстетична и всегда подозрительна в эпидемическом отношении, так как в мутной воде создаются оптимальные условия для размножения микроорганизмов.

Ход определения. Определение прозрачности производят на месте отбора проб воды. Исследуемую воду после взбалтывания наливают в цилиндр Снеллена, отградуированный по высоте в сантиметрах, с прозрачным плоским дном и имеющий у своего основания тубус для выпуска воды, на который надета резиновая трубка с зажимом (рис. 7.2). Цилиндр ставят на расстоянии 4 см от дна до печатного шриф-

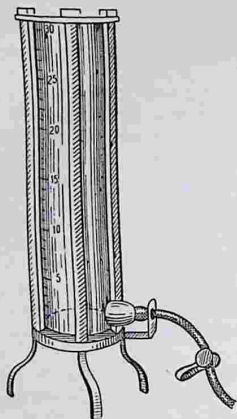


Рис. 7.2.  
Прибор Снеллена.

та Снеллена № 1, смотрят сверху вниз через столб воды, выпускают через нижнюю трубку воду, пока не будет отчетливо виден шрифт. Высота этого столба воды в сантиметрах определяет степень прозрачности воды.

Образец для определения прозрачности воды:

---

Настоящий стандарт устанавливает методы определения общих физических свойств хозяйственно-питьевой воды: запаха, вкуса и привкуса, температуры, прозрачности, мутности, взвешенных веществ и цветности.

5 4 1 7 8 3 0 9

---

Минимально допустимая прозрачность питьевой воды — не менее 30 см по шрифту Снеллена. Вода с прозрачностью от 20 до 30 см — слабо мутная, от 10 до 20 см — мутная, до 10 см — очень мутная.

**Определение мутности.** Определение мутности производят не позднее 24 ч после отбора пробы. Мутность воды связана с присутствием в ней твердых частиц, находящихся в различной степени дисперсности в виде взвешенных веществ. Согласно ГОСТу

2874—82, мутность воды не должна превышать  $1,5 \text{ мг/дм}^3$ .

Мутность воды определяют фотометрически, путем сравнения проб исследуемой воды со стандартными суспензиями (ГОСТ 3351—74).

Оборудование. 1. ФЭК с зеленым светофильтром. 2. Кюветы (5—10 см). 3. Цилиндры мерные вместимостью 1000, 500  $\text{см}^3$ . 4. Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5, 10  $\text{см}^3$ . 5. Пипетки без делений вместимостью 25, 100  $\text{см}^3$ . 6. Вода дистиллированная. 7. Ступка фарфоровая. 8. Сито шелковое (диаметр отверстий 0,1 мм). 9. Фильтр мембранный № 4.

Реактивы. 1. Основная стандартная суспензия каолина. Каолин просеивают через шелковое сито. 25—30 г каолина взбалтывают с 3—4  $\text{дм}^3$  дистиллированной воды и оставляют на 24 ч. Через сутки, не взмучивая осадка, отбирают среднюю неосветлившуюся часть жидкости. К оставшейся части вновь приливают воду, взбалтывают, оставляют на 24 ч и вновь отбирают среднюю неосветлившуюся часть и присоединяют к первой пробе. Так повторяют несколько раз, пока не накопится достаточное количество суспензии с неосаждающейся мутью в течение 3 сут. Затем удаляют жидкость над осадком, из полученного осадка готовят основную стандартную суспензию так, чтобы в 1  $\text{дм}^3$  ее содержалось 100 мг взвеси каолина. Основную стандартную суспензию консервируют сулемой (1  $\text{дм}^3$  насыщенного раствора сулемы на 1  $\text{дм}^3$  суспензии). Консервированная суспензия хранится несколько месяцев.

2. Рабочая стандартная суспензия. Основную суспензию взбалтывают и готовят следующие рабочие стандартные суспензии: 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 1,0; 1,5; 5,0  $\text{мг/дм}^3$ . Все рабочие суспензии консервируют хлоридом ртути (II) (1  $\text{дм}^3$  насыщенного раствора хлорида ртути на 1  $\text{дм}^3$  суспензии). Затем строят по оптическим плотностям стандартных рабочих суспензий и соответствующим им концентрациям (миллиграммы в 1  $\text{дм}^3$ ) калибровочный график.

Ход определения. В кювету с толщиной поглощаемого свет слоя 5—10 см вносят хорошо взболтанную исследуемую воду, измеряют оптическую плотность в зеленой части спектра. Контрольной жидкостью служит исследуемая вода, из которой удалены взвешенные вещества путем центрифугирования или фильтрования через мембранный фильтр № 4. Мутность определяют по калибровочному графику.

### 7.3.5. Определение цветности (ГОСТ 3351—74)

Питьевая вода должна быть бесцветной. Цветность природной воды обусловлена наличием в ней гуминовых веществ, образующихся в результате разложения растительных остатков, что придает воде желтоватый оттенок. Окраску воде могут придавать соединения железа (желто-зеленоватое окрашивание), цветущие водоросли, взвешенные вещества. Оттенки вода может приобретать в результате загрязнения ее сточными водами различных промышленных предприятий и др. В таких случаях окраску воды обозначают не как «цветность» воды, а как «цвет» и определение цветности не производят.

**Принцип метода.** Цветность определяют фотометрически, путем сравнения проб исследуемой жидкости со стандартами, имитирующими цвет природной воды. По ГОСТу 2874—82 цветность воды должна быть не более 20°.

**Оборудование.** 1. ФЭК с синим светофильтром. 2. Кюветы (5—10 см). 3. Колбы мерные вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. 4. Пипетки мерные вместимостью 1, 5, 10 см<sup>3</sup>. 5. Цилиндры Несслера вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

**Реактивы.** 1. Основной стандартный раствор (раствор № 1). К 0,0875 г дихромата калия  $K_2Cr_2O_7$  добавляют 2,0 г сульфата кобальта (II)  $CoSO_4 \cdot 7H_2O$  и 1 см<sup>3</sup> серной кислоты, растворяют в дистиллированной воде и доводят до объема 1 дм<sup>3</sup>. Раствор соответствует цветности 500°.

2. Разбавленный раствор серной кислоты (раствор № 2). 1 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты доводят дистиллированной водой до объема 1 дм<sup>3</sup>.

**Приготовление шкалы цветности.** Используют набор цилиндров Несслера, в каждом из которых смешивают растворы № 1 и 2 в соотношении, указанном в табл. 7.2. Шкалу хранят в темном месте. Через 1—2 мес ее заменяют.

Таблица 7.2. Соотношение растворов для приготовления шкалы цветности

Раствор № 1, см <sup>3</sup>	0	1	2	3	4	5	6	8	10	12	14
Раствор № 2, см <sup>3</sup>	100	99	98	97	96	95	94	92	90	88	86
Цветность, °	0	5	10	15	20	25	30	40	50	60	70

Ход определения. В цилиндр Несслера отмеривают  $100 \text{ см}^3$  профильтрованной через мембранный фильтр исследуемой воды и сравнивают со шкалой цветности, производят просмотр сверху на белом фоне.

При определении цветности с помощью ФЭКа с синим светофильтром предварительно строится калибровочный график по шкале цветности. Используются кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 5—10 см. Контролем служит дистиллированная вода. По полученной оптической плотности на калибровочном графике находят величину цветности в градусах.

### 7.3.6. Определение сухого остатка (ГОСТ 18164—72)

Величина сухого остатка характеризует общее содержание растворенных в воде нелетучих минеральных и частично органических веществ, которые влияют на органолептические показатели воды.

Согласно ГОСТу 2874—82, общее количество солей должно быть не выше  $1000 \text{ мг/дм}^3$ . В отдельных случаях с разрешения органов СЭС допускается использование воды с сухим остатком до  $1500 \text{ мг/дм}^3$ . Воду с сухим остатком до  $1000 \text{ мг/дм}^3$  называют пресной, свыше  $1000 \text{ мг/дм}^3$  — минерализованной.

Гигиеническое значение этого показателя состоит в том, что воды, содержащие повышенные количества минеральных солей, не пригодны для питья, так как имеют соленый или горько-соленый вкус, а их употребление приводит к неблагоприятным физиологическим отклонениям в организме: способствует перегреву в жаркую погоду, ведет к нарушению утоления жажды, изменению секреции желудка, усилению его моторной функции и перистальтики кишечника и т. д. Слабоминерализованная вода (ниже  $50\text{—}100 \text{ мг/дм}^3$ ) неприятна на вкус, содержит мало микроэлементов и может привести к неблагоприятным физиологическим сдвигам в организме.

Оборудование. 1. Шкаф сушильный с терморегулятором. 2. Баня водяная. 3. Колбы мерные вместимостью  $250, 500 \text{ см}^3$ . 4. Пипетки без деления вместимостью  $25 \text{ см}^3$ . 5. Чашка фарфоровая вместимостью  $50\text{—}100 \text{ см}^3$ . 6. Экскаторы.

Реактивы. 1. Вода дистиллированная.

2. Карбонат натрия  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . 10 г безводной соды растворяют в дистиллированной воде и доводят объем дистиллированной водой до 1 дм<sup>3</sup>.

**Определение сухого остатка без добавления соды** (весовой метод). 250—500 см<sup>3</sup> профильтрованной воды выпаривают в предварительно высушенной до постоянной массы фарфоровой чашке. Выпаривание производят на водяной бане с дистиллированной водой. Затем чашку с сухим остатком помещают в сушильный шкаф при температуре 110° С и сушат до постоянной массы.

Сухой остаток определяют по формуле:

$$x = \frac{(a-b) \cdot 1000}{V} \text{ мг/дм}^3,$$

где  $a$  — масса чашки с сухим остатком, мг;  $b$  — масса пустой чашки, мг; 1000 — коэффициент для пересчета в кубические дециметры;  $V$  — объем воды, взятой для определения, см<sup>3</sup>.

При использовании данного метода могут получиться завышенные результаты вследствие гидролиза и гигроскопичности хлоридов магния и кальция и малой отдачи кристаллизационной воды сульфатом кальция и магния.

**Определение сухого остатка с добавлением соды.** При добавлении к выпариваемой воде карбоната натрия х. ч. хлориды, сульфаты кальция и магния переходят в безводные карбонаты, а из натриевых солей лишь сульфат натрия обладает кристаллизационной водой, но она полностью удаляется высушиванием сухого остатка при температуре 150—180° С.

Ход определения. 250—500 см<sup>3</sup> профильтрованной воды выпаривают на водяной бане в фарфоровой чашке, высушенной до постоянной массы при температуре 150° С. После того как в чашку прилита исследуемая вода, вносят пипеткой 25 см<sup>3</sup> 1% раствора карбоната натрия с таким расчетом, чтобы масса прибавленной соды примерно в 2 раза превышала массу предполагаемого сухого остатка (для обычных пресных вод достаточно добавить 25 см<sup>3</sup> 1% раствора  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ). Раствор перемешивают стеклянной палочкой. Палочку обмывают дистиллированной водой, собирая воду в чашку с осадком. Выпаренный с содой сухой остаток высушивают до постоянной массы при температуре 150° С.

Разность между массой чашки с сухим остатком и массой чашки и соды ( $1 \text{ см}^3$  1% раствора содержит 10 мг  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) определяет величину сухого остатка во взятом объеме воды.

Сухой остаток определяют по формуле:

$$x = \frac{a - (b + c) \cdot 1000}{V} \text{ мг/дм}^3,$$

где  $a$  — масса чашки с сухим остатком, мг;  $b$  — масса пустой чашки, мг;  $c$  — масса добавленной соды, мг; 1000 — коэффициент для пересчета в кубические дециметры;  $V$  — объем воды, взятой для определения,  $\text{см}^3$ .

#### 7.4. Исследование химического состава

**Цель занятий.** Освоить методы отбора проб воды, познакомиться с методами исследования химического состава воды, влиянием его солевого состава на состояние здоровья населения.

**Задания.** 1. Отберите воду для исследования из различных источников. 2. Определите рН воды, ее жесткость, содержание хлоридов, сульфатов; азотсодержащих веществ, железа. 3. Оформите лабораторную документацию. 4. Дайте оценку полученным результатам. 5. Ответьте на контрольные вопросы и решите задачи.

Вода различных источников отличается известным постоянством. Появление в воде водоисточника новых соединений или повышение концентрации содержащихся в ней солей указывает на возможное загрязнение его за счет спуска промышленных, сельскохозяйственных или бытовых сточных вод. Вода хозяйственно-питьевого назначения отвечает гигиеническим требованиям, если она имеет постоянный химический состав, концентрации минеральных и органических веществ не превышают предельно допустимых, нет косвенных показателей ее загрязнения, отсутствию ядовитых вещества.

##### 7.4.1. Определение рН

Реакция воды обусловлена концентрацией водородных ионов и обозначается символом рН (водородный показатель). С целью получения ориентировочного представления о химическом составе воды в ней предварительно определяют реакцию, или ее кислот-

ность и щелочность. Природная вода обычно имеет слабощелочную реакцию. Увеличение щелочности указывает на загрязнение ее или цветение водоема. Кислая реакция воды отмечается при наличии гуминовых веществ или проникновении промышленных сточных вод. Активная реакция (рН) питьевой воды должна быть 6,0—9,0.

Ход определения. Реакцию воды следует определять сразу при взятии пробы, так как реакция может измениться и стать из кислой или нейтральной слабощелочной вследствие выделения из воды угольной кислоты [оксида углерода (IV)]. Для определения активности одно- и двухвалентных ионов в растворах используются электродная система с ионоселективными измерительными электродами и преобразователь.

Значение рН контролируемого раствора определяется изменением электродвижущей силы (ЭДС) электродной системы с помощью преобразователя, шкала которого проградуирована в единицах рН (рис. 7.3).

Принцип действия иономера. Работа прибора основана на преобразовании ЭДС электродной системы в постоянный ток, пропорциональный измеряемой величине. Преобразование ЭДС электродной системы в постоянный ток осуществляется высокоомным преобразователем автокомпенсационного типа.

Порядок работы на универсальном иономере ЭВ-74. 1. Перед началом работы переключатели

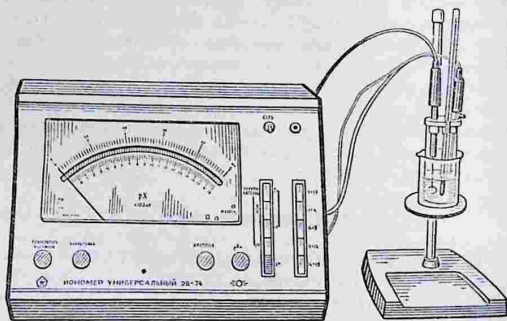


Рис. 7.3. Иономер универсальный ЭВ-74.

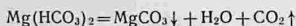
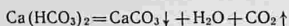
прибора устанавливаются в положение «1°» и «-1-19», после чего прибор включается в сеть и прогревается в течение 30 мин. 2. Устанавливается температура раствора: а) переключатель «Термокомпенсатор» установить в положение «Ручн.»; б) нажать кнопку одного из диапазонов измерения, кроме «-1-19»; в) нажать кнопку «1°» и ручкой «Температура раствора» установить стрелку на значение по шкале 0-100 в соответствии с измеренной температурой раствора. 3. Измерение рН растворов: а) кнопку «1°» отжать. Нажать кнопки «Анионы/Катионы», «рХ» и необходимого диапазона измерения («-1+19», «-1-4», «4-9», «9-14», «14-19»), отсчет показаний в диапазонах «-1-4» и «-1+19» рН следует производить по шкалам показывающего прибора иономера с соответствующей отцифровкой. При работе на других диапазонах при отсчете следует пользоваться шкалой «0-5», показания которой необходимо суммировать со значением нижнего предела выбранного диапазона измерения (4,9 или 14 рХ); б) перед погружением в раствор электроды необходимо промывать дистиллированной водой и удалять затем остатки воды фильтровальной бумагой. Для того чтобы сменить раствор, необходимо приподнять стаканчик и отнести столик в сторону; в) во всех случаях, когда измерение непосредственно не производится, должна быть нажата кнопка «1°». 4. По окончании работы отжать кнопки «Анионы/Катионы» и «рХ», отключить прибор от сети; электроды промыть и погрузить в дистиллированную воду.

#### 7.4.2. Определение жесткости

Жесткость воды определяется количеством растворенных в ней солей угольной, серной, хлороводородной, фосфорной, азотной кислот, главным образом кальция и магния. В некоторых случаях жесткость воды обусловлена присутствием солей калия, натрия, железа (II), марганца (II), алюминия.

Практически различают три вида жесткости: общую, устранимую и постоянную. Общая жесткость — это жесткость сырой воды, обусловленная всеми соединениями кальция и магния (иногда железа и марганца), независимо от того, с какими анионами они связаны. Постоянная жесткость — жесткость воды после одночасового кипячения. Она обусловлена присутствием сульфатов и хлоридов кальция, железа, магния, калия, натрия, т. е. солей, не дающих осадка при кипячении. Устранимая жесткость обусловлена наличием в воде гидрокарбонатов кальция  $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ , меньше магния  $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$ , кото-

рые устраняются при кипячении, оседают на стенках сосудов в виде накипи ( $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{MgCO}_3$ ). Таким образом, устранимая жесткость есть часть общей жесткости, которую можно вычислить по разнице между общей и постоянной жесткостью. Карбонатная жесткость обусловлена присутствием в воде карбонатов и гидрокарбонатов кальция и магния (иногда калия, натрия, алюминия, марганца, железа). При кипячении гидрокарбонаты кальция и магния разлагаются:



Образующиеся карбонаты кальция и магния выпадают в осадок и поэтому вода теряет часть жесткости.

Карбонатная жесткость нередко совпадает с устранимой жесткостью, но приравнивать их друг к другу нельзя. При кипячении устраняется преимущественно та часть карбонатной жесткости, которая зависела от гидрокарбоната кальция. При большом количестве в воде гидрокарбоната магния разница между карбонатной и устранимой жесткостью бывает довольно значительной.

Жесткость воды зависит также от химического состава почвы, через которую проходит вода, содержания в воде оксида углерода (IV), степени загрязнения ее органическими веществами.

Общая жесткость воды, согласно ГОСТу 2874—82 «Вода питьевая», должна быть не более  $7 \text{ мг} \cdot \text{экв}/\text{дм}^3$ ; для водопроводов, подающих воду без специальной обработки по согласованию с органами СЭС допускается до  $10 \text{ мг} \cdot \text{экв}/\text{дм}^3$ <sup>1</sup>. Очень жесткая вода имеет неприятный вкус, может ухудшать течение почечнокаменной болезни.

**Определение общей жесткости комплексометрическим методом.** Метод основан на образовании прочного комплексного соединения трилона Б с ионами кальция и магния. Определение проводят титрованием пробы трилоном Б при pH 10 в присутствии индикатора (ГОСТ 4151—72).

Если в воду, содержащую ионы кальция и магния, внести индикатор, дающий окрашенное соеди-

---

<sup>1</sup> Для перевода в единицы СИ ( $\text{ммоль}/\text{дм}^3$ ) величину жесткости следует разделить на 2,0.

нение с этими ионами, то при прибавлении трилона Б (двуназиевой соли этилендиаминотетрауксусной кислоты) произойдет изменение окраски в точке эквивалентности, т. е. когда трилон Б свяжет ионы кальция и магния в прочный комплекс. По количеству прибавленного раствора трилона Б определяют общую жесткость исследуемой воды.

**Оборудование.** 1. Пипетки Мора вместимостью 10, 25, 50 и 100 см<sup>3</sup>. 2. Бюретка вместимостью 25 см<sup>3</sup>. 3. Колбы конические вместимостью 100 и 1000 см<sup>3</sup>.

**Реактивы.** Все реактивы готовят на дважды перегнанной дистиллированной воде в стеклянном аппарате. Для проверки качества дистиллированной воды к 100 см<sup>3</sup> прибавляют 1 см<sup>3</sup> буферного раствора и 5—7 капель индикатора. В чистой воде появится синяя с сиреневым оттенком окраска.

1. Трилон Б — 0,05 н. раствор. 9,31 г трилона Б растворяют в дистиллированной воде и доводят до объема 1 дм<sup>3</sup>. Если раствор мутный, то его фильтруют. Срок хранения несколько месяцев.

2. Буферный раствор. 10 г хлорида аммония растворяют в дистиллированной воде, добавляют 50 см<sup>3</sup> 25% раствора аммиака и доводят до объема 500 см<sup>3</sup> дистиллированной водой. Раствор необходимо хранить в плотно закрытой склянке.

3. Индикатор. 0,5 г индикатора растворяют в 20 см<sup>3</sup> буферного раствора и доводят до объема 100 см<sup>3</sup> этанолом. Раствор индикатора хрома темно-синего может сохраняться длительное время без изменений. Раствор индикатора хромогена черного устойчив в течение 10 сут. Допускается пользование сухим индикатором. Для этого 0,25 г индикатора смешивают с 50 г хлорида натрия, предварительно тщательно растертого в ступке.

4. Сульфид натрия — 5% раствор. 5 г сульфида натрия Na<sub>2</sub>S·9H<sub>2</sub>O растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

5. Гидрохлорид гидроксилamina — 1% раствор. 1 г гидрохлорида гидроксилamina NH<sub>2</sub>OH·HCl растворяют в дистиллированной воде и доводят до объема 100 см<sup>3</sup>.

6. Хлорид цинка — 0,05 н. раствор. 3,269 г гранулированного цинка растворяют в 30 см<sup>3</sup> хлороводородной кислоты (разбавленной 1:1), доводят объем дистиллированной водой до 1 дм<sup>3</sup>. Получают 0,1 н. раствор. Разведением этого раствора вдвое получают 0,05 н. раствор хлорида цинка.

7. Сульфат магния — 0,05 н. раствор. Готовят из фиксанала; содержимое ампулы растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора в мерной колбе до 200 см<sup>3</sup>. При отсутствии фиксанала 12,325 г сульфата магния помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Определение поправочного коэффициента к титру раствора трилона Б. В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> вносят 10 см<sup>3</sup> 0,05 н. раствора хлорида цинка или 10 см<sup>3</sup> 0,05 н. раствора сульфата магния и доводят дистиллированной водой до объема 100 см<sup>3</sup>. Прибавляют 5 см<sup>3</sup> буферного раствора, 5—7 капель индикатора и медленно титруют при взбалтывании 0,05 н. раствором трилона Б до изменения окраски. Окраска должна быть синей с фиолетовым оттенком при прибавлении индикатора хрома темно-синего и синей с зеленоватым оттенком при прибавлении индикатора хромогена черного. Титрование следует проводить на фоне контрольной пробы 3 раза. Затем вычисляют среднее значение.

Поправочный коэффициент к нормальности раствора трилона Б вычисляют по формуле:

$$K = \frac{10}{V},$$

где  $V$  — объем раствора трилона Б, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>; 10 — объем хлорида цинка или сульфата магния, см<sup>3</sup>.

Ход определения. Определению общей жесткости воды мешают медь, цинк, марганец, высокое содержание карбонатов и гидрокарбонатов. Мутную воду перед определением следует отфильтровать.

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> вносят 100 см<sup>3</sup> отфильтрованной исследуемой воды или меньшее ее количество, доведенное до объема 100 см<sup>3</sup> дистиллированной водой. Затем прибавляют 5 см<sup>3</sup> буферного раствора, 5—7 капель индикатора, титруют 3 раза при сильном взбалтывании 0,05 н. раствором трилона Б до изменения окраски. Титрование производят в присутствии «свидетеля».

Если на титрование израсходовано больше 10 см<sup>3</sup> 0,05 н. раствора трилона Б, то следует определение повторить, взяв меньший объем воды и разбавив до объема 100 см<sup>3</sup> дистиллированной водой.

Нечеткое изменение окраски в эквивалентной точке указывает на присутствие меди и цинка. Для устранения их влияния к пробе перед титрованием воды прибавляют 1—2 см<sup>3</sup> раствора сульфита натрия, после чего проводят определение.

Если титруемый раствор постепенно обесцвечивается, то это указывает на присутствие марганца; в этом случае к пробе воды до внесения реактивов следует прибавить 5 капель 1% раствора гидрохлорида гидроксиламина и далее определять жесткость.

Если при титровании окраска долго не изменяется и она нечеткая и плохо выраженная, то это свидетельствует о высокой щелочности воды. В этом случае перед определением жесткости в воду нужно добавить несколько капель 0,1 н. раствора хлороводородной кислоты, чтобы нейтрализовать раствор, потом прокипятить или продуть воздухом в течение 5 мин.

Общую жесткость воды определяют по формуле:

$$x = \frac{n \cdot K \cdot 0,05 \cdot 1000}{V} \text{ ммоль/дм}^3,$$

где  $K$  — поправочный коэффициент к нормальности раствора трилона Б; 0,05 — нормальность раствора трилона Б;  $n$  — объем 0,05 н. раствора трилона Б, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>; 1000 — коэффициент для пересчета в кубические дециметры;  $V$  — объем воды, взятый для исследования, см<sup>3</sup>.

### 7.4.3. Определение щелочности

Щелочность природных вод обуславливается содержанием в ней гидрокарбонатов и карбонатов щелочноземельных металлов (Ca, Mg, K, Na) и других солей слабых кислот. Практически — это устранимая жесткость. Щелочность воды имеет значение для процесса коагуляции воды при ее очистке.

Принцип метода. Определение основано на изменении окраски метилового оранжевого в зависимости от изменения среды. При рН 4,5 метиловый оранжевый имеет желтое окрашивание. При титровании хлороводородной кислотой образуются хлориды кальция и магния; при избыточных каплях хлороводородной кислоты метиловый оранжевый окрашивается в розовый цвет.

Так как понятия «щелочность», «устранимая жесткость» и «карбонатная жесткость» практически идентичны, то дается методика определения карбонатной жесткости.

Ход определения. В коническую колбу вместимостью 150 см<sup>3</sup> вносят 100 см<sup>3</sup> исследуемой воды и 3 капли 0,05% раствора метилового оранжевого. Титруют 0,1 н. раствором хлороводородной кислоты до появления розово-оранжевого цвета. Титрование производят 3 раза и вычисляют среднюю величину, «свидетелем» служит дистиллированная вода (100 см<sup>3</sup>),

в которую вносят 3 капли 0,05% раствора метилового оранжевого и 2—3 капли 0,1 н. раствора хлороводородной кислоты.

Щелочность (устраняющую жесткость) определяют по формуле:

$$x = \frac{n \cdot K \cdot 0,1 \cdot 1000}{V} \text{ ммоль/дм}^3,$$

где  $n$  — объем 0,1 н. раствора HCl, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>;  $K$  — поправочный коэффициент 0,1 н. раствора хлороводородной кислоты; 0,1 — нормальность раствора HCl;  $V$  — объем взятой для исследования воды, см<sup>3</sup>; 1000 — коэффициент для пересчета в кубические дециметры.

#### 7.4.4. Определение азотсодержащих веществ

Важным косвенным показателем загрязнения воды органическими веществами животного происхождения являются соли аммиака, азотной и азотистой кислот. Присутствие аммонийных солей в количествах, превышающих 0,1 мг/дм<sup>3</sup>, указывает на свежее загрязнение воды, так как аммиак является начальным продуктом разложения органических азотсодержащих веществ. Иногда, особенно в глубоких подземных водах, возможно присутствие аммиака, образовавшегося за счет восстановления нитритов при отсутствии кислорода. В этом случае аммиак не указывает на недоброкачество воды. Не является опасным в эпидемиологическом отношении и повышенное содержание аммиака в болотистых и торфяных водах (аммиак растительного происхождения).

Соли азотистой кислоты (нитриты) представляют собой продукты окисления аммиака под влиянием микроорганизмов в процессе нитрификации. Наличие нитритов в количествах, превышающих 0,002 мг/дм<sup>3</sup>, свидетельствует об известной давности загрязнения.

Соли азотной кислоты (нитраты) — конечные продукты минерализации органических веществ. Присутствие в воде нитратов без аммиака и нитритов указывает на завершение процесса минерализации. Одновременное содержание в воде аммиака, нитритов и нитратов свидетельствует о явном неблагополучии водоемного источника, постоянном его загрязнении; повышенные количества нитритов и нитратов без наличия ам-

миака указывают на прекращение загрязнения в настоящее время. Наличие в воде аммиака и нитритов указывает на недавнее появление постоянно действующего источника загрязнения. Присутствие в воде одних нитратов говорит об окончании процессов минерализации.

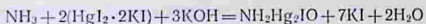
Повышенное содержание в воде нитратов может иметь минеральное происхождение (за счет химического состава почвы, применения минеральных удобрений и т. д.). Допустимое содержание нитратов в питьевой воде — не более 45 мг/дм<sup>3</sup>. Нитраты под влиянием микрофлоры кишечника переходят в нитриты, последние, поступая в кровь, вызывают у детей и взрослых метгемоглобинемию, что уменьшает снабжение тканей кислородом, оказывает неблагоприятное влияние на состояние ЦНС, сердечно-сосудистой, дыхательной систем, многие биохимические процессы.

Химическое исследование начинают с качественных реакций, чтобы не тратить время на количественное определение тех солей, которые в воде отсутствуют.

#### *7.4.4.1. Определение азота аммонийных солей*

Метод основан на способности аммиака и ионов аммония образовывать окрашенное соединение с реактивом Несслера. Интенсивность окраски раствора, пропорциональная концентрации аммиака и ионов аммония, измеряется на ФЭК при длине волны 400—425 нм (ГОСТ 4192—82).

Реактив Несслера представляет собой двойную соль иодида ртути и иодида калия  $K_2(HgI_4)$ , растворенную в гидроксиде калия. Аммиак с реактивом Несслера образует иодид меркураммония  $NH_2Hg_2IO$ , который при малом количестве аммиака в воде дает желтое окрашивание, при большом — выделяется в виде осадка красно-бурого цвета:



Оборудование. 1. Колбы мерные вместимостью 50, 100 см<sup>3</sup>. 2. Пипетки мерные с делениями 1, 2, 5 см<sup>3</sup>. 3. Пробирки диаметром 13—14 мм. 4. ФЭК.

Реактивы. 1. Основной стандартный раствор хлорида аммония. 3,819 г хлорида аммония  $NH_4Cl$  растворяют в небольшом количестве безаммиачной дистиллированной воды и доводят до объема 1 дм<sup>3</sup>. В 1 см<sup>3</sup> раствора содер-

жится 1 мг  $\text{NH}_4^+$ . Раствор хранят в склянке темного стекла в течение года.

2. Рабочий стандартный раствор хлорида аммония. 50 см<sup>3</sup> основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят до метки безаммиачной дистиллированной водой. В 1 см<sup>3</sup> этого раствора содержится 0,05 мг  $\text{NH}_4^+$ . Раствор применяют свежеприготовленным.

3. Сегнетова соль — 50% раствор. 500 г виннокислого калия-натрия  $\text{KNaC}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  растворяют при нагревании в дистиллированной воде и доводят до объема 1 дм<sup>3</sup>. Прибавляют 5—10 см<sup>3</sup> реактива Несслера. Хранят в темном месте.

4. Безаммиачная дистиллированная вода. Получается вторичной перегонкой дистиллированной воды, подкисленной 1—2 см<sup>3</sup> серной кислоты.

5. Раствор гидроксида натрия и кальцинированной соды. 100 г кальцинированной соды и 50 г гидроксида натрия растворяют в 800 см<sup>3</sup> безаммиачной дистиллированной воды. Полученную смесь кипятят 15 мин и фильтруют через вату.

Подготовка воды к анализу. Точному определению мешают высокая цветность и жесткость воды, содержание в ней железа, сульфидов и оксида углерода (IV). Для обесцвечивания к 100 см<sup>3</sup> воды прибавляют 0,1 г гидроксида алюминия и оставляют в течение 2 ч. Для уменьшения жесткости к 100 см<sup>3</sup> воды прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия и кальцинированной соды и отстаивают раствор в течение 2 ч. При содержании в воде железа в количестве 0,5 мг/дм<sup>3</sup> и более или оксида углерода (IV) добавляют в пробу воды 10 капель раствора сегнетовой соли.

Присутствие в воде сульфидов определяют добавлением к 10 см<sup>3</sup> исследуемой воды 1 см<sup>3</sup> реактива Несслера и 2 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:3). О наличии сульфидов свидетельствует исчезающая муть. Сульфиды удаляют, прибавив на 100 см<sup>3</sup> воды 10 капель 30% раствора ацетата цинка, отстаивают в течение 2 ч, сливают с осадка и для исследования берут прозрачную часть.

Качественное определение с приближенной количественной оценкой. В пробирку бесцветного стекла с плоским дном диаметром 13—14 мм наливают 10 см<sup>3</sup> исследуемой воды, прибавляют 0,2 см<sup>3</sup> сегнетовой соли и 0,2 см<sup>3</sup> реактива Несслера. Через 10 мин

производят приближенное определение аммонийного азота по табл. 7.3.

Таблица 7.3. Приближенное определение аммонийного азота

Окрашивание при рассмотрении		Содержание аммиачного азота, мг/дм <sup>3</sup>
сбоку	сверху вниз	
Нет	Нет	Меньше 0,04
Нет	Чрезвычайно слабое желтоватое	
Чрезвычайно слабое желтоватое	Слабое желтоватое	0,08
Очень слабое желтоватое	Желтоватое	0,2
Светло-желтоватое	Желтое	0,4
Желтое	Интенсивно-желто-буроватое	2,0
Мутноватое. Резко желтое	Бурое. Раствор мутный	4,0
Интенсивно бурое. Раствор мутный	Бурое. Раствор мутный	8,0
		20,0

**Количественное определение.** Объем воды для исследования берут с учетом результатов качественной пробы с приближенной количественной оценкой. При содержании в воде  $\text{NH}_4^+$  более 0,5 мг/дм<sup>3</sup> пробу следует разбавить.

При массовых анализах строят калибровочный график. В мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 см<sup>3</sup> рабочего стандартного раствора и доводят объем до метки безаммиачной водой. Получают растворы с содержанием 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 мг/дм<sup>3</sup> ионов аммония.

Определение оптической плотности начинают с раствора, имеющего наибольшую концентрацию. Для этого к стандартному и контрольному растворам (50 см<sup>3</sup> безаммиачной дистиллированной воды) прибавляют по 1 см<sup>3</sup> сегнетовой соли и 1 см<sup>3</sup> реактива Несслера, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность всех стандартных растворов на ФЭК с синим светофильтром.

Затем на оси абсцисс откладывают массовые концентрации ионов аммония в миллиграммах в 1 дм<sup>3</sup>, на оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности. График должен иметь прямолинейный характер.

Затем берут 50 см<sup>3</sup> исследуемой воды, прибавляют 1 см<sup>3</sup> сегнетовой соли, 1 см<sup>3</sup> реактива Несслера, через 10 мин определяют ее оптическую плотность (по отношению к раствору сравнения — безаммиачной воде, в которую добавлены те же реактивы, что и в пробу). По калибровочному графику находят содержание азота аммиака в миллиграммах в 1 дм<sup>3</sup>.

Содержание аммиака и ионов аммония в воде определяют по формуле:

$$x = \frac{C \cdot 50}{V} \text{ мг/дм}^3,$$

где  $C$  — содержание  $\text{NH}_4^+$  найденное по калибровочному графику, мг/дм<sup>3</sup>; 50 — объем стандартного раствора (разведение), см<sup>3</sup>;  $V$  — объем пробы, взятый для анализа, см<sup>3</sup>.

В случае, если объем пробы равен 50 см<sup>3</sup>, то формула приобретает вид:  $x = C$ .

#### 7.4.4.2. Определение азота нитритов

Метод основан на взаимодействии нитритов и реактива Грисса, представляющим смесь  $\alpha$ -нафтиламина и сульфаниловой кислоты в уксусной кислоте, в результате чего образуется диазосоединение, окрашенное от розового до интенсивно красного цвета в зависимости от концентрации азота нитритов (ГОСТ 4192—82).

Оборудование. 1. Колбы мерные вместимостью 50, 100, 1000 см<sup>3</sup>. 2. Пипетки мерные. 3. Пробирки диаметром 13—14 мм. 4. ФЭК.

Реактивы. 1. Основной стандартный раствор нитрита натрия. 1,497 г нитрита натрия  $\text{NaNO}_2$  растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup> в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят этой водой до метки. В 1 см<sup>3</sup> раствора содержится 1 мг нитритов. Раствор консервируют добавлением 1 см<sup>3</sup> хлороформа, хранят в склянке из темного стекла в течение нескольких месяцев.

2. Рабочий стандартный раствор нитрита натрия. 1 см<sup>3</sup> основного стандартного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой. В 1 см<sup>3</sup> этого раствора содержится 0,001 мг азота нитритов. Раствор применяют свежеприготовленным.

3. Реактив Грисса в уксусной кислоте. При отсутствии готового реактива Грисса его готовят из смеси равных объемов растворов сульфаниловой кислоты и  $\alpha$ -нафтиламина.

Вначале готовят раствор сульфаниловой кислоты: 0,5 г сульфаниловой кислоты растворяют в 150 см<sup>3</sup> 12% раствора уксусной кислоты. Затем готовят второй раствор: 0,25 г  $\alpha$ -нафтамина растворяют в 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и кипятят в течение 5 мин, отфильтровывают в колбу, в которую предварительно помещают 50 см<sup>3</sup> 12% раствора уксусной кислоты. Затем смешивают 50 см<sup>3</sup> раствора сульфаниловой кислоты с 50 см<sup>3</sup> раствора  $\alpha$ -нафтамина и хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой.

4. Уксусная кислота — 12% раствор. 25 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты разбавляют дистиллированной водой до объема 200 см<sup>3</sup>.

**Качественное определение с приближенной количественной оценкой.** Перед качественным и количественным определением азота нитритов мутные или имеющие окраску воды должны быть подготовлены к определению как и при определении азота аммиака.

В плоскодонную пробирку бесцветного стекла диаметром 13—14 мм вносят 10 см<sup>3</sup> исследуемой воды и 0,5 см<sup>3</sup> реактива Грисса. Помещают в водяную баню при температуре 50—60° С и нагревают 10 мин. Приближенное содержание нитритов определяют по табл. 7.4.

Таблица 7.4. Приближенное определение азота нитритов

Окрашивание при рассмотрении		Содержание азота нитритов мг/дм <sup>3</sup>	
сбоку	сверху вниз		
Нет	Нет	Меньше 0,001	
Едва заметное розовое	Чрезвычайно слабое розовое		0,002
Очень слабое розовое	Слабое розовое		0,004
Слабое розовое	Светло-розовое		0,02
Светло-розовое	Розовое		0,04
Розовое	Интенсивно-розовое		0,07
Сильное розовое	Красное		0,2
Красное	Ярко-красное		0,4

**Количественное определение.** При содержании в воде нитритов более 0,05—0,07 мг/дм<sup>3</sup> пробу следует разбавить. К 50 см<sup>3</sup> исследуемой пробы прибавляют 2 см<sup>3</sup> реактива Грисса, перемешивают, помещают в водяную баню при температуре 50—60° С, через 10 мин фотометрируют при длине волны 520 нм по

отношению к дистиллированной воде, в которую добавлен реактив Грисса. Массовую концентрацию нитритов находят по калибровочному графику.

Для построения калибровочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 см<sup>3</sup> рабочего стандартного раствора и доводят объем до метки дистиллированной водой. Получают растворы с содержанием 0; 0,002; 0,004; 0,01; 0,02; 0,04; 0,10; 0,20; 0,30 мг/дм<sup>3</sup> нитритов.

Далее проводят анализ и фотометрируют, как при исследовании пробы. По полученным результатам строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации нитритов в миллиграммах в 1 дм<sup>3</sup>, а по оси ординат соответствующие им значения оптической плотности. Содержание нитритов определяют по формуле (см. 7.4.4.1).

#### 7.4.4.3. Определение азота нитратов

Метод основан на реакции между нитратами и фенолдисульфоновой кислотой с образованием нитропроизводных фенола, которые при добавлении аммиака образуют соединение, окрашенное в желтый цвет (ГОСТ 18826—73).

Оборудование. 1. Колбы мерные вместимостью 50, 100, 500, 1000 см<sup>3</sup>. 2. Пипетки вместимостью 1,2 см<sup>3</sup>. 3. Цилиндр измерительный вместимостью 10 см<sup>3</sup>. 4. Пробирки. 5. Стаканы стеклянные. 6. Чашки фарфоровые выпаривательные вместимостью 100 см<sup>3</sup>. 7. Палочки стеклянные. 8. Колориметрические цилиндры. 9. ФЭК.

Реактивы. 1. Основной стандартный раствор нитрата калия. 0,7218 г нитрата калия, высушенного при температуре 105° С, растворяют в мерной колбе в дистиллированной воде, доводят объем до 1 дм<sup>3</sup> и добавляют 1 см<sup>3</sup> хлороформа. 1 см<sup>3</sup> этого раствора содержит 0,1 мг азота нитратов.

2. Рабочий стандартный раствор нитрата калия. 50 см<sup>3</sup> основного стандартного раствора выпаривают досуха на водяной бане, затем к охлажденному сухому остатку добавляют 2 см<sup>3</sup> фенолдисульфоновой кислоты и растирают стеклянной палочкой до полного смешения с сухим остатком. Затем добавляют дистиллированную воду, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доводят объем до метки дистиллированной водой. 1 см<sup>3</sup> этого раствора содержит 0,01 мг нитратного азота.

3. Фенолдисульфоновая кислота. 25 г чистого кристаллического бесцветного фенола растворяют в 150 см<sup>3</sup> кон-

центрированной серной кислоты и нагревают в течение 6 ч на водяной бане в колбе с обратным холодильником.

4. Сульфат серебра. 4,40 г сульфата серебра растворяют в дистиллированной воде и доводят в мерной колбе дистиллированной водой до объема 1 дм<sup>3</sup>. 1 см<sup>3</sup> раствора эквивалентен 1 мг Cl

**Качественное определение с приближенной количественной оценкой.** В пробирку бесцветного стекла диаметром 14 мм вносят 10 см<sup>3</sup> исследуемой воды и 1 см<sup>3</sup> фенолдисульфокислоты так, чтобы капли падали на поверхность воды, затем прибавляют 1 см<sup>3</sup> 25% раствора аммиака. Содержимое пробирки перемешивают и через 20 мин определяют приближенное содержание азота нитратов по табл. 7.5.

Таблица 7.5. Приближенное определение азота нитратов

Окрашивание при наблюдении сбоку	Содержание азота нитратов, мг/дм <sup>3</sup>
Уловимое только при сравнении с контролем	0,5
Едва заметное желтое	1,0
Очень слабое желтоватое	3,0
Слабое желтоватое	5,0
Слабое желтое	10,0
Желтое	25,0
Сильное желтое	100,0

**Количественное определение.** Определению мешают хлориды в концентрации более 10 мг/дм<sup>3</sup>. Их влияние устраняют добавлением сульфата серебра. Если цветность воды более 20—25°, то к 150 см<sup>3</sup> исследуемой воды добавляют 3 см<sup>3</sup> суспензии гидроксида алюминия, пробу перемешивают и после отстаивания осадок отфильтровывают, первую порцию фильтрата отбрасывают.

Для анализа отбирают 10 или 100 см<sup>3</sup> прозрачной воды или фильтрата (содержание нитратного азота в этом объеме не должно превышать 0,6 мг), добавляют раствор сульфата серебра в количестве, эквивалентном содержанию хлор-иона в исследуемой пробе. Выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха. После охлаждения сухого остатка добавляют в чашку 2 см<sup>3</sup> фенолдисульфоновой кислоты и растирают стеклянной палочкой до полного смешения с

сухим остатком. Добавляют 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 5—6 см<sup>3</sup> концентрированного раствора аммиака до максимального развития окраски. Окрашенный раствор количественно переносят в колориметрический цилиндр вместимостью 50 см<sup>3</sup> и доводят дистиллированной водой до метки. Сравнение окраски исследуемой пробы производят визуальным способом, пользуясь шкалой стандартных растворов или фотометрическим методом. Измеряют оптическую плотность окрашенного раствора исследуемой пробы в тех же условиях, что при построении калибровочного графика.

Приготовление шкалы стандартных растворов. Для визуального определения в колориметрические цилиндры вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят 0; 0,5; 0,7; 1,0; 1,5; 2,0; 3,5; 6,0; 10,0; 15,0; 20,0 и 30,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора нитрата калия (в 1 см<sup>3</sup> содержится 0,01 мг азота). Получают растворы с содержанием 0; 0,1; 0,14; 0,2; 0,3; 0,4; 0,7; 1,2; 2,0; 3,0; 4,0 и 6,0 мг/дм<sup>3</sup> нитратного азота. В каждый цилиндр добавляют по 2 см<sup>3</sup> фенолдисульфоновой кислоты и 5—6 см<sup>3</sup> аммиака NH<sub>4</sub>OH до максимального развития окраски. Объем раствора в цилиндрах доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Шкала может сохраняться в течение нескольких недель.

Оптическую плотность окрашенных растворов можно измерять на ФЭК с синим светофильтром (длина волны 480 нм) в кюветах с толщиной рабочего слоя 1—5 см. Из найденных величин вычитают оптическую плотность нулевой пробы. Полученные результаты наносят на график. Содержание нитратов вычисляют по формуле (см. 7.4.4.1).

#### 7.4.5. Определение растворенного в воде кислорода по Винклеру

Чистая вода открытых водоемов насыщена кислородом. Глубоко залегающие подземные воды не содержат растворенного кислорода и его поглощают при соприкосновении с воздухом. Растворимость кислорода в воде зависит от температуры, атмосферного давления, парциального давления кислорода, солевого состава воды.

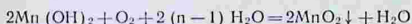
Чем больше загрязнена вода, тем большее количество кислорода будет расходоваться на окисление

органических веществ и тем меньше растворенного кислорода будет содержаться в воде.

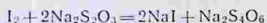
Содержание растворенного в воде кислорода является важным показателем в санитарной оценке воды открытых водоемов. В поверхностных слоях воды чистых водоемов количество растворенного кислорода не должно быть ниже того количества, которое может быть растворено при данных температуре и давлении.

Под растворенным кислородом воды понимают количество миллиграммов кислорода, содержащееся в 1 дм<sup>3</sup> воды, в пробе, отобранной до 12 ч дня. Чтобы процессы самоочищения не нарушались, сточные воды после очистки и смешения с водой водоема не должны снижать содержание растворенного кислорода ниже 4 мг/дм<sup>3</sup>. Уменьшение количества кислорода в воде до 1,5—2,0 мг/дм<sup>3</sup> вызывает гибель рыбы.

Принцип метода (иодометрический). В анализируемую пробу вводят соль марганца (II) и щелочь. Образуется осадок гидроксида марганца (II), который, окисляясь растворенным в воде кислородом, превращается в оксид марганца (IV), также нерастворимый в воде:



В избытке серной кислоты (хлороводородной) и иодида калия осадок растворяется. Выделившийся иод оттитровывают раствором тиосульфата натрия:



Оборудование. 1. Слянки с притертыми пробками вместимостью 100, 150, 200 и 300 см<sup>3</sup>. 2. Пипетки вместимостью 1,5 и 10 см<sup>3</sup>. 3. Бутыль с притертой пробкой вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. 4. Пипетки Мора вместимостью 100 см<sup>3</sup>. 5. Цилиндры вместимостью 10 и 500 см<sup>3</sup>.

Реактивы. 1. Раствор хлорида марганца (II). 50 х. ч. MnCl<sub>2</sub> разводят в 100 см<sup>3</sup> прокипяченной дистиллированной воды.

2. Смесь гидроксида натрия и иодида калия. 32 г NaOH и 10 г KI растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Раствор, подкисленный серной кислотой, не должен давать с крахмалом синей окраски.

3. Чистая крепкая хлороводородная кислота (плотность 1,19) или серная кислота.

4. Тиосульфат натрия Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O — 0,01 н. раствор. 1 см<sup>3</sup> раствора соответствует 0,08 мг кислорода при темпе-

ратуре 0° С и давлении 760 мм рт. ст. (1013 гПа). Для приготовления этого раствора 2,481 г тиосульфата натрия растворяют в 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды. Титр раствора устанавливают по 0,01 н. раствору K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>7</sub>.

5. Крахмал — 1% раствор.
6. Дихромат калия K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>7</sub> — 0,01 н. раствор.
7. Иодид калия — 10% раствор.
8. Хлороводородная (серная) кислота 1:5.

Ход определения. Исследуемая вода забирается из водоисточников в две прокальброванные склянки с притертыми пробками вместимостью 200—300 см<sup>3</sup>. Калибровка склянки заключается в следующем: вначале пустую склянку взвешивают с точностью до 0,1 г, затем заполняют ее дистиллированной водой и снова взвешивают, разница в массе в граммах покажет объем склянки в кубических сантиметрах.

Склянки наполняют водой так, чтобы под пробкой не осталось пузырьков воздуха. На месте забора вливают на дно склянки 1 см<sup>3</sup> смеси гидроксида натрия с иодидом калия и 1 см<sup>3</sup> хлорида марганца, закрывают пробку (выльется 2 см<sup>3</sup> воды), плавным движением перемешивают содержимое, переворачивая склянку вверх дном, дают осесть осадку гидроксида марганца. В лаборатории, как только жидкость над осадком просветлится, приливают на дно 3 см<sup>3</sup> концентрированной хлороводородной кислоты, закрывают склянку пробкой и взбалтывают жидкость до полного растворения осадка гидроксида марганца.

Жидкость переливают в коническую колбу, титруют выделившийся иод тиосульфатом натрия до слабо-желтого окрашивания, затем прибавляют 1 см<sup>3</sup> 1% раствора крахмала (жидкость синее) и продолжают медленно титровать до исчезновения синей окраски.

Содержание растворенного кислорода определяют по формуле:

$$x = \frac{n \cdot 0,08 \cdot K \cdot 1000}{(V - 2)} \text{ мг/дм}^3,$$

где  $n$  — объем 0,01 н. раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование, см<sup>3</sup>; 0,08 — содержание кислорода, соответствующее 1 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора тиосульфата натрия, мг;  $K$  — поправочный коэффициент 0,01 н. раствора тиосульфата натрия; 1000 — коэффициент для пересчета в кубические дециметры;  $V$  — объем взятой на исследование воды, см<sup>3</sup>; 2 — объем прилитых реактивов, см<sup>3</sup>.

Определение поправочного коэффициента к титру тиосульфата натрия. В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> наливают 5 см<sup>3</sup> 10% раствора иодида калия, 5 см<sup>3</sup> разбавленной (1:5) хлороводородной кислоты, 10 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора бихромата калия и 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды; при этом жидкость окрасится от выделившегося иода в бурый цвет.



Выделившийся иод оттитровывают тиосульфатом натрия так же, как и при определении растворенного кислорода.

Поправочный коэффициент рассчитывают по формуле:

$$K = \frac{10}{V},$$

где 10 — объем бихромата калия, см<sup>3</sup>;  $V$  — объем тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>.

#### 7.4.6. Определение биохимической потребности в кислороде (БПК<sub>5</sub>)

БПК — количество кислорода в миллиграммах, необходимое для биохимического окисления органических веществ, содержащихся в 1 дм<sup>3</sup> воды при температуре 20° С в течение 20 или 5 сут. Чем больше загрязнена вода органическими веществами, тем выше ее БПК. Согласно ГОСТу 2761—84, БПК<sub>полное</sub> должно быть не более 3 мг О<sub>2</sub>/дм<sup>3</sup> (для 1-го класса источника).

Принцип метода. Определение основано на вычислении разности в содержании растворенного кислорода в воде в момент отбора и после инкубации пробы в течение 5 сут в термостате при температуре 20° С ( $\pm 2^\circ$  С).

Оборудование и реактивы. См. 7.4.5.

Ход определения. Воду забирают из водоемочника в литровую стеклянную бутылку (наполняют доверху) и доставляют в закупоренном виде в лабораторию. Для анализа воду переливают в колбу, нагревают до температуры 20° С на водяной бане, взбалтывают в течение минуты для насыщения кислородом воздуха и наполняют доверху две калибровочные склянки с притертыми пробками вместимостью 100—150 см<sup>3</sup>.

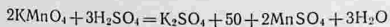
В одну из склянок приливают реактивы и определяют содержание растворенного кислорода по Винкле-

ру, а другую ставят в термостат при температуре 20° С на 5 сут, по прошествии которых в ней определяют оставшийся растворенный кислород. Разность между этими двумя определениями, выраженная в миллиграммах в 1 дм<sup>3</sup>, показывает потребление кислорода для окисления органических веществ.

#### 7.4.7. Определение окисляемости

Перманганатная окисляемость воды — это количество кислорода в миллиграммах, которое расходуется на химическое окисление органических и неорганических (соли Fe<sup>2+</sup>, сероводород, аммонийные соли, нитраты и др.) веществ, содержащихся в 1 дм<sup>3</sup> воды. Повышенная окисляемость воды может указывать на загрязнение воды. Наименьшую окисляемость (1—2 мг/дм<sup>3</sup> O<sub>2</sub>) имеют глубокие подземные воды. В грунтовых водах окисляемость составляет 2—4 мг/дм<sup>3</sup>, причем она тем больше, чем выше цветность воды. В воде открытых водоемов окисляемость выше 5—6 мг/дм<sup>3</sup> O<sub>2</sub> в реках и 5—8 мг/дм<sup>3</sup> O<sub>2</sub> в водохранилищах.

Принцип метода. Перманганат калия при 10-минутном кипячении в кислой среде разлагается с выделением свободного кислорода, который окисляет органические вещества во взятом объеме воды. Чем больше органических веществ в воде, тем больше требуется кислорода (следовательно и перманганата калия) для их окисления.



Избыток внесенного в воду перманганата калия восстанавливается щавелевой кислотой:



Избыток внесенной щавелевой кислоты оттитровывают раствором перманганата калия.

Оборудование 1. Конические колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup>. 2. Цилиндры мерные вместимостью 100 и 1000 см<sup>3</sup>. 3. Мерные пипетки вместимостью 5 см<sup>3</sup>. 4. Бюретки.

Реактивы. 1. Перманганат калия — 0,01 н. раствор. 0,32 г перманганата калия растворяют в 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды. 1 см<sup>3</sup> раствора соответствует 0,08 мг кислорода. Раствор нестойк, его следует хранить в темной склянке с притертой пробкой и проверять титр по щавелевой кислоте перед исследованием.

2. Щавелевая кислота — 0,01 н. раствор. 0,6304 г предварительно перекристаллизованной щавелевой кислоты растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, подкисленной 1 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:3) и объем раствора доводят до 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной водой.

3. Серная кислота (1:3). В колбу наливают 150 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и осторожно по стенкам прибавляют 50 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты (плотность 1,84).

Определение титра перманганата калия. В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, предварительно обработанную перманганатом калия, вносят 5 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:3), 10 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора щавелевой кислоты, добавляют 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, нагревают до температуры 80—90° С и титруют 2—3 раза 0,01 н. раствором перманганата калия до появления бледно-розовой окраски.

Поправочный коэффициент титра 0,01 н. раствора перманганата калия рассчитывают по формуле:

$$K = \frac{10}{V},$$

где  $V$  — объем 0,01 н. раствора перманганата калия, пошедший на титрование 10 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора щавелевой кислоты, см<sup>3</sup>.

Ход определения. В колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, предварительно «окисленную» перманганатом калия, наливают 100 см<sup>3</sup> исследуемой воды (или меньшее ее количество, доведенное до объема 100 см<sup>3</sup> дистиллированной водой), добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:3), 10 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора перманганата калия и кипятят точно 10 мин. Затем колбу снимают с нагревательного прибора, приливают 10 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора щавелевой кислоты (для разрушения  $KMnO_4$ , не вошедшего в реакцию с органическими веществами воды). Обесцвеченный горячий раствор титруют 0,01 н. раствором перманганата калия до появления слабо-розовой окраски. Количество перманганата калия в кубических сантиметрах, прилитое до кипения и пошедшее на окисление органических веществ в воде, учитывается при расчете ( $V_1 + V_2$ ). Если предварительно определили поправочный коэффициент титра перманганата калия, то на этом анализ прекращают. В противном случае его продолжают.

Для проведения обратного титрования (установление титра перманганата калия) в колбу, содержащую горячую слабо-розового цвета жидкость, прибавля-

ют 10 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора щавелевой кислоты и титруют 0,01 н. раствором перманганата калия до появления розовой окраски и учитывают при расчете (V).

Окисляемость определяют по формуле:

$$x = \frac{[(V_1 + V_2) - V] \cdot K \cdot 0,08 \cdot 1000}{100} \text{ мг O}_2/\text{дм}^3,$$

где V<sub>1</sub> — объем 0,01 н. раствора перманганата калия, прилитый до кипения, см<sup>3</sup>; V<sub>2</sub> — объем 0,01 н. раствора перманганата калия, пошедший на окисление органических веществ исследуемой воды, см<sup>3</sup>; V — объем 0,01 н. раствора перманганата калия, пошедший на окисление 10 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора щавелевой кислоты, см<sup>3</sup>; K — поправочный коэффициент 0,01 н. раствора перманганата калия; 0,08 — количество кислорода, выделяемое 1 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствором перманганата калия, мг; 1000 — коэффициент для пересчета в кубические дециметры; 100 — объем исследуемой воды, см<sup>3</sup>.

Пример. Для определения окисляемости было взято 100 см<sup>3</sup> воды. Прилито до начала кипения 10 см<sup>3</sup> перманганата калия. На окисление органических веществ израсходовано 4,2 см<sup>3</sup> перманганата калия. На окисление 10 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора щавелевой кислоты (обратное титрование) израсходовано 10,2 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора перманганата калия. Следовательно, поправочный коэффициент титра перманганата калия равен:

$$K = \frac{10}{10,2} = 0,98.$$

Общий объем раствора перманганата калия, введенного в пробу, составил: 10 + 4,2 = 14,2 см<sup>3</sup>.

$$\text{Окисляемость равна: } \frac{(14,2 - 10,2) \cdot 0,98 \cdot 0,08 \cdot 1000}{100}.$$

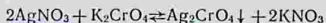
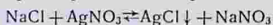
Ответ. 3,126 мг O<sub>2</sub>/дм<sup>3</sup>.

#### 7.4.8. Определение хлоридов (ГОСТ 4245—72)

Гигиеническое значение хлоридов определяется их происхождением. Большое содержание хлоридов возможно при прохождении водоносного горизонта через солончаковые почвы, загрязнении воды сточными водами (экскрементами человека и животных, мочой, кухонными отбросами). Согласно ГОСТу, содержание хлоридов в воде не должно превышать 350 мг/дм<sup>3</sup>.

Содержание хлоридов в воде свыше 350 мг/дм<sup>3</sup> придает ей соленый вкус. Значительное содержание хлоридов, аммиака, высокая окисляемость в сочетании с неблагоприятными бактериологическими показателями указывают на санитарное неблагополучие водоемного источника.

Принцип метода (метод Мора). Определение основано на осаждении хлор-иона в нейтральной или слабощелочной среде нитратом серебра в присутствии дихромата калия в качестве индикатора. После осаждения хлорида серебра в точке эквивалентности образуется хромат серебра, при этом желтая окраска раствора переходит в оранжево-желтую.



Оборудование. 1. Пипетки вместимостью 10, 50, 100 см<sup>3</sup> без делений. 2. Пипетки вместимостью 1 см<sup>3</sup> с делением. 3. Цилиндр мерный вместимостью 100 см<sup>3</sup>. 4. Бюретка вместимостью 25 см<sup>3</sup>. 5. Пробирки колориметрические с отметкой 5 см<sup>3</sup>. 6. Воронки стеклянные. 7. Фильтры беззольные «белая лента». 8. Колбы конические вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Реактивы. 1. Титрованный раствор нитрата серебра. 2,4 г х. ч. нитрата серебра растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм<sup>3</sup>. 1 см<sup>3</sup> раствора нитрата серебра эквивалентен 0,5 мг Cl<sup>-</sup>. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

2. Нитрат серебра — 10% раствор, подкисленный азотной кислотой. 10 г AgNO<sub>3</sub> растворяют в 90 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и добавляют 1—2 капли азотной кислоты.

3. Титрованный раствор хлорида натрия. 0,8245 г х. ч. хлорида натрия, высушенного при температуре 105° С, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм<sup>3</sup>. 1 см<sup>3</sup> раствора хлорида натрия содержит 0,5 мг Cl<sup>-</sup>.

4. Гидроксид алюминия. 125 г алюминиево-калиевых квасцов [AlK(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·12H<sub>2</sub>O] растворяют в 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды, нагревают до температуры 60° С и постепенно прибавляют 55 см<sup>3</sup> концентрированного раствора аммиака при постоянном перемешивании. После отстаивания в течение 1 ч осадок переносят в стакан и промывают дистиллированной водой до исчезновения реакции на хлориды.

5. Хромат калия — 5% раствор. 50 г K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят объем до 1 дм<sup>3</sup>.

Определение поправочного коэффициента к титру раствора нитрата серебра. В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> вносят пипеткой 10 см<sup>3</sup> раствора хлорида натрия и 90 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, добавляют

1 см<sup>3</sup> раствора хромата калия и титруют раствором нитрата серебра до перехода лимонно-желтой окраски в оранжево-желтую, не исчезающую в течение 15—20 с. Полученный результат считают ориентировочным. К оттитрованной пробе прибавляют 1—2 капли раствора хлорида натрия до получения желтой окраски. Эта проба является контрольной при повторном, более точном определении. Для этого отбирают новую порцию (10 см<sup>3</sup>) раствора хлорида натрия и титруют нитратом серебра до получения незначительной разницы оттенков слабо-оранжевого в титруемом растворе и желтого в контрольной пробе.

Поправочный коэффициент вычисляют по формуле:

$$K = \frac{10}{V},$$

где  $V$  — объем нитрата серебра, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>.

**Подготовка пробы к анализу.** Мутную воду фильтруют через беззольный фильтр, промытый горячей водой. Воду с цветностью свыше 30° обесцвечивают путем добавления суспензии гидроксида алюминия (из расчета 3 см<sup>3</sup> суспензии на 100 см<sup>3</sup> воды), после чего встряхивают до обесцвечивания жидкости. Затем пробу фильтруют через беззольный фильтр. Первые порции фильтрата отбрасывают.

Воду, имеющую щелочную реакцию, нейтрализуют слабым раствором серной кислоты в присутствии фенолфталеина до слабо-розового окрашивания, воду с кислой реакцией — слабым раствором гидрокарбоната натрия, после чего розовую окраску устраняют, взбалтывая воду.

**Качественное определение.** В колориметрическую пробирку наливают 5 см<sup>3</sup> воды, добавляют 3 капли 10% раствора нитрата серебра и взбалтывают. Примерное содержание хлор-иона определяют по осадку или мути, используя табл. 7.6.

Таблица 7.6. Приближенное определение хлоридов

Характеристика осадка или мути	Содержание хлоридов, мг/дм <sup>3</sup>
Опалесценция или слабая муть	1—10
Сильная муть	10—50
Образуются хлопья, осаждаются не сразу	50—100
Белый объемный осадок	Более 100

**Количественное определение.** В две конические колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup> вносят по 100 см<sup>3</sup> исследуемой воды (если хлоридов больше 100 мг/д<sup>3</sup>, то берут 10—50 см<sup>3</sup> и доводят дистиллированной водой до объема 100 см<sup>3</sup>). Прибавляют по 1 см<sup>3</sup> 5% раствора хромата калия. Одну пробу титруют раствором нитрата серебра до появления слабо-оранжевого оттенка, вторую пробу используют в качестве «свидетеля». Титрование производят 3 раза, для расчета берут среднюю величину.

Содержание хлор-иона определяют по формуле:

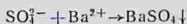
$$x = \frac{n \cdot K \cdot 0,5 \cdot 1000}{V} \text{ мг/дм}^3,$$

где  $n$  — объем нитрата серебра, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>;  $K$  — поправочный коэффициент к титру раствора нитрата серебра; 0,5 — содержание хлор-иона, соответствующее 1 см<sup>3</sup> раствора нитрата серебра, мг; 1000 — коэффициент для пересчета в кубические дециметры;  $V$  — объем исследуемой пробы, см<sup>3</sup>.

#### 7.4.9. Определение сульфатов (ГОСТ 4389—72)

Сульфаты в количествах, превышающих 500 мг/дм<sup>3</sup>, придают воде горьковато-солончатый вкус, при концентрации 1000—1500 мг/дм<sup>3</sup> неблагоприятно влияют на желудочную секрецию, могут вызывать диспепсические явления. Сульфаты могут быть показателем загрязнения поверхностных вод животными отбросами, так как составной частью белковых тел является сера, которая при разложении и последующем окислении превращается в соли серной кислоты. В водопроводной воде содержание сульфатов не должно превышать 500 мг/дм<sup>3</sup>.

**Качественное определение с приближенной количественной оценкой.** Определение основано на учете степени помутнения воды от сульфата бария, образовавшегося при взаимодействии сульфат-иона с хлоридом бария.



**Оборудование.** Колориметрические пробирки.

**Реактивы.** 1. Основной стандартный раствор сульфата калия. 0,9071 г сульфата калия растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup> в дистиллированной воде и доводят до метки. 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,5 мг сульфат-иона  $\text{SO}_4^{2-}$ .

2. Рабочий стандартный раствор сульфата калия. В колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> основного стандартного раствора и доводят до метки дистиллированной водой. 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,05 мг сульфат-иона.

3. Хлорид бария  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  — 5% раствор. 5 г хлорида бария растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 100 см<sup>3</sup>. Раствор фильтруют через беззольный фильтр «синяя лента».

4. Хлороводородная кислота (1:5 и 1:1).

Ход определения. В колориметрическую пробирку наливают 10 см<sup>3</sup> исследуемой воды, добавляют 0,5 см<sup>3</sup> хлороводородной кислоты (1:5). Одновременно готовят стандартную шкалу. Для этого в такие же пробирки наливают 2, 4, 8 см<sup>3</sup> рабочего раствора сульфата калия и 1,6; 3,2; 6,4 см<sup>3</sup> основного раствора сульфата калия, доводят дистиллированной водой до объема 10 см<sup>3</sup>, получая стандартную шкалу с содержанием 10, 20, 40, 80, 160, 320 мг/дм<sup>3</sup> сульфат-иона. Прибавляют в каждую пробирку шкалы по 0,5 см<sup>3</sup> хлороводородной кислоты (1:5), затем в исследуемую воду и пробирки шкалы вносят по 2 см<sup>3</sup> 5% раствора хлорида бария, закрывают пробками и сравнивают исследуемый образец со стандартной шкалой.

**Комплексонометрический метод.** Определение основано на осаждении сульфат-ионов хлоридом бария. Осадок сульфата бария растворяют в титрованном растворе трилона Б, избыток которого определяют титрованным раствором хлорида магния. Количество трилона Б, израсходованное на растворение сульфата бария, эквивалентно количеству сульфат-ионов в взятом объеме воды.

**Оборудование.** 1. Баня водяная. 2. Электроплитка. 3. Пипетки вместимостью 10, 25, 100 см<sup>3</sup>. 4. Колбы мерные вместимостью 50, 100, 250, 500, 1000 см<sup>3</sup>. 5. Бюретки вместимостью 25 см<sup>3</sup>. 6. Воронки стеклянные. 7. Фильтры беззольные бумажные «синяя лента».

**Реактивы.** Все реактивы готовят на дважды перегнанной дистиллированной воде в стеклянном приборе (вода не должна содержать меди).

1. Хлорид бария — 0,05 н. раствор. 6,108 г хлорида бария растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1 дм<sup>3</sup> в мерной колбе.

2. Хлорид магния  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  — 0,05 н. раствор. 5,085 г растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм<sup>3</sup>. Поправочный коэффициент к нормальности раствора устанавливается по точному раствору трилона Б.

3. Трилон Б — 0,05 н. раствор. 9,30 г трилона Б растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм<sup>3</sup>. Титр раствора трилона Б устанавливают по 0,1 н. раствору хлорида цинка или 0,01 н. раствору сульфата магния.

4. Хлорид цинка — 0,1 н. раствор. 3,269 г гранулированного цинка растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup> в 30 см<sup>3</sup> разбавленной хлороводородной кислоты (1:1), раствор охлаждают и разбавляют дистиллированной водой до метки.

5. Аммонийный буферный раствор. Смешивают 100 см<sup>3</sup> 20% раствора хлорида аммония со 100 см<sup>3</sup> 25% раствора аммиака, смесь доводят до объема 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной водой.

6. Аммиак водный — 9 н. раствор. 67,0 см<sup>3</sup> 25% раствора аммиака разбавляют дистиллированной водой до объема 100 см<sup>3</sup>.

7. Сульфат магния — 0,01 н. раствор. Готовят из фиксала растворением содержимого ампулы в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм<sup>3</sup>.

8. Хромоген черный ЕТ-00. 0,5 г индикатора растворяют в 20 см<sup>3</sup> аммиачного буферного раствора, доводят до объема 100 см<sup>3</sup> этанолом. Можно использовать сухой индикатор. Для этого 0,25 г индикатора смешивают с 50 г предварительно растертого в ступке хлорида натрия.

Определение поправочного коэффициента к титру трилона Б. В коническую колбу вносят 10 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора хлорида цинка или 50 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора сульфата магния и разбавляют дистиллированной водой до объема 100 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> буферного раствора и 5—7 капель индикатора (или 0,1 г смеси сухого индикатора). Титруют при сильном взбалтывании раствором трилона Б до изменения окраски.

Поправочный коэффициент рассчитывают по формуле:

$$K = \frac{10}{V},$$

где  $V$  — объем трилона Б, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>.

Ход определения. 100 см<sup>3</sup> исследуемой воды (при необходимости концентрируют или разбавляют) помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, подкисляют 3 каплями концентрированной хлороводородной кислоты, прибавляют 25 см<sup>3</sup> 0,05 н. раствора хлорида бария, кипятят 10 мин от начала кипения и оставляют на водяной бане. Через час раствор фильтруют через беззольный фильтр «синяя лента», предварительно промытый горячей дистиллированной водой. Колбу с осадком промывают 5—6 раз горячей водой (40—50° С), пропускают промывные воды через тот же фильтр. Когда вода стечет, осадок помещают в ту

же колбу, в которой проводилось осаждение. Приливают 5 см<sup>3</sup> 9 н. раствора аммиака, фильтр осторожно разворачивают стеклянной палочкой и расправляют по дну колбы. Затем прибавляют 6 см<sup>3</sup> 0,05 н. раствора трилона Б на каждые 5 мг предполагаемого содержания сульфат-ионов во взятом объеме исследуемой воды. Содержимое колбы осторожно нагревают на песчаной бане до кипения и кипятят до растворения осадка (3—5 мин), держа колбу в наклонном положении, периодически перемешивая жидкость.

Раствор охлаждают, приливают 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 5 см<sup>3</sup> аммиачного буферного раствора и добавляют 0,1 г сухой смеси индикатора (или 5 капель спиртового раствора индикатора). Избыток трилона Б оттитровывают раствором хлорида магния до перехода синей окраски в лиловую. 1 см<sup>3</sup> 0,05 н. раствора трилона Б соответствует 2,4 мг SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

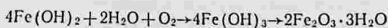
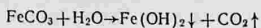
Содержание сульфатов определяют по формуле:

$$x = \frac{[(nK - mK_1) \cdot 2,4] \cdot 1000}{V} \text{ мг/дм}^3,$$

где  $n$  — объем прибавленного раствора трилона Б, см<sup>3</sup>;  $K$  — поправочный коэффициент к нормальности раствора трилона Б;  $m$  — объем хлорида магния, израсходованного на титрование, см<sup>3</sup>;  $K_1$  — поправочный коэффициент к нормальности раствора хлорида магния;  $V$  — объем исследуемой воды, взятый для определения, см<sup>3</sup>.

#### 7.4.10. Определение железа (ГОСТ 4011—72)

В подземных водах железо находится в форме гидрокарбоната железа (II). При попадании в открытые водоемы гидрокарбонат теряет CO<sub>2</sub>, а карбонат гидролизуеться с образованием гидроксида железа (II), который реагируя с кислородом, растворенным в воде, образует гидроксид железа (III) и затем оксид железа (III):

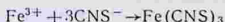


Таким образом, в воде могут находиться соединения железа (II) и железа (III).

Большие количества растворенного в воде железа не оказывают вредного влияния на здоровье людей, но такая вода непригодна для хозяйственно-бытовых целей. Повышенное содержание железа вызывает окрашивание, помутнение, придает воде запах сероводорода, неприятный чернильный привкус, а в сочетании с гуминовыми соединениями — болотный привкус. Колонии железобактерий могут закупорить просвет трубопроводов. Вода с повышенным содержанием железа непригодна для использования в ряде отраслей промышленности.

ГОСТ 2874—82 устанавливает для воды водопроводов ПДК железа, равную 0,3 мг/дм<sup>3</sup>. Для воды местных источников водоснабжения допускается содержание железа 0,5—0,6 мг/дм<sup>3</sup>. Для водопроводов, подающих воду без специальной обработки по согласованию с СЭС, допускается содержание железа до 1 мг/дм<sup>3</sup>.

Принцип метода. Определение основано на взаимодействии в сильноокислой среде оксида железа (II) и роданида калия (или аммония) с образованием окрашенного в красный цвет комплексного соединения роданида железа. Интенсивность окраски пропорциональна концентрации железа.



Оборудование. 1. Колбы мерные вместимостью 50, 100, 1000 см<sup>3</sup>. 2. Пипетки мерные вместимостью 1, 2, 10, 25, 50 см<sup>3</sup>. 3. Пробирки диаметром 14—15 мм. 4. Стеклопалочки. 5. ФЭК.

Реактивы. 1. Основной стандартный раствор железозаммиачных квасцов. 0,8836 г свежеперекристаллизованных железозаммиачных квасцов  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup> в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют 2 см<sup>3</sup> концентрированной хлороводородной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой. 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,1 мг железа.

2. Рабочий стандартный раствор железозаммиачных квасцов. Готовят в день проведения анализа разбавлением основного раствора в 10 раз дистиллированной водой, 1 см<sup>3</sup> раствора содержит 0,01 мг железа.

3. Роданид аммония  $\text{NH}_4\text{CNS}$  (роданид калия  $\text{KCNS}$ ) 50% раствор. 50 г роданида растворяют в 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

4. Хлороводородная кислота (плотность 1,12). К 65 см<sup>3</sup> дистиллированной воды приливают 100 см<sup>3</sup> хлороводородной кислоты (плотность 1,19).

5. Персульфат калия (кристаллический).

**Качественное определение с приближенной количественной оценкой.** В пробирку наливают 10 см<sup>3</sup> исследуемой воды, вносят 2 капли концентрированной хлороводородной кислоты и несколько кристаллов персульфата аммония (калия) и 0,2 см<sup>3</sup> роданида аммония (калия). Приблизительно массовую концентрацию железа по интенсивности полученного окрашивания определяют по табл. 7.7.

Таблица 7.7. Приближенное определение общего железа с роданидом

Окрашивание при рассмотрении		Содержание железа, мг/дм <sup>3</sup>
сбоку	сверху	
Нет	Нет	Менее 0,05
Едва заметное желтовато-розовое	Чрезвычайно слабое желтовато-розовое	0,1
Очень слабое желтовато-розовое	Слабое желтовато-розовое	0,25
Слабое желтовато-розовое	Светло-желтовато-розовое	0,5
Светло-желтовато-розовое	Желтовато-розовое	1,0
Сильное желтовато-розовое	Желтовато-красное	2,0
Светло-желтовато-красное	Ярко-красное	Более 2,0

**Количественное определение.** В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> отбирают 50 см<sup>3</sup> тщательно перемешанной исследуемой воды или меньший объем, содержащий по качественной пробе не более 1,0 мг/дм<sup>3</sup> железа и доводят объем до метки дистиллированной водой. Затем добавляют 1 см<sup>3</sup> хлороводородной кислоты (плотность 1,12), несколько кристаллов персульфата аммония, перемешивают и добавляют 1 см<sup>3</sup> роданида калия. После перемешивания определяют оптическую плотность на ФЭК с сине-зеленым светофильтром по отношению к дистиллированной воде, в которую добавлены те же реактивы. Величину концентрации железа находят по калибровочному графику и подставляют ее в формулу (см. 7.4.4.).

При массовых исследованиях для построения калибровочного графика в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят 0; 0,5; 1,0;

2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> рабочего стандартного раствора железоаммиачных квасцов (в 1 см<sup>3</sup> содержится 0,01 мг железа) и доводят дистиллированной водой до метки. Получают растворы с массовой концентрацией железа 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг/дм<sup>3</sup>. К стандартным растворам и контрольной пробе прибавляют по 1 см<sup>3</sup> хлороводородной кислоты (плотность 1,12), несколько кристаллов персульфата аммония и перемешивают. Затем в контрольную пробу и стандартный раствор с концентрацией железа 0,1 мг/дм<sup>3</sup> прибавляют по 1 см<sup>3</sup> роданида калия, перемешивают и фотометрируют. Затем добавляют роданид калия в следующий стандартный раствор и опять определяют оптическую плотность и т. д.

По полученным данным строят калибровочный график, откладывая на оси абсцисс концентрацию железа в миллиграммах в 1 дм<sup>3</sup>, а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

## 7.5. Коагуляция и хлорирование воды

**Цель занятия.** Знакомство с основными методами улучшения качества питьевой воды. Освоить методы коагулирования и хлорирования воды.

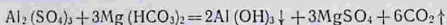
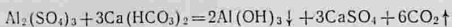
**Задания.** 1. Определите рабочую дозу коагулянта для коагуляции воды. 2. Определите содержание активного хлора в хлорной извести. 3. Определите рабочую дозу хлорной извести. 4. Определите остаточный хлор в водопроводной воде. 5. Оформите результаты анализов. 6. Ответьте на контрольные вопросы и решите задачи.

### 7.5.1. Коагуляция

Для улучшения качества питьевой воды производят осветление, обесцвечивание и обеззараживание. Осветление и обесцвечивание достигаются коагуляцией, отстаиванием и фильтрацией. Для обеззараживания воды применяют физические (кипячение, УФ-облучение) и химические (хлорирование, озонирование и др.) методы.

**Выбор дозы коагулянта.** Для ускорения процесса отстаивания воды в процессе ее очистки и устранения окраски к воде добавляют коагулянты — обычно  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$  (сульфат алюминия). Он вступает в реакцию с гидрокарбонатами Ca и Mg и образует гидроксид алюминия  $Al(OH)_3$  в виде студенистых

хлопьев. На поверхности хлопьев сорбируются мельчайшие частицы примесей воды, хлопья укрупняются и затем выпадают в осадок.



Рабочая доза коагулянта зависит от температуры воды, рН, мутности, окраски и величины устранимой жесткости: чем она больше, тем больше требуется коагулянта, однако избыток его нежелателен, так как часть коагулянта остается неиспользованной и придает воде кислый вкус.

В очень мягкой воде коагуляция протекает плохо, так как при добавлении коагулянта не происходит достаточного образования хлопьев гидроксида алюминия, оседающих на дно и способствующих осветлению воды. В таких случаях прибавляют к воде гидрокарбонат калия или известь, чтобы повысить устранимую жесткость и обеспечить образование хлопьев коагулянта.

Допускается не более 0,5 мг/дм<sup>3</sup> остаточного алюминия. Рабочая доза коагулянта устанавливается опытным путем: обычно она колеблется от 0,5 до 2 г на 1 ведро (12 л).

Оборудование. 1. Стаканы вместимостью 200 см<sup>3</sup>. 2. Цилиндр вместимостью 200 см<sup>3</sup>. 3. Стеклянные палочки. 4. Колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup>. 5. Пипетки мерные вместимостью 10 см<sup>3</sup>. 6. Бюретки.

Реактивы. 1. Сульфат алюминия — 1% раствор. 2. Сода — 1% раствор. 3. Хлороводородная кислота — 0,1 н. раствор. 4. Метиловый оранжевый — 0,1% раствор.

Определение оптимальной дозы коагулянта. Производится опытным путем и осуществляется в 3 этапа: 1) определение величины устранимой (карбонатной) жесткости воды; 2) определение дозы коагулянта; 3) проверка правильности выбора дозы коагулянта.

Если устранимая жесткость больше 2 ммоль/дм<sup>3</sup>, то приступают к пробной коагуляции без подщелачивания воды гидрокарбонатом натрия. Для этого в полевых условиях отбирают пробы в 3 стакана, в каждый из которых наливают по 200 см<sup>3</sup> исследуемой воды. Затем прибавляют в 1-й стакан нужное количество 1% раствора сульфата алюминия в зависимости от жесткости

воды (табл. 7.8), во 2-й — на 1 см<sup>3</sup> меньше, в 3-й — на 1 см<sup>3</sup> меньше, чем во 2-й. Содержимое стаканов перемешивают стеклянной палочкой и наблюдают в течение 10 мин за ходом коагуляции. Для очистки воды выбирают наименьшую дозу коагулянта, которая обеспечивает быстрое образование и осаждение хлопьев на дно.

Пример. Устраняемая жесткость воды 5 ммоль/дм<sup>3</sup>. Значит, в 1-й стакан нужно налить 4 см<sup>3</sup> 1% раствора глинозема, во 2-й — 3 см<sup>3</sup> и в 3-й — 2 см<sup>3</sup> (см. табл. 7.8).

Если устраняемая жесткость воды меньше 2 ммоль/дм<sup>3</sup> и коагуляция протекает вяло, с незначительным образованием мелких, медленно оседающих хлопьев, то воду следует подщелачивать путем добавления в каждый стакан 1% раствора гидрокарбоната натрия в количествах наполовину меньших, чем взято коагулянта, или применять известь из расчета 0,4 г гашеной или 0,3 г негашеной извести на каждый грамм глинозема.

Для окончательного определения дозы коагулянта величину установленной дозы обычно уменьшают на 10%, так как при больших количествах воды процесс коагуляции идет быстрее. Затем рассчитывают дозу коагулянта на 1 дм<sup>3</sup> воды (табл. 7.8).

Таблица 7.8. Количество сульфата алюминия в зависимости от устраняемой жесткости воды

Устраняемая жесткость воды, ммоль/дм <sup>3</sup>	Количество 1% раствора глинозема на 200 см <sup>3</sup> воды, см <sup>3</sup>	Количество сухого глинозема на 1 дм <sup>3</sup> воды, г
1	0,8	0,44
2	1,6	0,08
3	2,4	0,12
4	3,2	0,16
5	4,0	0,20
6	4,8	0,24
7	5,6	0,28
8	6,4	0,32
9	7,2	0,36
10	8,0	0,40
11	8,8	0,44
12	9,6	0,48
13	10,4	0,52
14	11,2	0,56
15	12,0	0,60

## 7.5.2. Хлорирование

**Определение активного хлора в хлорной извести.** Хлорная известь должна содержать 25—30% активного хлора, но под влиянием повышенной температуры, влажности, света, оксида углерода (IV) воздуха эта величина может снизиться, поэтому перед хлорированием воды следует проверять хлорную известь на содержание активного хлора.

**Принцип метода.** Определение основано на том, что хлор вытесняет из йодида калия эквивалентное количество йода. Выделившийся йод оттитровывают в присутствии крахмала 0,01 н. раствором тиосульфата натрия, после чего определяют содержание активного хлора и в хлорной извести.

**Оборудование.** 1. Колбы конические вместимостью 250 см<sup>3</sup>. 2. Пипетки. 3. Бюретки. 4. Чашка фарфоровая.

**Реактивы.** 1. Хлорная известь. 3,55 г хлорной извести растирают с небольшим количеством дистиллированной воды в ступке и количественно переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят объем до метки и ставят на 2 ч в темное место.

2. Кристаллический йодид калия или 5% раствор.

3. Крахмал — 0,5% раствор. 0,5 г растворимого крахмала смешивают с небольшим количеством дистиллированной воды, приливают раствор к 100 см<sup>3</sup> кипящей дистиллированной воды, кипятят несколько минут, затем охлаждают и консервируют несколькими каплями хлороформа или 0,1 г салициловой кислоты.

4. Хлороводородная кислота — (1:5). К 10 см<sup>3</sup> хлороводородной кислоты (плотность 1,19) прибавляют 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

5. Тиосульфат натрия Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O — 0,01 н. раствор. 100 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора тиосульфата натрия вносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, растворяют в небольшом количестве свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной воды и доводят объем раствора до метки.

6. Дихромат калия K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> — 0,01 н. раствор. Перекристаллизованный дихромат калия высушивают при температуре 180° С до постоянной массы и 0,4904 г растворяют в дистиллированной воде. Доводят объем до 1 дм<sup>3</sup>.

**Определение поправочного коэффициента к титру растворов тиосульфата натрия.** Производят по 0,01 н. (0,001 н.) раствору дихромата калия. В коническую колбу с шлифованной пробкой помещают 0,5 г йодида калия, растворяют его в 2 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, прибавляют 5 см<sup>3</sup> серной кислоты, затем 10 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора дихромата калия, добавляют 80 см<sup>3</sup> дистиллиро-

ванной воды, закрывают колбу пробкой, перемешивают и ставят в темное место на 5 мин. Выделившийся иод титруют тиосульфатом натрия в присутствии 1 см<sup>3</sup> крахмала, прибавленного в конце титрования.

Поправочный коэффициент 0,01 н. (0,001 н.) раствора тиосульфата натрия вычисляют по формуле:

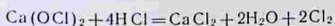
$$K = \frac{10}{V},$$

где  $V$  — объем тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>.

Поправочный коэффициент следует рассчитывать исходя из 2—3 титрований.

**Определение содержания активного хлора в хлорной извести** (навеска 3,55 г на 1 дм<sup>3</sup> воды). В колбу с притертой пробкой помещают 500 мг кристаллического иодида калия, приливают 10 см<sup>3</sup> раствора исследуемой хлорной извести и 5 см<sup>3</sup> хлороводородной кислоты (1 : 5). Пробу ставят в темное место на 5 мин. Затем добавляют дистиллированную воду до объема 100 см<sup>3</sup> и выделившийся иод титруют 0,01 н. раствором тиосульфата натрия до слабо-желтого окрашивания, после чего добавляют 1 см<sup>3</sup> 0,5% раствора крахмала и дотитровывают до исчезновения синей окраски.

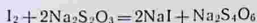
В пробе происходят следующие реакции: гипохлорит кальция взаимодействует с хлороводородной кислотой, выделяется активный хлор:



В пробе содержится иодид калия. Более активный хлор вытесняет иод из иодида калия:



В результате титрования происходит следующая реакция:



Содержание активного хлора в хлорной извести определяют по формуле:

$$x = \frac{n \cdot K \cdot 0,355 \cdot 1000 \cdot 100}{10 \cdot 3550} \%$$

где  $n$  — объем тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>;  $K$  — поправочный коэффициент к нормальности тиосульфата натрия; 0,355 — содержание ак-

тивного хлора, эквивалентного  $1 \text{ см}^3$  0,01 н. раствора тиосульфата натрия, мг; 1000 — разведение хлорной извести,  $\text{см}^3$ ; 100 — коэффициент для пересчета в проценты; 3550 — навеска хлорной извести, мг; 10 — объем хлорной извести, взятый для титрования,  $\text{см}^3$ .

Если  $K=1$ , то формула приобретает следующий вид:  $x=n$ .

**Определение содержания активного хлора в 1% растворе хлорной извести.** Сначала готовят 1% раствор хлорной извести: 1 г хлорной извести растирают в ступке с небольшим количеством дистиллированной воды, количественно переносят в колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  и доводят объем дистиллированной водой до метки. Дают раствору отстояться.

В другую колбу вливают  $50 \text{ см}^3$  дистиллированной воды и  $5 \text{ см}^3$  приготовленного 1% прозрачного раствора хлорной извести, добавляют  $5 \text{ см}^3$  5% раствора иодида калия (или несколько кристаллов его),  $1 \text{ см}^3$  серной или хлороводородной кислоты (1 : 5). При этом свободный хлор хлорной извести разлагает иодид калия и количество выделившегося свободного иода будет эквивалентно содержанию хлора.

Колбу ставят на 5 мин в темное место, затем доливают дистиллированной водой до объема  $100 \text{ см}^3$  и титруют 0,01 н. раствором тиосульфата натрия до слабо-желтого окрашивания. После добавляют  $1 \text{ см}^3$  0,5% раствора крахмала и титруют тиосульфатом натрия до исчезновения синего окрашивания.

Содержание активного хлора в 1% растворе хлорной извести определяют по формуле:

$$x = \frac{n \cdot K \cdot 0,355 \cdot 100 \cdot 100}{5 \cdot 1000} \%$$

где  $n$  — объем тиосульфата натрия, пошедший на титрование,  $\text{см}^3$ ;  $K$  — поправочный коэффициент к титру 0,01 н. раствора тиосульфата натрия; 0,355 — содержание активного хлора, эквивалентное  $1 \text{ см}^3$  0,01 н. раствора тиосульфата натрия, мг; 100 — разведение навески,  $\text{см}^3$ ; 100 — коэффициент для пересчета в проценты; 5 — объем раствора 1% хлорной извести, взятый на титрование,  $\text{см}^3$ ; 1000 — навеска хлорной извести, мг.

**Иодометрический метод определения содержания остаточного хлора в питьевой воде (ГОСТ 18190—72).** Содержание остаточного свободного хлора в воде — 0,3—0,5 мг/дм<sup>3</sup>, после 30-минутного контакта хлора

с водой, большие количества хлора придают воде запах и привкус хлора. Указанные количества свидетельствуют об эпидемической безопасности воды.

**П р и н ц и п м е т о д а.** При окислении иодида калия активным хлором образуется иод, который титруют тиосульфатом натрия.

Озон, нитриты, оксид железа (II) и другие соединения в кислом растворе выделяют иод из иодида калия, поэтому пробы воды подкисляют буферным раствором с рН 4,5.

**Оборудование.** 1. Колбы мерные вместимостью 100, 1000 см<sup>3</sup>. 2. Пипетки вместимостью 5, 10, 25 см<sup>3</sup>. 3. Бюретки вместимостью 25, 50 см<sup>3</sup>. 4. Микробюретки вместимостью 5 см<sup>3</sup>. 5. Колбы конические с шлифованными пробками вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

**Р е а к т и в ы.** 1. Тиосульфат натрия Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> — 0,1 н. раствор. 25 г тиосульфата натрия растворяют в дистиллированной воде, добавляют 0,2 г карбоната натрия Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> и доводят объем до 1 дм<sup>3</sup>.

2. Тиосульфат натрия — 0,01 н. раствор. 100 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора тиосульфата натрия разбавляют дистиллированной водой, добавляют 0,2 г карбоната натрия и доводят раствор до объема 1 дм<sup>3</sup>. 1 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора тиосульфата натрия связывает 1,268 мг иода, что соответствует 0,355 мг хлора.

3. Тиосульфат натрия — 0,001 н. раствор. 10 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора тиосульфата натрия разбавляют дистиллированной водой, добавляют 0,2 г карбоната натрия и доводят раствор до объема 1 дм<sup>3</sup>. 1 см<sup>3</sup> 0,001 н. раствора тиосульфата натрия соответствует 0,0355 мг хлора.

4. Буферный раствор рН 4,5. 102 см<sup>3</sup> 1 М уксусной кислоты (60 г ледяной уксусной кислоты в 1 дм<sup>3</sup> воды) и 98 см<sup>3</sup> 1 М раствора ацетата натрия (136,1 г ацетата натрия CH<sub>3</sub>COONa·3H<sub>2</sub>O в 1 дм<sup>3</sup> воды) наливают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой.

**Х о д о п р е д е л е н и я.** Сначала определяют щелочность исследуемой воды, которую предварительно дехлорируют с помощью тиосульфата натрия (8—10 мг на 500 см<sup>3</sup> воды), а затем в коническую колбу насыпают 500 мг иодида калия, растворяют его в 1—2 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, добавляют буферный раствор в количестве, равном полуторной величине щелочности анализируемой воды, после чего добавляют 250 см<sup>3</sup> анализируемой воды. Выделившийся иод оттитровывают 0,001 н. раствором тиосульфата натрия до появления светло-желтой окраски, затем прибавляют 1 см<sup>3</sup>

0,5% раствора крахмала и титруют до исчезновения синей окраски.

Содержание хлора определяют по формуле:

$$x = \frac{n \cdot K \cdot 0,0355 \cdot 1000}{V} \text{ мг/дм}^3,$$

где  $n$  — объем 0,001 н. раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование,  $\text{см}^3$ ;  $K$  — поправочный коэффициент нормальности раствора тиосульфата натрия; 0,0355 — содержание активного хлора, соответствующее 1  $\text{см}^3$  0,001 н. раствора тиосульфата натрия, мг; 1000 — коэффициент для пересчета в кубические дециметры;  $V$  — объем пробы воды, взятый для анализа,  $\text{см}^3$ .

#### 7.5.2.1. Определение рабочей дозы хлора для хлорирования воды

В полевых условиях применяют два способа хлорирования воды: нормальными дозами хлора, исходя из хлорпотребности воды, и повышенными дозами (перехлорирование).

Потребная доза для хлорирования нормальными дозами складывается из величины хлорпоглощаемости воды и остаточного хлора. Под хлорпоглощаемостью воды понимают такое количество хлора, которое расходуется в процессе хлорирования 1  $\text{дм}^3$  воды в течение 30 мин на окисление органических веществ, легко окисляющихся неорганических веществ (соли  $\text{Fe}^{2+}$  и  $\text{Mn}^{2+}$ ) и соединение с протоплазмой бактериальных клеток. Для обеспечения надежности обеззараживания необходимо, чтобы после хлорирования в воде содержался остаточный хлор в количестве 0,3—0,5  $\text{мг/дм}^3$ . Рабочая доза хлора определяется путем пробного хлорирования.

**Определение рабочей дозы 1% хлорной извести (хлорпоглощаемости) в полевых условиях.** Для этого в 3 стакана помещают по 200  $\text{см}^3$  исследуемой воды, вкладывают в них стеклянные палочки, прибавляют в 1-й стакан 0,1  $\text{см}^3$ , во 2-й — 0,2  $\text{см}^3$  и в 3-й — 0,3  $\text{см}^3$  1% раствора хлорной извести. Содержимое стаканов перемешивают и оставляют стоять 30 мин. Через 30 мин определяют в стаканах количество остаточного активного хлора следующим способом: прибавляют в каждый стакан 5  $\text{см}^3$  5% раствора иодида калия (или 5—10

кристалликов его), 5 см<sup>3</sup> хлороводородной кислоты (1 : 5), 1 см<sup>3</sup> 1% крахмала и тщательно перемешивают.

При наличии остаточного хлора вода окрашивается в синий цвет, тем более интенсивный, чем больше в ней содержится остаточного хлора. Воду в стаканах, где появилось синее окрашивание, титруют 0,01 н. раствором тиосульфата натрия до обесцвечивания.

Содержание остаточного хлора определяют по формуле:

$$x = \frac{n \cdot K \cdot 0,355 \cdot 1000}{V} \text{ мг/дм}^3,$$

где  $n$  — объем 0,01 н. раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>;  $K$  — поправочный коэффициент нормальности раствора тиосульфата натрия; 0,355 — содержание хлора, соответствующее 1 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора тиосульфата натрия; мг; 1000 — коэффициент для пересчета в кубические дециметры;  $V$  — объем пробы воды, взятый для анализа, см<sup>3</sup>.

Для расчета рабочей дозы хлорной извести, необходимой для хлорирования требуемого количества воды, выбирают тот стакан, где остаточный активный хлор содержится в пределах 0,3—0,5 мг/дм<sup>3</sup>.

Пример. В 1-м стакане окрашивания не произошло (остаточного хлора нет). Во 2-м стакане (куда было добавлено 0,2 см<sup>3</sup> 1% хлорной извести) появилась слабая синяя окраска, которая исчезла в результате прибавления 0,1 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора тиосульфата натрия. Следовательно, содержание остаточного хлора во 2-м стакане будет:

$$x = \frac{0,1 \cdot 0,355 \cdot 1000}{200} = 0,18 \text{ мг/дм}^3.$$

т. е. меньше требуемого.

Исчезновение синей окраски в 3-м стакане, в который было добавлено 0,3 см<sup>3</sup> 1% хлорной извести, произошло после прибавления 0,2 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора тиосульфата натрия, что будет соответствовать:

$$x = \frac{0,2 \cdot 0,355 \cdot 1000}{200} = 0,355 \text{ мг/дм}^3.$$

Эта величина отвечает норме (0,3—0,5 мг/дм<sup>3</sup>).

Поэтому для расчета потребной дозы хлорной извести на 1 дм<sup>3</sup> воды берут 3-й стакан и составляют пропорцию:

$$\begin{array}{l} 200 \text{ см}^3 \text{ воды} - 0,3 \text{ см}^3 \text{ 1\% хлорной извести} \\ 1000 \text{ » } \text{ » } - x \text{ » 1\% } \text{ » } \end{array}$$

$$x = \frac{1000 \cdot 0,3}{200} = 1,5 \text{ см}^3 \text{ 1\% хлорной извести.}$$

Можно рассчитать рабочую дозу для сухой хлорной извести. Известно, что  $1 \text{ см}^3$  1% хлорной извести содержит 0,01 г сухой хлорной извести, поэтому в данном примере на  $1 \text{ дм}^3$  воды потребуется:

$1 \text{ см}^3$	1%	хлорной извести	—	0,01	г	сухой извести
$1,5 \text{ »}$	1%	»	»	$x$	»	»

$$x = \frac{1,5 \cdot 0,01}{1} = 0,015 \text{ г.}$$

Если при опытном хлорировании синее окрашивание наступает в 1-м стакане и содержание в нем остаточного активного хлора превышает  $0,3—0,5 \text{ мг/дм}^3$ , то опыт повторяют с меньшими дозами хлорной извести; если же требуемое количество остаточного хлора не обнаруживается ни в одном стакане, то пробное хлорирование производят с добавлением в стаканы большего количества 1% раствора хлорной извести.

**Определение рабочей дозы хлора для хлорирования воды (хлорпоглощаемости воды) на водопроводной станции.** Для хлорирования воды применяют раствор хлорной извести, содержащий в  $1 \text{ см}^3$  1,0 мг активного хлора. После установления процентного содержания активного хлора в 1% растворе хлорной извести готовят рабочий раствор хлорной извести, содержащий в  $1 \text{ см}^3$  1,0 мг активного хлора путем разбавления 1% раствора следующим образом.

Количество исходного 1% раствора хлорной извести ( $x$ ), которое необходимо взять для приготовления требуемого объема ( $V$ ) рабочего раствора, содержащего 1 мг активного хлора в  $1 \text{ см}^3$ , можно рассчитать по формуле:

$$x = \frac{n \cdot 1}{V},$$

где  $n$  — количество активного хлора, содержащегося в  $1 \text{ см}^3$  исходного раствора, мг.

**Пример.** Хлорная известь содержит 25% активного хлора, т. е. 2,5 мг активного хлора в  $1 \text{ см}^3$  (так как  $1 \text{ см}^3$  1% раствора хлорной извести содержит 0,01 г сухой хлорной извести). Составляем пропорцию:

100 г	сухой хлорной извести	—	25 г	активного хлора
0,01 »	»	»	»	»
			$x$	»
			»	»

$$x = \frac{0,01 \cdot 25}{100} = 0,0025 \text{ г (2,5 мг).}$$

Допустим, что для хлорирования воды нужен 1 дм<sup>3</sup> дезинфицирующего раствора:

$$x = \frac{1000 \cdot 1}{2,5} = 400 \text{ см}^3$$

Найденное количество исходного раствора вносят в мерную колбу требуемого объема ( $V$ ) и доводят объем дистиллированной водой до метки.

**Ход определения.** На водопроводной станции берут 5 проб воды в бутылки вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, наливая в каждую 1 дм<sup>3</sup> исследуемой воды, предварительно взболтав ее. Затем в 1-ю бутылку вносят 5 см<sup>3</sup>, во 2-ю — 10 см<sup>3</sup>, в 3-ю — 15 см<sup>3</sup>, в 4-ю — 17,5 см<sup>3</sup>, в 5-ю — 20 см<sup>3</sup> рабочего раствора хлорной извести. Таким образом, количество внесенного в растворе активного хлора составит: 0,5; 1,0; 1,5; 1,75 и 2 мг на 1 дм<sup>3</sup> исследуемой воды. Бутылки закрывают пробками и взбалтывают.

Через 30 мин в каждой бутылке определяют содержание остаточного хлора иодометрическим методом. Рабочей дозой хлорной извести считают дозу, при применении которой в воде через 30 мин содержание остаточного хлора будет в пределах 0,3—0,5 мг/дм<sup>3</sup>.

## 7.6. Исследование сточных вод

**Цель занятия.** Знакомство с методами отбора и анализа сточных вод в лаборатории СЭС.

**Задания.** 1. Отберите пробу сточной воды для исследования. 2. Определите физические и химические свойства взятого образца воды. 3. Оформите протокол лабораторного исследования. 4. Ответьте на контрольные вопросы и решите задачи.

Сточные воды характеризуются непостоянством состава. Изменение состава промышленных сточных вод связано с ходом технологических процессов. К особенностям хозяйственно-фекальных сточных вод относятся: низкая прозрачность, слабощелочная реакция, большое количество взвешенных веществ. Промышленные сточные воды содержат токсичные вещества, имеют специфический запах, различную реакцию и т. д.

Результаты анализа сточной воды будут правильными только в том случае, если проба для анализа отобрана верно. Способ отбора пробы сточной воды зависит от цели, которая ставится в каждом слу-

чае. Необходимо следить, чтобы проба не оказалась случайной.

**Отбор проб.** Однократного взятия проб сточной воды для исследования обычно бывает недостаточно, поэтому проводят отбор средней смешанной пробы (за час, смену, сутки) или же серийных проб по разработанному плану. Определяют суточные максимум и минимум сточных вод и суточное, недельное или годовое изменение качества воды. По ходу технологического процесса проводится взятие согласованных проб в различных местах течения сточной воды.

Различают пробу простую и смешанную. Простая проба получается путем однократного отбора сточной воды. Смешанную пробу получают путем сливания простых проб, взятых в одном и том же месте через определенные промежутки времени или отобранные одновременно в различных местах.

Если в месте отбора имеется непостоянный расход воды, то отбирают среднюю пробу, пропорциональную объему спусковых сточных вод. Пробу отбирают через равные промежутки времени. Для неполного анализа отбирают 1 дм<sup>3</sup> воды, для полного — 2 дм<sup>3</sup>. Обычно воду отбирают в стеклянные бутылки из полиэтилена. Если доступ к воде затруднен, то бутылку прикрепляют к шесту или бутылку с грузом опускают в воду на веревке.

Если в воде присутствует свободный сероводород, то каждую пробу отбирают в отдельный сосуд вместимостью 250 см<sup>3</sup>, в который предварительно наливают 6—10 см<sup>3</sup> раствора ацетата кадмия или 1—2 см<sup>3</sup> 50% раствора гидроксида натрия. Воду следует наливать до пробки, чтобы в сосуде не оставалось пузырьков воздуха.

При спуске сточных вод в водоем нельзя ограничиваться исследованием самих сточных вод, следует анализировать также воду в водоеме выше и ниже впадения в него стока. На месте отбора проб сточной воды составляют акт отбора, где указывают вид и происхождение воды, описывают место отбора, день и час отбора, номера бутылей, данные наблюдения (температура, цвет и т. д.), цель исследования, фамилию, должность лица, отобравшего пробу; ставится его подпись.

**Консервирование проб воды.** Если доставленная в лабораторию проба не может быть исследована в

течение 12 ч, то производят консервирование ее. Пробы, предназначенные для определения физических свойств, взвешенных веществ, БПК, жесткости, щелочности, кислотности, не консервируются. Пробы, предназначенные для определения связанного азота, окисляемости консервируют путем добавления 2 см<sup>3</sup> серной кислоты (1 : 3) на 1 дм<sup>3</sup> воды; для определения взвешенных веществ и сухого остатка — 2 см<sup>3</sup> хлороформа на 1 дм<sup>3</sup> воды; для исследования фенолов — подщелачиванием (5 г щелочи на 1 дм<sup>3</sup> воды).

### 7.6.1. Определение физических свойств

**Температура.** Температуру воды определяют одновременно с отбором пробы ртутным термометром с ценой деления 0,1—0,5° С.

**Прозрачность.** Перед анализом воду перемешивают и наливают в цилиндр Снеллена высотой 30 см, диаметром 2,5 см, градуированный в сантиметрах. Перед исследованием под дно цилиндра кладут хорошо освещенный шрифт на расстоянии 4 см от дна, в цилиндр наливают взболтанную воду и сливают до тех пор, пока рассматриваемые сверху буквы станут хорошо различимы. Опыт повторяют 3 раза и вычисляют среднее значение прозрачности в сантиметрах.

**Цвет (окраска).** Определяют визуально при рассматривании воды в цилиндре сверху на белом фоне при дневном освещении. Для определения цвета измеряют также оптическую плотность фильтрованной сточной воды при различных длинах волн на спектрофотометре или фотоколориметре. Для этого исследуемую воду предварительно профильтровывают, отбрасывая первые порции фильтрата. Оптическую плотность измеряют при толщине слоя 10 см, вторую кювету прибора заполняют дистиллированной водой. Зависимость спектральной области поглощения света от цвета раствора см. в табл. 2.1.

Правила спуска сточных вод в водоем требуют, чтобы вода в водоеме после смешения ее со сточной водой не имела видимой окраски при высоте слоя: 20 см (для централизованного или нецентрализованного хозяйственно-питьевого водоснабжения) и 10 см (для купания, спорта, отдыха). В связи с этим практическое значение имеет определение степени разбав-

ления сточной воды, при которой цвет ее перестанет отличаться от цвета дистиллированной воды.

**Ход определения.** Помещают на лист белой бумаги 3 цилиндра диаметром 20—25 мм из бесцветного стекла. В 1-й цилиндр наливают исследуемую сточную воду (высота слоя 10 см), в 3-й такое же количество дистиллированной воды, во 2-й — такое же количество разбавленной сточной воды, увеличивая каждый раз степень разбавления (1 : 1, 1 : 2, 1 : 3 и т. д.), пока при рассматривании сверху через воду во 2-м и 3-м цилиндрах бумага не будет выглядеть одинаково белой.

Результат выражается порогом разведения (количественно) и описательно (качественно).

**Запах.** Определение проводят при комнатной температуре. Вначале устанавливают характер запаха (гнилостный, хлорный и т. д.), затем определяют его интенсивность по порогу разведения. Количественное определение запаха производится разведением сточной жидкости водой, лишенной запаха, до интенсивности запаха 1—2 балла.

Для этого в колбы помещают исследуемую сточную воду в количестве 5, 10, 25, 50 см<sup>3</sup> и доводят объем до 100 см<sup>3</sup> водой, лишенной запаха. Содержимое колб перемешивают и определяют разведение, при котором запах исчезает, и разведение с интенсивностью запаха 1—2 балла.

**Взвешенные вещества.** Определение проводят с помощью тигля Гуча. На сетчатке дно тигля Гуча помещают фильтр и сушат в сушильном шкафу при температуре 105° С до постоянной массы. Затем тигль помещают в фильтровальную воронку и пропускают через фильтр от 100 до 500 см<sup>3</sup> тщательно взболтанной исследуемой воды в зависимости от содержания в ней веществ. После фильтрации осадок в тигле промывают 2—3 раза водой и вновь высушивают до постоянной массы при температуре 105° С и охлаждают в эксикаторе.

Содержание взвешенных веществ определяют по формуле:

$$x = \frac{(a_1 - a_2) \cdot 1000}{V} \text{ мг/дм}^3,$$

где  $a_1$  — масса тигля после фильтрации, мг;  $a_2$  — масса тигля до фильтрации, мг; 1000 — коэффициент

Рис. 7.4. Цилиндр Лысенко.

для пересчета в кубические дециметры;  $V$  — объем воды, взятый для фильтрации,  $\text{см}^3$

Взвешенные вещества можно определить с помощью цилиндра Лысенко (рис. 7.4.), который заполняют исследуемой водой и после оседания осадка через 15, 30, 60, 120 мин измеряют объем в кубических сантиметрах, затем рассчитывают объем взвешенных веществ (для каждого времени отстаивания):

$$x = \frac{n \cdot 100}{V} \%$$

где  $n$  — объем осадка,  $\text{см}^3$ , 100 коэффициент для пересчета в проценты;  $V$  — объем исследуемой воды,  $\text{см}^3$

#### 7.6.2. Определение химического состава

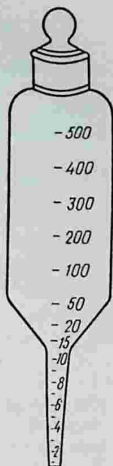
**Кислотность сточных вод** обусловлена содержанием в воде веществ, вступающих в реакцию с едкими щелочами (гидроксид натрия, гидроксид калия). К этим веществам также относятся: сильные кислоты (хлороводородная, азотная и т. д.), слабые кислоты (уксусная, сернистая, угольная кислоты, сероводород), катионы слабых оснований (ионы аммония, железа, алюминия, органических оснований и т. д.). Некоторые промышленные сточные воды содержат большие количества сильных кислот или их кислых солей. Кислотность воды определяют титрованием ее раствором щелочи и выражают в миллимолях в  $1 \text{ дм}^3$ . При наличии сильных кислот лучше применять индикатор метиловый оранжевый (красный), при наличии слабых кислот можно применять фенолфталеин.

**Оборудование.** 1 Конические колбы вместимостью  $250 \text{ см}^3$ . 2. Мерные цилиндры вместимостью  $100\text{--}200 \text{ см}^3$ . 3. Бюретки вместимостью  $50, 100 \text{ см}^3$

**Реактивы.** 1 Гидроксид натрия —  $0,1 \text{ н}$  раствор.  $4 \text{ г}$  гидроксида натрия растворяют в  $1 \text{ дм}^3$  дистиллированной воды.

2. Фенолфталеин  $1\%$  спиртовой раствор.  $1 \text{ г}$  фенолфталеина растворяют в  $50 \text{ см}^3$   $96\%$  этанола и разбавляют в  $50 \text{ см}^3$  дистиллированной воды

3.  $0,1\%$  водный раствор метиловый оранжевый



Ход определения. 100 см<sup>3</sup> воды титруют 0,1 н. раствором щелочи в присутствии индикатора метилового оранжевого (2—3 капли) до исчезновения красной окраски. Если при использовании индикатора метилового оранжевого не появляется красное окрашивание, то используют индикатор фенолфталеина. Для этого к 100 см<sup>3</sup> профильтрованной воды (или меньшему количеству, доведенному до объема 100 см<sup>3</sup> дистиллированной водой) приливают 5—6 капель 1% спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,1 н. раствором гидроксида натрия до не исчезающего розового окрашивания.

Кислотность определяют по формуле:

$$x = \frac{n \cdot K \cdot 0,1 \cdot 1000}{V} \text{ ммоль/дм}^3,$$

где  $n$  — объем 0,1 н. раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>;  $K$  — поправочный коэффициент к титру 0,1 н. раствора гидроксида натрия; 0,1 — титр раствора гидроксида натрия; 1000 — коэффициент для пересчета в кубические дециметры,  $V$  — объем пробы, взятый для определения, см<sup>3</sup>.

**Щелочность сточных вод** обусловлена содержанием в воде веществ, вступающих в реакцию с сильными кислотами, т. е. ионами водорода. К этим веществам относятся: сильные основания (гидроксид натрия, гидроксид калия и т. д.), слабые основания (аммиак, анилин и т. д.), анионы слабых кислот ( $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ,  $\text{HSO}_3^-$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ), анионы гуминовых веществ ( $\text{HS}^-$ ,  $\text{S}^{2-}$ ) и т. д.

Щелочность воды определяют титрованием пробы сильной кислотой в присутствии смешанного индикатора (или метилового оранжевого при титровании слабых оснований сильными кислотами до появления красного окрашивания).

**Оборудование.** 1. Мерные цилиндры. 2. Пипетки. 3. Конические колбы. 4. Бюретки.

**Реактивы.** 1. Хлороводородная кислота — 0,1 н. раствор. 2. Метилоранжевый — 0,1% водный раствор или бромфениловый синий — 0,1% раствор в 20% этаноле или смешанный индикатор: 0,1 г метилового оранжевого и 0,25 г индигокармина растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды. 3. Фенолфталеин — 1% спиртовой раствор.

Ход определения. В колбу наливают 100 см<sup>3</sup> исследуемой воды, приливают 5 капель фенолфталеина, при появлении розовой окраски пробу воды титруют на белом фоне хлороводородной кислотой до обесцвечивания, затем прибавляют 5—6 капель смешанного индикатора и продолжают титрование 0,1 н. раствором хлороводородной кислоты до пере-хода окраски из зеленой в розово-фиолетовую.

Щелочность определяют по формуле:

$$x = \frac{n \cdot K \cdot 1000}{V} \text{ ммоль/дм}^3,$$

где  $n$  — объем 0,1 н. раствора хлороводородной кислоты, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>,  $K$  — поправочный коэффициент раствора кислоты; 1000 — коэффициент для пересчета в кубические дециметры;  $V$  — объем воды, взятый для титрования, см<sup>3</sup>.

#### *7.6.2.1. Определение биохимической потребности в кислороде (БПК<sub>5</sub>)*

Пробы для исследования БПК<sub>5</sub> не консервируют. Исследование проводят в отстоянных или отфильтрованных пробах. Природные воды отстаивают в течение 30 мин, сточные — в течение 2 ч.

**Предварительное разбавление воды.** БПК<sub>5</sub> в сточных водах определяют методом разбавления, что необходимо для полного окисления всех органических веществ.

При исследовании воды с неизвестным БПК<sub>5</sub> рекомендуется ставить опыты с несколькими разведениями (от 1:10 и больше). Для этого в мерную колбу вместимостью 100, 500, 1000 см<sup>3</sup> наливают разбавляющую воду до половины колбы, прибавляют отмеренный объем исследуемой воды (например, 10 см<sup>3</sup>) и доливают до метки разбавляющей водой. Колбу закрывают пробкой и ее содержимое тщательно перемешивают несколько раз. Если требуется большее разведение, то из полученного объема жидкости опять отбирают пипеткой отмеренное количество жидкости и таким же путем разбавляют до объема 1 дм<sup>3</sup> в другой колбе.

Правильность разбавления контролируют следующим образом. После периода инкубации концентрация кислорода в жидкости должна быть не менее

3 мг/дм<sup>3</sup> и потребление кислорода за все время инкубации должно быть также не менее 3 мг/дм<sup>3</sup>.

Оборудование. 1. Слянки с притертыми пробками вместимостью 100, 150, 200 см<sup>3</sup>. 2. Бутыль с припертой или резиновой пробкой вместимостью 2 дм<sup>3</sup>. 3. Пипетки вместимостью 1,5 и 10 см<sup>3</sup>. 4. Пипетки Мора вместимостью 100 см<sup>3</sup>. 5. Цилиндры градуированные на 10, 500 см<sup>3</sup>.

Реактивы. 1. Дистиллированная вода, не содержащая медь, цинк, хлор, хлорамин, органические вещества. Дистиллированную воду, используемую для приготовления разбавляющей воды, насыщают кислородом воздуха и хранят, оберегая от загрязнения, при температуре 20° С.

2. Разбавляющая вода — отстоянная речная или питьевая вода.

3. Насыщенный раствор хлорида марганца.

4. Смесь гидроксида натрия и иодида калия. 32 г NaOH и 10 г KI растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

5. Концентрированная хлороводородная кислота (плотность 1,19).

6. Иодид калия — 10% раствор.

7. Дихромат калия — 0,01 н. раствор.

8. Крахмал — 0,5% раствор.

9. Тиосульфат натрия — 0,01 н. раствор.

10. Хлороводородная кислота (1:3).

Ход определения. Разбавленную сточную воду наливают сифоном в калиброванные склянки вместимостью 150—200 см<sup>3</sup> с притертыми пробками, заполняют их таким образом, чтобы под пробкой не оставалось пузырьков воздуха. Точно также после аэрирования заполняют склянки разбавляющей водой (контроль). Сразу определяют растворенный кислород в одной из склянок с исследуемой водой и в одной из склянок с разбавляющей водой. Остальные склянки, плотно закрытые притертыми пробками, оставляют на 5 сут в термостате при температуре 20° С. Затем определяют растворенный кислород в исследуемой и контрольной пробе.

БК<sub>5</sub> сточной воды рассчитывают по формуле:

$$x = [(A - B) - (a - b)] \cdot p \text{ мг O}_2/\text{дм}^3,$$

где  $(A - B)$  — разность между начальным и конечным содержанием кислорода в разбавленной сточной воде, мг/дм<sup>3</sup>;  $(a - b)$  — разность между начальным и конечным содержанием кислорода в разбавляющей воде, мг/дм<sup>3</sup>;  $p$  — разведение сточной воды.

### 7.6.2.2. Определение сероводорода

В водах открытых водоемов сероводород образуется после израсходования растворенного кислорода на разложение органических веществ. Сероводород присутствует в гниющих водах. Даже самые малые количества сероводорода можно обнаружить по специфическому запаху.

**Принцип метода.** Сероводород окисляют до серы в кислой среде избытком иода. Иод, израсходованный на окисление, определяют по разности между прибавленным количеством и избытком его, который оттитровывают тиосульфатом натрия.

**Оборудование.** 1. Слянка с притертой пробкой. 2. Колба коническая. 3. Пипетки. 4. Сифон.

**Реактивы.** 1. Ацетат кадмия или ацетат цинка — 10% раствор. 2. Гидроксид натрия — 20% раствор. 3. Тиосульфат натрия — 0,01 н. раствор. 4. Крахмал — 0,5% раствор. 5. Хлороводородная кислота (1 : 2). 6. Иодид калия — 0,01 н. раствор.

**Ход определения.** На месте отбора проб слянку с притертой пробкой заполняют до краев исследуемой водой, пипеткой вводят в слянку  $1\text{ см}^3$  10% раствора ацетата кадмия или ацетата цинка и  $0,5\text{ см}^3$  20% раствора гидроксида натрия на каждые  $100\text{ см}^3$  пробы. После этого слянку закрывают пробкой так, чтобы под пробкой не оставалось пузырьков воздуха. Содержимое слянки перемешивают переверачиванием и анализируют не позднее чем через сутки.

В лаборатории слянку с выпавшим на дно осадком смеси гидроксида и сульфида кадмия откупоривают. Сифоном отсасывают приблизительно половину прозрачной надосадочной жидкости. В отдельную слянку приливают  $5\text{--}20\text{ см}^3$  0,01 н. раствора иодида калия,  $10\text{ см}^3$  хлороводородной кислоты; выливают при перемешивании остаток жидкости с осадком из слянки с пробкой и через 5 мин выдерживания в темноте избыток иода оттитровывают 0,01 н. раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски. Затем прибавляют  $1\text{ см}^3$  раствора крахмала и дотитровывают до обесцвечивания.

Параллельно определяют объем тиосульфата натрия, расходуемый на такой же объем раствора иодида

калия (5—20 см<sup>3</sup>), какой был прибавлен к пробе (контроль).

Содержание сероводорода определяют по формуле:

$$x = \frac{(a-b) \cdot 0,17 \cdot 1000}{V} \text{ мг/дм}^3,$$

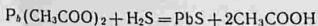
где  $a$  — объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование контрольной пробы, см<sup>3</sup>;  $b$  — объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование исследуемой пробы, см<sup>3</sup>; 0,17 — содержание сероводорода, соответствующее 1 см<sup>3</sup> 0,01 н. раствора иодида калия, мг; 1000 — коэффициент для пересчета в кубические дециметры;  $V$  — объем исследуемой воды, см<sup>3</sup>.

**Проба на загниваемость.** 1 дм<sup>3</sup> нефилтрованной сточной воды наливают во флакон вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и закрывают пробкой. Флакон ставят на 7 дней в темное место при температуре 20° С. По истечении этого срока исследуют запах воды, наличие сероводорода при помощи качественных реакций. Ниже дана методика определения сероводорода с помощью ацетата свинца.

**Оборудование.** 1. Пробирки. 2. Мерный цилиндр. 3. Пипетки.

**Реактивы.** 1. Щелочной раствор ацетата свинца. 25 г сегнетовой соли, 1 г ацетата свинца, 5 г гидроксида натрия растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 100 см<sup>3</sup>. 2. Сегнетова соль — 20% раствор.

**Ход определения.** В пробирку наливают 10 см<sup>3</sup> исследуемой сточной воды, 1 см<sup>3</sup> 20% раствора сегнетовой соли и несколько капель щелочного раствора ацетата свинца. При наличии сероводорода содержимое пробирки приобретает окраску от желто-бурой до черной вследствие образования сульфида свинца:



Определить образовавшийся сероводород можно также с помощью бумажки, смоченной щелочным раствором свинцовой соли, которую зажимают между пробкой и горлышком склянки с исследуемой водой. Изменение окраски бумажки наблюдают через несколько часов.

### 7.6.2.3. Проба на стабильность

Под стабильностью понимают отношение общего запаса кислорода к количеству кислорода, необходимого для покрытия всей биохимической потребности в кислороде исследуемой воды, выраженное в процентах. Стабильность сточных вод определяют по времени обесцвечивания метиленового синего, прибавленного к пробе.

Оборудование. 1. Слянки с притертой пробкой. 2. Пипетки вместимостью 1 см<sup>3</sup>. 3. Термостат.

Реактивы. Метиленовый синий — 0,05% раствор. 5 г краски растворяют в 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Ход определения. В склянку с притертой пробкой вместимостью 150 см<sup>3</sup> наливают доверху исследуемую сточную воду, добавляют 0,4 см<sup>3</sup> 0,05% раствора метиленового синего. Слянку плотно закрывают, помещают в термостат при температуре 20° С. Пробу выдерживают до обесцвечивания краски.

Относительную стабильность сточной воды рассчитывают по формуле:

$$C = 100 \cdot (1 - 0,749 \cdot t) \%,$$

где  $t$  — время, потребовавшееся для обесцвечивания раствора, сут.

Если через 7 сут стояния в термостате при 20° С сточная жидкость сохранит синюю окраску, то считают, что загниваемость ее незначительна, а стабиль-

Таблица 7.9. Стабильность сточной воды

Время, потребовавшееся на обесцвечивание метиленового синего, сут	Стабильность, %	Время, потребовавшееся на обесцвечивание метиленового синего, сут	Стабильность, %
0,5	11	8	84
1	21	9	87
1,5	30	10	90
2	37	11	92
2,5	44	12	94
3	50	13	95
4	60	14	96
5	68	16	97
6	75	18	98
7	80	20	99

ность выше 80%. Такую воду разрешается спускать в водоемы.

Зная время в днях, потребовавшееся для обесцвечивания метиленового синего, можно определить стабильность воды в процентах по табл. 7.9.

### Контрольные вопросы и задачи

1. Как устанавливается пригодность источника для хозяйственно-питьевого водоснабжения?

2. Каким требованиям должны отвечать пресноводные подземные и поверхностные источники водоснабжения?

3. В каком порядке выбирают источники централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения с учетом их санитарной надежности?

4. Какова программа изучения источников водоснабжения (подземных и поверхностных)?

5. Перечислите гигиенические требования к питьевой воде, подаваемой централизованными системами хозяйственно-питьевого водоснабжения. Как влияет химический состав воды на состояние здоровья населения?

6. Как осуществляется отбор проб воды для физико-химического анализа? Как оформляется сопровождающий документ?

7. Как хранятся, транспортируются, консервируются пробы воды?

8. Как производится определение физических и органолептических свойств воды? Что такое балльная система оценки вкуса и запаха?

9. Каково гигиеническое значение определения органолептических показателей воды?

10. Как определяются прозрачность, цветность, мутность воды?

11. Как определяется сухой остаток и каково гигиеническое значение этого показателя?

12. Что такое pH? На каком принципе основано определение pH?

13. Какие известны виды жесткости воды? Каковы гигиеническое значение жесткости воды, способы ее устранения?

14. Каковы принцип метода и ход определения общей жесткости? Напишите формулу расчета.

15. Что такое щелочность воды? Чем она обусловлена? Каковы принцип метода и ход определения щелочности воды? Напишите формулу расчета.

16. Каково гигиеническое значение определения азотсодержащих веществ в воде? Каковы нормы содержания их в воде?

17. Как проводится качественное и количественное определение азота аммонийных солей в воде?

18. На каком принципе основана работа ФЭК?

19. Как проводится качественное и количественное определение азота нитритов и нитратов в воде?

20. Каково гигиеническое значение определения растворенного в воде кислорода? Каковы принцип и ход его определения? Напишите формулу расчета.

21. Каково гигиеническое значение определения БПК? Принцип и ход определения БПК? Напишите формулу расчета.

22. Каково гигиеническое значение окисляемости воды?

Каковы принцип метода и ход определения окисляемости воды? Напишите формулу расчета.

23. Как устанавливается титр перманганата калия?

24. Каково гигиеническое значение определения хлоридов? Каковы принцип метода и ход определения хлоридов? Напишите формулу расчета.

25. Каково гигиеническое значение определения сульфатов в воде? Как производится качественное и количественное определение сульфатов в воде?

26. Каково гигиеническое значение определения железа в воде? На каком принципе основано определение железа? Как осуществляется качественное и количественное определение железа в воде?

27. Как осуществляется хлорирование воды на водопроводной станции?

28. С какой целью коагулируется вода? Перечислите применяемые коагулянты.

29. Как производится выбор оптимальной дозы коагулянта?

30. Напишите формулу хлорной извести. От чего зависит эффективность хлорирования воды?

31. Каковы принцип метода и ход определения активного хлора в хлорной извести? Напишите формулу расчета активного хлора в хлорной извести? (в навеске 3,55 г на 1 дм<sup>3</sup> воды и в 1% растворе).

32. Каково гигиеническое значение определения остаточного хлора в водопроводной воде? Каковы принцип метода и ход определения остаточного хлора в водопроводной воде?

33. Как производится выбор дозы хлора для хлорирования воды нормальными дозами? В полевых условиях (пробное хлорирование)?

34. Что следует предпринять в случае отсутствия синего окрашивания во всех трех стаканах?

35. Как определяется рабочая доза хлорной извести для хлорирования воды на водопроводной станции?

36. С какой целью исследуются сточные воды? Каков порядок отбора проб для исследования?

37. Как производится консервирование пробы?

38. Как определяются физические свойства сточных вод (температура, прозрачность, цвет, запах, взвешенные вещества)?

39. Чем обусловлена кислотность и щелочность сточных вод? Как они определяются?

40. Каково гигиеническое значение определения сероводорода? Перечислите методы его определения.

41. Что такое проба на стабильность?

42. При каких условиях сточную воду разрешается спускать в водоем?

43. Какие показатели свидетельствуют о загрязнении воды органическими веществами?

44. При определении цветности воды ее окраска совпала с 5-м цилиндром хромовокобальтовой шкалы. Какова цветность воды и соответствует ли она требованиям ГОСТа?

45. Проектируется строительство водопроводной станции с забором воды из реки на расстоянии 30 км от поселка вниз по течению. Анализ речной воды в предполагаемом месте забора следующий: запах и привкус — 2 балла; сухой остаток — 1000 мг/дм<sup>3</sup>; сульфаты — 50 мг/дм<sup>3</sup>, хлориды — 20 мг/дм<sup>3</sup>; общая

жесткость —  $1,4$  ммоль/дм<sup>3</sup>; содержание солей тяжелых металлов соответствует ПДК; коли-индекс — 8000. Оцените качество речной воды. Перечислите способы обработки воды.

46. Оцените качество артезианской воды, предлагаемой для водоснабжения больницы: запах — 2 балла; вкус — 2 балла; мутность —  $0,5$  мг/дм<sup>3</sup>, общая жесткость —  $2,0$  ммоль/дм<sup>3</sup>; железо —  $0,3$  мг/дм<sup>3</sup>, фтор —  $1,2$  мг/дм<sup>3</sup>; микробное число — 80; коли-индекс — 3.

47. Дайте гигиеническую оценку органолептическим свойствам воды из шахтного колодца: прозрачность — более 30 см; цветность — 30°; запах и вкус — землястые, 2 балла.

48. Оцените качество хлорирования воды на водопроводной станции: микробное число — 50 в 1 см<sup>3</sup>; коли-индекс — 2; остаточный хлор —  $0,7$  мг/дм<sup>3</sup>; запах — хлорный, 1 балл. Дайте заключение о возможности использования воды.

49. Содержание сухого остатка в пробе воды 2000 мг/дм<sup>3</sup>. Как отразится этот показатель на органолептических свойствах воды?

50. Остаточный хлор после перехлорирования воды в полевых условиях составил  $1,6$  мг/дм<sup>3</sup>. Как сделать эту воду пригодной для питья?

51. Какое эндемическое заболевание может вызвать у человека употребление в течение продолжительного времени воды, содержащей  $4$  мг/дм<sup>3</sup> фтора?

52. В воде скважины, пробуренной в солончаковой почве, содержание хлоридов составило  $450$  мг/дм<sup>3</sup>. Какие органолептические свойства имеет эта вода и можно ли их улучшить?

53. Для определения хлоридов в воде на титрование  $100$  см<sup>3</sup> пошло  $4,8$  см<sup>3</sup> нитрата серебра, каждый кубический сантиметр которого соответствует  $1$  мг хлор-иона. Рассчитайте содержание хлоридов в воде, сопоставьте с гигиеническими нормами.

54. Содержание растворенного кислорода в пробе № 1 из водоема —  $9$  мг/дм<sup>3</sup>, в пробе № 2 —  $3$  мг/дм<sup>3</sup>. Стабильность какой воды выше?

55. При определении БПК<sub>5</sub> в день отбора на титрование  $100$  см<sup>3</sup> воды израсходовано  $14$  см<sup>3</sup>  $0,01$  н. раствора тиосульфата натрия, через 5 сут —  $8$  см<sup>3</sup>. Рассчитайте БПК<sub>5</sub>, сопоставьте с гигиеническими нормами.

56. На титрование  $10$  см<sup>3</sup> раствора хлорной извести (навеска  $3,55$  на  $1$  дм<sup>3</sup>) израсходовано  $14,5$  см<sup>3</sup>  $0,01$  н. раствора тиосульфата натрия. Определите содержание активного хлора в хлорной извести и дайте заключение о пригодности данного образца для хлорирования воды.

57. При пробном хлорировании на титрование  $200$  см<sup>3</sup> воды во 2-м стакане (добавлено  $0,1$  см<sup>3</sup>  $1\%$  раствора хлорной извести) израсходовано  $0,2$  см<sup>3</sup>  $0,01$  н. раствора тиосульфата натрия. Сколько потребуются  $1\%$  раствора хлорной извести для обеззараживания  $1000$  дм<sup>3</sup> воды?

58. При определении окисляемости  $100$  см<sup>3</sup> водопроводной воды на обратное титрование пошло  $3,5$  см<sup>3</sup>  $0,01$  н. раствора перманганата калия ( $K=1,0$ ). Рассчитайте окисляемость воды, сопоставьте с гигиеническими нормами.

59. Окисляемость воды из открытого водоема составила  $30$  мг/дм<sup>3</sup>. Будет ли БПК<sub>5</sub> этой воды в пределах нормы?

## ГИГИЕНИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА ЖИЛИЩА

**Цель занятий.** Освоить методы гигиенического исследования жилых и общественных помещений.

**Задания.** 1. Заполните карту санитарного обследования квартиры. 2. Определите световой коэффициент в лаборатории. 3. Определите углы падения и отверстия на своем рабочем месте. 4. Определите освещенность, коэффициент естественной освещенности на своем рабочем месте. 5. Оформите протокол лабораторного исследования. 6. Ответьте на контрольные вопросы и решите задачи.

Для определения качества жилой среды разработаны гигиенические нормы допустимых уровней загрязнения воздуха, шума, инсоляции и микроклимата. Основной чертой всех неблагоприятных воздействий жилой среды на здоровье человека являются их комплексность и синергизм, они вызывают такие неспецифические нарушения здоровья, как общее недомогание, снижение работоспособности, повышение общей заболеваемости.

Санитарное обследование жилых помещений проводится в порядке текущего или предупредительного санитарного надзора и состоит из двух частей: санитарно-описательной и лабораторно-экспериментальной. Для изучения санитарного состояния жилых и общественных зданий применяют карты санитарного обследования. Экспериментальным путем определяют температурный режим помещения, эффективность отопления, влажность воздуха и сырость стен, скорость движения воздуха и эффективность вентиляции, освещенность и т. д.

Полученные данные сравнивают с гигиеническими нормами, дают заключение о санитарном состоянии помещения и предложения по санитарному улучшению объекта.

### 8.1. Гигиеническая оценка естественного и искусственного освещения

Интенсивность естественного освещения определяется при помощи люксметров, на основании измерения светового коэффициента (СК), углов освещения, коэффициента естественной освещенности (КЕО).

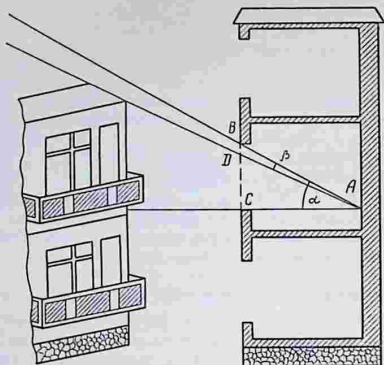


Рис. 8.1. Определение угла падения и угла отверстия.

**Определение светового коэффициента.** СК — это отношение площади застекленной части окон к площади пола. В жилых комнатах СК должен быть не менее  $\frac{1}{8}$ — $\frac{1}{10}$ , в детских учреждениях, больничных палатах —  $\frac{1}{5}$ — $\frac{1}{6}$ , в школьных классах  $\frac{1}{4}$ — $\frac{1}{5}$ .

Выражается СК простой дробью, числитель которой — величина остекленной поверхности; знаменатель — площадь пола. Числитель дроби приводится к 1, для этого и числитель и знаменатель делят на величину числителя.

Оценка естественного освещения по СК не учитывает многих моментов (например, затемнение окон противостоящими зданиями, форму и ширину окон и т. д.).

**Определение углов освещения.** Угол падения показывает, под каким углом падают лучи света на рабочую горизонтальную поверхность. Он должен быть не менее  $27^\circ$ . Угол падения ( $\alpha$ ) образуется двумя линиями, исходящими из точки измерения. Одна линия — горизонтальная — идет от точки измерения к нижнему краю оконной рамы, другая линия — из той же точки к верхнему краю окна (рис. 8.1). Величина угла зависит от высоты окна и места определения: по мере удаления от окна в глубь комнаты угол падения будет уменьшаться и освещенность будет ухудшаться.

Для определения угла падения измеряют расстояние от точки наблюдения до окна и высоту окна (т. е. два катета). По отношению противолежащего катета к прилежащему находят тангенс угла падения:

$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{BC}{AC}$$

Затем по табл. 8.1 определяют величину угла.

Таблица 8.1. Натуральные значения тангенсов

$\alpha$	$\operatorname{tg} \alpha$	$\alpha$	$\operatorname{tg} \alpha$	$\alpha$	$\operatorname{tg} \alpha$
1	0,017	16	0,287	31	0,601
2	0,035	17	0,306	32	0,625
3	0,052	18	0,325	33	0,649
4	0,070	19	0,344	34	0,675
5	0,087	20	0,364	35	0,700
6	0,105	21	0,384	36	0,727
7	0,123	22	0,404	37	0,754
8	0,141	23	0,424	38	0,781
9	0,158	24	0,445	39	0,810
10	0,176	25	0,466	40	0,839
11	0,194	26	0,488	41	0,869
12	0,213	27	0,510	42	0,900
13	0,231	28	0,532	43	0,933
14	0,249	29	0,554	44	0,966
15	0,268	30	0,577	45	1,000

Пример. Расстояние от рабочего места до окна 3 м. Высота окна 1,6 м. Определите угол падения

Решение.  $\operatorname{tg} \alpha = \frac{1,6}{3,0}$

$$\operatorname{tg} \alpha = 0,53$$

$$\alpha = 28^\circ$$

Угол отверстия дает представление о величине небесного свода, непосредственно освещающего исследуемое место. Он должен быть не менее  $5^\circ$ .

Угол отверстия ( $\beta$ ) образуется двумя линиями, из которых верхняя идет от места определения к верхнему краю окна, а нижняя — от точки наблюдения к высшей точке противоположного здания, дерева и т. п. (см. рис. 8.1). Этот угол уменьшается по мере удаления от окна, зависит он также от этажа здания.

Для определения угла отверстия проводят мысленно прямую линию от поверхности стола к высшей точке противолежащего дома и отмечают на окне точку,

через которую она проходит. Измеряют расстояние от точки исследования до окна по горизонтали (CA) и высоту окна до точки пересечения с верхней линией, направленной к верхней точке затеняющего предмета (CD). Затем определяют величину угла DAC. Угол отверстия будет равен разности углов BAC ( $\alpha$ ) и DAC.

Пример. Расстояние от рабочего места до окна 3 м. Высота окна до пересечения с линией, направленной к верхней точке затеняющего предмета (CD), равна 1,2 м. Угол падения  $28^\circ$ . Определите угол отверстия.

$$\text{Решение } \operatorname{tg} DAC = \frac{1,2}{3,0}$$

$$\operatorname{tg} DAC = 0,40$$

$$DAC = 22^\circ$$

Угол отверстия (BAD) равен:  $28^\circ - 22^\circ = 6^\circ$

### 8.2.1. Определение освещенности

Международная система единиц освещенности представлена в табл. 8.2. Освещенность определяют с помощью специальных приборов, называемых люксметрами. Если определение производится днем, то вначале следует определить освещенность, создаваемую смешанным освещением (естественным и искусственным), а затем при выключенном искусственном освещении. Разность между полученными данными составит величину освещенности, создаваемую искусственным освещением.

**Люксметр Ю 116.** Прибор предназначен для измерения освещенности, создаваемой лампами накаливания и естественным светом. Люксметр состоит из измерителя и фотоэлемента с насадками (рис. 8.2). На передней панели измерителя имеются кнопки переключателя и табличка со схемой, указывающая действие кнопок и используемых насадок с диапазонами измерений. Измеритель магнитоэлектрической системы имеет две шкалы 0—100 и 0—30. Начало диапазона измерений отмечено точками: на шкале 0—100 точка находится над цифрой 20; на шкале 0—30 точка находится над цифрой 5. Прибор имеет корректор для установки стрелки в нулевое положение. На боковой стенке корпуса измерителя расположена вилка для присоединения селенового фотоэлемента. Для уменьшения косинусной погрешности применяется насадка на фотоэлемент, состоящая из полусферы, выполненной из белой светорассеивающей пластмассы и непрозрачного пластмассового кольца. Насад-

Таблица 8.2. Международная система единиц освещенности

Величина наименование	наименование	Единица		определение
		обозначение		
		международное	русское	
Световой поток	Люмен	lm	лм	Люмен равен световому потоку, испускаемому точечным источником в телесном угле 1 Sr при силе света 1 cd
Световая энергия	Люмен-секунда	lm·s	лм·с	Люмен-секунда равна световой энергии светового потока в 1 lm, действующего в течение 1 s
Яркость	Кандела на квадратный метр	cd/m <sup>2</sup>	кд/м <sup>2</sup>	Кандела на квадратный метр равна яркости светящейся поверхности площадью 1 m <sup>2</sup> при силе света 1 cd
Светимость	Люмен на квадратный метр	lm/m <sup>2</sup>	лм/м <sup>2</sup>	Люмен на квадратный метр равен светимости площадью 1 m <sup>2</sup> , испускающей световой поток 1 lm
Освещенность	Люкс	lx	лк	Люкс равен освещенности поверхности площадью 1 m <sup>2</sup> при падающем на нее световом потоке 1 lm
Световая экспозиция	Люкс-секунда	lx·s	лк·с	Люкс-секунда равна световой экспозиции со- здаваемой за время 1 s при освещенности 1 lx

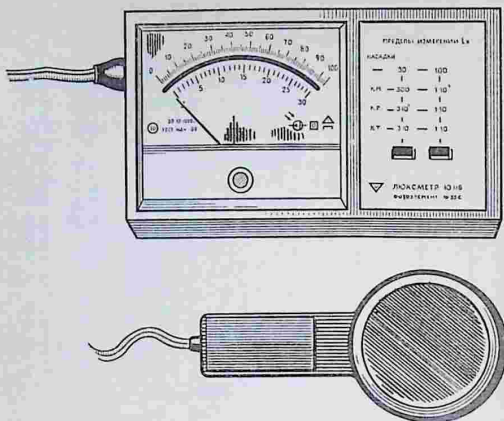


Рис. 8.2. Люксметр Ю 116.

ка обозначена буквой К, нанесенной на ее внутреннюю сторону. Эта насадка применяется совместно с одной из трех других насадок, имеющих обозначение М, Р, Т. Каждая из насадок применяется для расширения диапазонов измерений (10, 100, 1000).

Если люксметр с холодного воздуха внесен в теплое помещение, то не следует открывать крышку футляра в течение 2—3 ч. Перед измерением устанавливают измеритель люксметра и фотоземлет в горизонтальное положение. Для того чтобы проверить, находится ли стрелка прибора на нулевом делении шкалы, фотоземлет отсоединяют от измерителя люксметра

Для отсчета значения измеряемой освещенности против нажатой кнопки определяют выбранное с помощью насадок (или без насадок) наибольшее значение диапазона измерения. При нажатой правой кнопке, против которой нанесены наибольшие значения диапазонов измерений, кратные 10, следует пользоваться для отсчета показаний шкалой 0—100.

При нажатой левой кнопке, против которой нанесены наибольшие значения диапазонов измерений, кратные 30, следует пользоваться шкалой 0—30. Показания прибора в делениях по соответствующей шкале умножают на коэффициент, указанный на насадках М, Р, Т.

**Пример.** На фотоземлете установлены насадки К, Р; нажата левая кнопка, стрелка показывает 10 делений по

шкале 0—30. Измеряемая освещенность равна  $10 \cdot 100 = 1000$  лк. Если величина измеряемой освещенности неизвестна, то измерение следует начинать с установки на фотоэлемент насадок КТ.

### 8.2.1.1. Определение коэффициента естественной освещенности

КЕО представляет собой процентное отношение освещенности точки внутри помещения ( $E_n$ ) к одновременной освещенности наружной точки ( $E_n$ ), находящейся на той же горизонтальной плоскости и освещенной рассеянным светом всего небосвода.

$$\text{КЕО} = \frac{E_n \cdot 100}{E_n}$$

**Определение минимального значения КЕО.** Минимальное значение КЕО нормируется для наиболее удаленных от окон точек помещения при одностороннем боковом освещении. Определяют освещенность в жилых помещениях на полу или высоте 0,8 м от пола. Одновременно измеряют освещенность рассеянным светом под открытым небом. КЕО рассчитывают по выше приведенной формуле и сопоставляют с нормативными значениями.

**Определение среднего значения КЕО.** Среднее значение КЕО нормируется в помещениях с верхним комбинированным освещением. В помещении определяют освещенность в 5 точках на высоте 1,5 м над полом и одновременно определяют освещенность под открытым небом (с защитой от прямых солнечных лучей). Затем рассчитывают КЕО для каждой точки. Среднее значение КЕО рассчитывают по формуле:

$$\text{КЕО}_{\text{ср}} = \frac{\frac{\text{КЕО}_1}{2} + \text{КЕО}_2 + \text{КЕО}_3 + \text{КЕО}_4 + \frac{\text{КЕО}_5}{2}}{n - 1}$$

где  $\text{КЕО}_1, \text{КЕО}_2 \dots \text{КЕО}_5$  — значение КЕО в различных точках;  $n$  — количество точек измерения.

### 8.2.1.2. Ориентировочный метод определения искусственного освещения

Количественная оценка искусственного освещения может производиться по методу «ватт». По этому ме-

тому подсчитывают число ламп в помещении с площадью не более  $50 \text{ м}^2$  и суммируют их мощность. Полученную величину делят на площадь помещения и получают удельную мощность ламп в ваттах на  $1 \text{ м}^2$  ( $P$ ).

Освещенность ( $E$ ) рассчитывают по формуле:

$$E = P \cdot e,$$

где  $P$  — удельная мощность светильников,  $\text{Вт}/\text{м}^2$ ;  $e$  — коэффициент, показывающий, какому количеству люксов соответствует удельная мощность (табл. 8.3).

Таблица 8.3. Значения коэффициента  $e$

Мощность ламп, Вт	Коэффициент при напряжении в сети, В	
	110, 120, 127	220
До 110	2,4	2,0
100 и выше	3,2	2,5

Пример. Площадь комнаты  $40 \text{ м}^2$ , освещение — 4 лампы мощностью 100 Вт, напряжение в сети — 220 В. Определите освещенность.

$$\text{Решение. } P = \frac{4 \cdot 100}{40} = 10 \text{ Вт}/\text{м}^2$$

$$E = 10 \text{ Вт}/\text{м}^2 \cdot 2,5$$

$$E = 25 \text{ лк}$$

#### Контрольные вопросы и задачи

1. Каково санитарно-гигиеническое значение жилища?
2. Как осуществляется санитарное обследование жилых помещений?
3. Что такое СК? Какие значения СК считаются нормальными? Как определяется СК?
4. Что такое угол падения и угол отверстия? Каковы нормальные значения углов освещения? Как они определяются?
5. Как проводится определение освещенности люксметром? Какие существуют нормы освещенности для класса и жилой комнаты? От каких факторов зависит уровень освещенности в помещении?
6. Дайте определение единицам люмен, люкс.
7. Что такое КЕО? Какие значения КЕО считаются нормальными для жилой комнаты и класса? Как определяются КЕО и его среднее значение.

8. Как определить искусственное освещение ориентировочным методом?

9. Освещенность в помещении 100 лк, вне помещения — 2000 лк. Рассчитайте КЕО, достаточен ли он для жилой комнаты, учебной аудитории?

10. Площадь класса 50 м<sup>2</sup>. Класс освещается 8 светильниками с лампами накаливания мощностью 200 Вт. Напряжение в сети 220 В ( $e=2,5$ ). Рассчитайте ориентировочную освещенность в классе методом «ватт» и дайте гигиеническую оценку.

11. В помещении два окна. Площадь застекленной части окна 1,8 м<sup>2</sup>; площадь пола 16 м<sup>2</sup>. Вычислите СК. Достаточен ли он для жилой комнаты, больничной палаты, аудитории?

## Глава 9

### ИССЛЕДОВАНИЕ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

#### 9.1. Стандартизация пищевых продуктов в СССР

**Цель занятий.** Знакомство со стандартизацией пищевых продуктов в СССР, порядком проведения санитарной экспертизы пищевых продуктов, отбором образцов для лабораторного исследования, сроками исследования и хранения образцов, оформлением лабораторной документации.

**Задания.** 1. Ознакомьтесь со стандартами на пищевые продукты. 2. Ознакомьтесь с лабораторной документацией. 3. Ответьте на контрольные вопросы.

Основной задачей стандартизации в области производства пищевых продуктов является обеспечение населения доброкачественными продуктами питания.

Система стандартов включает: государственные общесоюзные стандарты — ГОСТы, республиканские — РСТы, отраслевые — ОСТы, технические условия — ТУ. ГОСТы регламентируют наиболее общие требования к качеству выпускаемой продукции. Республиканские и отраслевые стандарты регламентируют требования к конкретным видам продукции и технологическим процессам на базе общих требований ГОСТа.

Работники лабораторной службы должны пользоваться официальными материалами, которые регламентируют методы исследования и показатели качества пищевых продуктов. Государственные стандарты устанавливают методику отбора проб для исследований, методику проведения исследования, требования к качеству продукции, транспортировке, хранению и реализации.

## 9.2. Санитарная экспертиза пищевых продуктов

Санитарная экспертиза пищевых продуктов является компетенцией органов санитарно-эпидемиологической службы. Плановая экспертиза проводится согласно намеченному плану, внеплановая — внезапно, как правило, при подозрении на загрязнение.

При проведении экспертизы пищевых продуктов руководствуются инструкцией «О порядке проведения гигиенической экспертизы пищевых продуктов в учреждениях санитарно-эпидемиологической службы» № 2255—80, утвержденной Минздравом СССР 30.09.

Приступая к гигиенической экспертизе партии продуктов (продукты одного наименования, выпущенные одной сменой при соблюдении одинаковых технологических условий и имеющие одно качественное удостоверение), следует прежде всего ознакомиться с документами, характеризующими партию: транспортные накладные, качественные удостоверения (сертификаты), ветеринарно-санитарные свидетельства, счета-фактуры поставщика, ГОСТы, технические условия на данный продукт, протоколы лабораторных исследований и др. При отсутствии документов на партию продуктов экспертиза не проводится.

Затем производится осмотр партии. При этом нужно обратить внимание на порядок и условия хранения продукта на складе. Также важно выяснить состояние тары — нет ли повреждений, деформации, загрязнения, следов вскрытия. Следует ознакомиться с маркировкой и имеющимися предупредительными надписями на таре. Все выявленные дефекты и предупредительные надписи на таре отражаются в акте экспертизы.

После внешнего осмотра партии приступают к вскрытию упакованных продуктов. Если партия состоит всего лишь из нескольких мест (по 5 единиц упаковок), то они вскрываются все. При отсутствии указаний вскрывают 5—10% мест из партии, а в нужных случаях и больше, в зависимости от конкретных задач экспертизы и качества партии. Продукты, находящиеся в таре, имеющей какие-либо внешние дефекты или загрязненной, осматриваются особо тщательно, при этом в зависимости от вида повреждения и качества продуктов могут быть вскрыты все поврежденные единицы упаковок.

После вскрытия тары производится органолептиче-

ское исследование качества продуктов: определяются внешний вид, консистенция, цвет, запах. Вкус определяется лишь при отсутствии подозрений на недоброкачественность, химическое и бактериальное загрязнение продуктов.

При органолептическом исследовании продуктов устанавливаются признаки порчи, загрязнения продукта, нарушения технологии, наличие амбарных вредителей, постороннего запаха, изменение вкуса и др. Определение запаха следует проводить при комнатной температуре с предварительным подогревом или оттаиванием продуктов. Определение запаха мяса в глубоких слоях проводится пробой «на нож» или «на шпильку». Определение вкуса рекомендуется проводить при температуре продукта 20—45° С. Определение запаха и вкуса проводится методом закрытой дегустации с участием не менее 3 человек.

О результатах осмотра партии должен быть составлен акт, в котором указываются: место и время составления акта; имя, отчество и фамилия эксперта, а также других лиц, участвующих в экспертизе; повод для гигиенической экспертизы; общие данные о партии (происхождение, размеры партии, состояние тары, наличие сопроводительных документов, даты отгрузки и прибытия партии продуктов и др.); результаты осмотра продуктов (условия хранения, количество вскрытых мест, данные органолептического исследования и др.); данные об отборе образцов для лабораторного исследования (если производится отбор проб); заключение о продукте и условиях его использования, если последнее разрешено без лабораторного исследования.

Методы, применяемые для исследований образцов, определяются целями и характером исследований. Они могут быть химическими или одновременно сочетаться с бактериологическими (когда устанавливается обсемененность продукта) или биологическими (для установления степени токсичности продукта).

### 9.3. Оформление результатов лабораторных исследований образцов пищевых продуктов

Оформление результатов лабораторного исследования продуктов должно производиться в виде протокола утвержденной формы.

Протокол состоит из трех частей: описательной, результативной и заключительной. В описательной части указываются: название и время поступления образца в лабораторию; вид и характер упаковки; кто, когда, откуда произвел выемку (по данным сопроводительного документа); масса (или количество экземпляров) каждого образца и описание его органолептических свойств.

В результативной части приводятся данные физико-химического и бактериологического исследований. Результаты исследований в протоколе подписываются лицами, производившими данное исследование.

В заключении дается оценка свойств, качества исследуемого образца и пригодности его для питания. Заключение на образец подписывается заведующим лабораторией или врачом отдела гигиены питания.

Протокол и заключение лаборатории относятся только к образцу и не являются заключением о качестве партии. Решают вопрос о качестве партии, ее пригодности для пищевых целей санитарный врач, проводящий экспертизу, и главный врач СЭС, выносящий постановление.

### Контрольные вопросы

1. Каковы цели стандартизации пищевых продуктов?
2. Что такое стандарт? Что такое ГОСТ, ОСТ, ТУ, РСТ?
3. Каковы задачи санитарной экспертизы и порядок ее проведения?
4. Какими методами исследуются пищевые продукты?
5. Каков порядок отбора образцов для лабораторного исследования?
6. Как оформляются результаты лабораторных исследований образцов?

#### 9.4. Исследование мяса и мясных продуктов

**Цель занятий.** Освоить методы санитарной экспертизы пищевых продуктов животного происхождения.

**Задания.** 1. Ознакомьтесь с правилами отбора проб пищевых продуктов животного происхождения, оформлением акта отбора проб пищевых продуктов. 2. Проведите органолептическое исследование предложенных образцов пищевых продуктов. 3. Исследуйте физико-химические свойства образцов. 4. Оформите протокол исследования проб пищевых продуктов. 5. Ответьте на контрольные вопросы и решите задачи.

**Отбор проб.** Для исследования отбирают от мясной туши или ее части пробы целым куском массой не менее 200 г из следующих мест: у зареза, против IV и V шейных позвонков; в области лопатки; в области бедра и толстых частей мышц. Каждый отобранный образец упаковывают в пергамент, целлюлозную пленку или пищевую полиэтиленовую пленку. На пергаменте обозначают наименование ткани или органа и номер туши, присвоенный при приемке. Образцы, отобранные от одной туши, упаковывают вместе в бумажный пакет и укладывают в металлический закрывающийся ящик. Ящик опечатывают и пломбируют.

Образцы сопровождают в лабораторию документом с обозначением: даты и места отбора образцов; вида скота: номера туши, присвоенного при выемке; причины и цели испытания; подписи отправителя.

#### 9.4.1. Органолептическая оценка

**Определение внешнего вида и цвета.** Вид и цвет мышц на разрезе определяют в глубинных слоях мышечной ткани на свежем разрезе мяса. При этом устанавливают наличие липкости путем ошупывания и увлажненность поверхности мяса на разрезе путем приложения к разрезу кусочка фильтровальной бумаги.

**Определение консистенции.** На свежем разрезе туши или испытуемого образца легким надавливанием пальца образуют ямку и следят за ее выравниванием.

**Определение запаха.** Органолептически устанавливают запах поверхностного слоя туши или испытуемого образца. Затем чистым ножом делают разрез и сразу определяют запах в глубинных слоях. При этом особое внимание обращают на запах мышечной ткани, прилегающей к кости.

**Определение состояния жира.** Определяют в момент отбора образцов, устанавливают цвет, запах и консистенцию.

**Определение состояния сухожилий.** Определяют в туше в момент отбора образцов. Ошупыванием сухожилий устанавливают их упругость, плотность и состояние суставных поверхностей.

**Определение прозрачности и аромата бульона.** Подготовка к определению. Для получения

Таблица 9.1. Признаки свежего мяса

Наименование показателя	Характерный признак мяса или субпродуктов		
	свежих	сомнительной свежести	несвежих
Внешний вид и цвет поверхности туши	Имеет корочку подсыхания бледно-розового или бледно-красного цвета, у размороженных туш красного цвета, жир мягкий, частично окрашен в ярко-красный цвет	Местами увлажнена, слегка липкая потемневшая	Сильно подсыхающая, покрытая слизью серовато-коричневого цвета или плесенью
Мышцы на разрезе	Слегка влажные, не оставляют влажного пятна на фильтровальной бумаге; цвет, свойственный данному виду мяса для говядины от светло-красного до темного, для баранины от красного до красно-вишневого; для свинины от светло-розового до красного, для ягнятины розовый	Влажные, оставляют влажное пятно на фильтровальной бумаге, слегка липкие, темнокрасного цвета Для размороженного мяса с поверхности разреза стекает мясной сок, слегка мутноватый	Влажные, оставляют влажное пятно на фильтровальной бумаге, липкие, красно-коричневого цвета. Для размороженного мяса: с поверхности разреза стекает мутный мясной сок
Консистенция	На разрезе мясо плотное, упругое; образующаяся при надавливании пальцем ямка быстро выравнивается	На разрезе мясо менее плотное и менее упругое; образующаяся при надавливании пальцем ямка выравнивается медленно (в течение 1 мин), жир мягкий; у размороженного мяса жир разрыхлен	На разрезе мясо дряблое; образующаяся при надавливании пальцем ямка не выравнивается, жир мягкий; у размороженного мяса жир рыхлый, осадившийся

Наименование показателя	Характерный признак мяса или субпродуктов		
	свежих	сомнительной свежести	несвежих
Запах	Специфический, свойственный каждому виду свежего мяса	Слегка кислотавый или с оттенком затхлости	Кислый или затхлый, или слабонилостный
Состояние жира	Говяжьего имеет белый, желтоватый или желтый цвет, консистенция твердая при раздавливании крошится, свиного белый или бледно-розовый цвет, мягкий, эластичный, бараньего белый цвет, консистенция плотная Жир не должен иметь запаха осаливания или прогоркания	Имеет серовато-матовый оттенок, слегка липнет к пальцам, может иметь легкий запах осаливания Сухожилия менее плотные, матово-белого цвета Суставные поверхности слегка покрыты слизью	Имеет серовато-матовый оттенок, при раздавливании мажется Свиной жир может быть покрыт небольшим количеством плесени Запах прогорклый. Сухожилия размягчены, сероватого цвета Суставные поверхности покрыты слизью
Состояние сухожилий	Упругие, плотные, поверхность суставов гладкая блестящая, у раз мороженного мяса сухожилия мягкие, рыхлые, окрашены в ярко красный цвет	Прозрачный или мутный, с запахом не свойственным свежему бульону	Мутный, с большим количеством хлопьев, резким, неприятным запахом
Прозрачность и ароматность бульона	Прозрачный, ароматный		

однородной пробы каждый образец отдельно пропускают через мясорубку (диаметр отверстий решетки 2 мм) и фарш тщательно перемешивают. 20 г полученного фарша взвешивают на лабораторных весах с погрешностью не более 0,2 г и помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, заливают 60 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, тщательно перемешивают, закрывают часовым стеклом и ставят в кипящую водяную баню.

Ход определения. Запах мясного бульона определяют в процессе нагревания до температуры 80—85° С в момент появления паров, выходящих из приоткрытой колбы.

Для определения прозрачности 20 см<sup>3</sup> бульона наливают в мерный цилиндр вместимостью 25 см<sup>3</sup> и устанавливают степень его прозрачности визуально.

По результатам испытаний делают заключение о свежести мяса или субпродуктов в соответствии с признаками, предусмотренными в табл. 9.1.

Мясо или субпродукты, отнесенные к сомнительной свежести хотя бы по одному признаку, подвергают химическим и микроскопическим анализам.

#### 9.4.2. Химические исследования

**Определение аммиака по Нesslerу.** Принцип метода. Водная вытяжка из мяса, содержащая аммиак и аммонийные соли, при добавлении к ней реактива Нesslerа приобретает желтое окрашивание; при

Таблица 9.2. Определение качества мяса с раствором Нesslerа

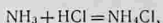
Качество мяса	Качество экстракта	Количество капель раствора	Примечание
Свежее	Не мутнеет, не желтеет	10	Через 10 мин прозрачность уменьшается, раствор не мутнеет
Подозрительной свежести	Помутнение, пожелтение	6 и более	Через 20 мин появляется слабый осадок
Несвежее	То же	1 2	После добавления 10-й капли — сильное пожелтение и обильный осадок при отстаивании

больших количествах аммиака образуется красно-бурый осадок нодистого меркураммония.

**Приготовление экстракта из мяса.** 10 г мяса разрезают на мелкие кусочки, помещают в колбу, заливают 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и настаивают в течение 15 мин, периодически встряхивая. Фильтруют через складчатый бумажный фильтр.

**Ход определения.** К 1 см<sup>3</sup> экстракта добавляют 1—10 капель реактива Несслера. Встряхивая пробирку после прибавления каждой капли, наблюдают цвет и степень прозрачности экстракта (табл. 9.2).

**Реакция на свободный аммиак (проба Эбера на гниение).** Принцип метода. Аммиак с хлороводородной кислотой, входящей в состав реактива Эбера, образует хлорид аммония:



который обнаруживается в виде белого тумана (облачка).

**Реактив Эбера.** 1 часть 25% раствора хлороводородной кислоты, 3 части 96% спирта и 1 часть эфира.

**Ход определения.** Помещают небольшой кусочек исследуемого мяса на крючок со стеклянной палочкой, продетой через пробку. Мороженое или сильно охлажденное мясо предварительно согревают до комнатной температуры. В широкую пробирку или небольшой цилиндр наливают 2 см<sup>3</sup> реактива Эбера и закрывают цилиндр пробкой с крючком так, чтобы не касаться мясом стенок цилиндра (пробки) и чтобы кусочек мяса находился на 1—2 см выше уровня налитого в цилиндр реактива.

Появление белого тумана (облачка) означает наличие аммиака в мясе. Если образуется быстро исчезающее расплывчатое облачко, то такая реакция обозначается знаком +. В случае несвежего мяса реакция ярко выражена (устойчивое облачко) и обозначается знаком ++. Облачко рассматривают на черном фоне (черная бумага). Необходимо помнить, что проба Эбера на свободный аммиак неприменима для парного мяса, солонины, колбасы, мясных консервов, так как она может дать ложную реакцию. Неточные результаты получаются и при исследовании вареного мяса.

**Реакция на сероводород.** Принцип метода. Сероводород, реагируя со щелочным раствором свинца, которым смочена фильтровальная бумага, образует на ней сульфид свинца, окрашивающий бумагу в светло-бурый или черный цвет.

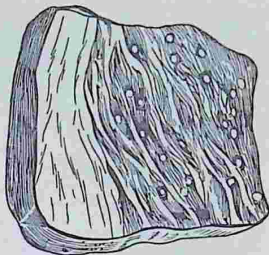
**Ход определения.** Исследуемое мясо нарезают мелкими кусочками и помещают в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, примерно до  $\frac{1}{3}$  объема. Затем колбу плотно закрывают пробкой, зажав ею одновременно полоску фильтровальной бумаги, смоченной каплей щелочного раствора свинца (4% раствор ацетата свинца и равное количество 30% раствора гидроксида натрия) и оставляют стоять при комнатной температуре 15 мин. Затем проверяют изменение цвета бумаги. Появление светло-бурого или черного цвета указывает на наличие в мясе сероводорода. Мясо подозрительной свежести дает слабоположительную реакцию, а несвежее мясо — ярко выраженную реакцию. Проба на сероводород для оценки вареного мяса и вареных колбас нехарактерна, так как в результате деструкции белков мяса при варке из него выделяется сероводород.

**Реакция на пероксидазу.** Принцип метода. Фермент пероксидаза, находящийся в мышечной ткани здорового животного, в присутствии перекиси водорода становится активным окислителем. Наличие пероксидазы определяется изменением цвета индикатора, добавляемого к экстракту мяса.

**Ход определения.** В пробирку наливают экстракт мяса, приготовленного как для реакции на аммиак по Несслеру в количестве 2 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 капель 0,2% спиртового раствора бензидина, встряхивают пробирку, прибавляют 2 капли 1% раствора перекиси водорода.

При положительной реакции (свежее мясо) в течение 1—2 мин появляется синне-зеленое окрашивание, постепенно переходящее в коричневое. Отрицательная реакция с бензидином при отсутствии других признаков разложения мяса указывает на необходимость бактериологического исследования (на сальмонеллы). Отрицательную бензидиновую пробу может давать мясо утомленных и больных животных; в таком мясе пробы на аммиак и сероводород могут быть отрицательными из-за отсутствия гнилостных микроорганизмов.

**Рис. 9.1.**  
Мясо, пораженное финнами.



### 9.4.3. Исследования на гельминты

**Финны.** Финно-личиночная стадия цикла развития ленточных червей. Финны имеют вид беловатых пузырьков или крупинок величиной от булавочной головки до горошины. От крупинок жира финны отличаются тем, что раздавливаются труднее и с некоторым треском. Финны чаще встречаются в мышцах сердца, живота, жевательных и межреберных мышцах. При обнаружении на площади 40 см<sup>2</sup> среза мышц более трех финн тушу и субпродукты подвергают технической утилизации или уничтожению (рис. 9.1).

При обнаружении на площади 40 см<sup>2</sup> не более трех финн мясо считается условно годным и допускается к употреблению после предварительного обеззараживания путем проварки мяса кусками массой не более 2 кг и толщиной до 8 см в открытых котлах в течение 3 ч. Куски массой до 2,5 кг обезвреживаются посолкой в течение 20 дней. При замораживании мясо доводят до температуры  $-10^{\circ}\text{C}$  и выдерживают 10 сут при температуре воздуха  $-12^{\circ}\text{C}$ .

**Трихинелла.** Трихинелла относится к круглым червям, встречается главным образом в свином мясе. Личинки в виде спирально свернутых червячков, окруженных капсулой, чаще всего локализуются в мышцах диафрагмы (рис. 9.2).

Для исследования мяса на трихинеллы применяют компрессориум. Он состоит из двух стеклянных пластинок с нумерованными 24 квадратами, сжимаемых двумя винтами, расположенными на концах. На

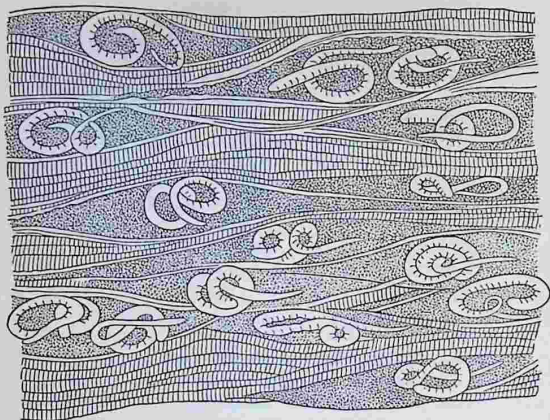


Рис. 9.2. Трихинеллы в свином мясе.



Рис. 9.3. Компрессориум для выявления трихинелл в мясе.

каждый квадрат нижней пластинки помещают по одному кусочку исследуемого мяса, предварительно обработанного 4% раствором гидроксида калия (мышцы становятся прозрачными, а трихинеллы более заметными), затем пластинки сжимают и получают прозрачные препараты, которые рассматривают при малом увеличении в микроскопе (рис. 9.3).

Для исследования берут две пробы мяса из ножек диафрагмы или межреберных мышц и от каждой пробы исследуют 12 срезов. При обнаружении в 24 срезах хотя бы одной трихинеллы тушу и субпродукты направляют на техническую утилизацию или уничтожение.

### Контрольные вопросы и задачи

1. Как производится отбор образцов мяса для лабораторного исследования?

2. Как производится органолептическое исследование мяса? Как определяют прозрачность и аромат бульона?
3. Перечислите признаки свежего мяса, мяса сомнительной свежести, несвежего мяса.
4. С какой целью и когда производится химическое исследование мяса?
5. Каков принцип метода определения аммиака?
6. Как проводится исследование на определение свободного аммиака в мясе?
7. Каков принцип метода определения сероводорода? Как проводится исследование на определение сероводорода в мясе?
8. Как определяют наличие в мясе пероксидазы?
9. Как производится исследование мяса на гельминты.
10. На пищеблок пионерского лагеря поступило говяжье мясо вынужденного убоя в связи с травмой. Справка ветеринарного надзора о разрешении на реализацию мяса имеется. На туше стоит фиолетовое клеймо. Со дня забоя прошло 3 дня. Цвет мяса темно-красный, поверхность разреза блестящая, влажная, упругая, запах свежий, приятный. Жир белый, твердый. Перечислите, какие исследования для оценки доброкачественности мяса нужно произвести? Возможно ли приготовление 1-х и 2-х мясных блюд для питания детей?

## 9.5. Исследование колбасных изделий

**Отбор проб (ГОСТ 9792—73).** От колбасных изделий разовые пробы для определения органолептических показателей отбирают массой 400—500 г, для проведения физико-химических исследований — массой 200—250 г, отрезая от продукта в поперечном направлении на расстоянии не менее 5 см от края. Из двух разовых проб составляют общие пробы соответственно массой 800—1000 г для органолептических и массой 400—500 г для химических исследований. От изделий без оболочки (мясных хлебов, паштетов, студней) две общие пробы массой 600—750 г составляют из трех разовых проб массой 200—250 г.

Отобранные общие пробы для органолептических и химических исследований упаковывают каждую в отдельности. Пробы опечатывают и сопровождают актом отбора проб, в котором указывают наименование предприятия, выработавшего продукт; наименование организации; дату отбора пробы; обозначение стандарта, в соответствии с которым произведен отбор проб; наименование вида, сорта продукции и размера партии, от которой отобраны пробы; дату выработки с указанием смены и часа выработки для скоропортящихся продуктов, обозначения норма-

тивно-технической документации, по которой выработан продукт; результаты наружного осмотра партии; цели направления продукта на испытания; номера пробы; фамилии и должности лиц, принимавших участие в осмотре продукции и отборе проб.

#### 9.5.1. Органолептическая оценка (ГОСТ 9959—74)

К органолептическим показателям относятся внешний вид, запах (снаружи и внутри), ослизнение, цвет, однородность фарша, запах около кости окорока, запах специй. Вкус и запах сосисок определяются в горячем виде. Консистенция фарша должна соответствовать виду колбасного изделия. Оболочки колбасных изделий должны плотно прилегать к фаршу.

Наличие загрязнения, слизи, плесени, а также повреждения оболочки рассматривается в качестве отрицательных показателей. Фарш не должен иметь зеленовато-серого оттенка; консистенция его плотная, без размягчения; запах и вкус специфические для данного вида колбасы, без неприятного постороннего и кислого привкуса, без снижения аромата. Шпиг должен иметь белый цвет, упругую консистенцию, не иметь запаха прогорклости; вкус — без признаков порчи жира в виде осаливания, рыбного привкуса и др.

#### 9.5.2. Физико-химические исследования

Подготовка проб к анализу. Отобранные образцы вареных колбас, освобожденные от оболочек, дважды пропускают через мясорубку, сырокопченых — рубят ножом на мелкие частицы. Перемешанный фарш сохраняется на холоду при температуре 3—5° С до окончания исследования в стеклянной банке с притертой пробкой вместимостью 200—400 см<sup>3</sup>, заполненной полностью. Испытания проводят в течение 24 ч.

Нормальные значения содержания поваренной соли, нитрита натрия, влаги и крахмала в колбасных изделиях представлены в табл. 9.3.

##### 9.5.2.1. Определение влаги (ГОСТ 9793—74)

Оборудование. 1. Мясорубка бытовая или электрическая (диаметр отверстий решетки от 3 до 4 мм).

Таблица 9.3. Содержание поваренной соли, нитрита натрия, влаги и крахмала в вареных колбасных изделиях (ГОСТ 2370—79), %

Вид продукции	Влага	Поваренная соль	Нитрит натрия	Крахмал
Колбасы вареные:				
высший сорт	50—70	2,2—2,8	0,005	—
первый сорт	60—70	2,0—2,4	0,005	2
второй сорт	72	2,4	0,005	—
Сосиски:				
высший сорт	65—70	2,0—2,5	0,003—0,005	—
первый сорт	70—75	2,1—2,4	0,005	—
Сардельки:				
высший сорт	55—65	2,2—2,3	0,005	2
первый сорт	75	2,3	0,005	2
Мясные хлебы:				
высший сорт	57—60	2,5	0,003—0,005	—
первый сорт	61—65	2,5	0,005	2
второй сорт	70	2,5	0,005	2

Примечание. В эстонской колбасе (высший сорт) содержание крахмала допускается до 5%.

2. Шкаф сушильный, электрический с терморегулятором.  
 3. Весы лабораторные. 4. Бюксы металлические (диаметром 50 мм, высота 25—35 мм). 5. Эксикатор. 6. Палочки стеклянные. 7. Сита (диаметр отверстий 0,3 и 1,5 мм). 8. Песок речной или кварцевый, обработанный следующим образом: песок, просеивающийся через сито с диаметром отверстий 1,5 мм и остающийся на сите с диаметром отверстий 0,3 мм, промывают водопроводной водой, пока вода не перестанет мутнеть. Затем песок заливают двойным объемом разбавленной хлороводородной кислоты (1:1) и выдерживают в течение суток, периодически перемешивая. После обработки кислотой песок промывают водой до получения нейтральной реакции промывных вод на лакмус, высушивают при температуре 150—160° С до постоянной массы и хранят в закрытой склянке.

Ход определения. В бюксу помещают песок в количестве, примерно в 2—3 раза превышающем навеску продукта, стеклянную палочку и высушивают в сушильном шкафу при температуре  $150 \pm 2^\circ$  С в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают. Затем в бюксу с песком вносят навеску продукта 3 г, тщательно перемешивают с песком и высушивают в сушильном шкафу в открытой бюксе при температуре  $150 \pm 2^\circ$  С в течение 1 ч. После высушивания бюксу закрывают крышкой, ох-

лаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

Содержание влаги определяют по формуле:

$$x = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{(m_1 - m_0)} \%$$

где  $m_0$  — масса бюксы с песком и палочкой, г;  $m_1$  — масса бюксы с песком, палочкой и навеской до высушивания, г;  $m_2$  — масса бюксы с песком, палочкой и навеской после высушивания, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,5%. Окончательный результат вычисляют с погрешностью до 0,1%.

#### 9.5.2.2. Определение хлорида натрия (ГОСТ 9957—73)

Оборудование. 1. Мясорубка бытовая или электромясорубка. 2. Баня водяная. 3. Весы лабораторные технические. 4. Термометр. 5. Бюретка вместимостью 25 см<sup>3</sup>. 6. Цилиндр вместимостью 100 см<sup>3</sup>. 7. Пипетка вместимостью 5—10 см<sup>3</sup>. 8. Стакан химический вместимостью 200—250 см<sup>3</sup>. 9. Колба коническая вместимостью 100 или 200 см<sup>3</sup>. 10. Колба мерная вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. 11. Бумага фильтровальная.

Реактивы. 1. Вода дистиллированная. 2. Нитрат серебра — 0,05 н. раствор. Хромат калия — 10% раствор.

Ход определения. 5 г измельченной средней пробы взвешивают в химическом стакане с точностью  $\pm 0,01$  г и добавляют 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Через 40 мин настаивания (при периодическом перемешивании стеклянной палочкой) водную вытяжку фильтруют через бумажный фильтр. Затем 5—10 см<sup>3</sup> фильтрата переносят в коническую колбу и титруют 0,05 н. раствором нитрата серебра в присутствии 0,5 см<sup>3</sup> раствора хромата калия до оранжевого окрашивания.

Навеску полукопченых, варено-копченых, копченых колбас, продуктов из свинины, баранины и говядины нагревают в стакане на водяной бане до температуры 40° С, выдерживают при этой температуре в течение 45 мин (при периодическом перемешивании стеклян-

ной палочкой) и фильтруют через бумажный фильтр. После охлаждения до комнатной температуры 5—10 см<sup>3</sup> фильтрата титруют 0,05 н. раствором нитрата серебра в присутствии 0,5 см<sup>3</sup> раствора хромата калия до оранжевого окрашивания.

Содержание хлорида натрия определяют по формуле:

$$x = \frac{0,00292 \cdot K \cdot V \cdot 100 \cdot 100}{V_1 \cdot m} \%$$

где 0,00292—содержание хлорида натрия, эквивалентное 1 см<sup>3</sup> 0,05 н. раствора нитрата серебра; г;  $K$ —поправка к титру 0,05 н. раствора нитрата серебра;  $V$ —объем 0,05 н. раствора серебра, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;  $V_1$ —объем водной вытяжки, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;  $m$ —навеска, г.

Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,1%. За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

#### 9.5.2.3. Определение крахмала (ГОСТ 10574—73)

**Качественное определение.** На поверхность свежих разрезов колбасы наносят по капле раствор Люголя. При наличии крахмала поверхность окрашивается в синий или черно-синий цвет.

#### 9.5.2.4. Определение нитритов (ГОСТ 8558.1—78)

**Принцип метода.** Определение основано на реакции Грисса, при которой нитриты с сульфаниловой кислотой и  $\alpha$ -нафтиламином в ацетатной среде образуют азокраситель, интенсивность окраски которого определяется на ФЭК или КФК-2.

**Оборудование.** 1. Мясорубка бытовая (диаметр отверстия решетки от 3 до 4 мм). 2. Весы лабораторные. 3. Баня водяная. 4. Колбы мерные вместимостью 100, 200, 250, 500, 1000 см<sup>3</sup>. 5. Колбы конические вместимостью 100 см<sup>3</sup>. 6. Воронки. 7. Цилиндры вместимостью 30, 50 см<sup>3</sup>. 8. Стаканы вместимостью 100, 250 см<sup>3</sup>. 9. Фильтры обеззоленные бумажные. 10. Пипетки. 11. ФЭК или КФК-2.

**Реактивы.** 1. Уксусная кислота — 2,0 моль/дм<sup>3</sup> раствор. 2. Нитрит натрия. 3. Хлороводородная кислота — 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствор. 4. Аммиак водный — 3,0 моль/дм<sup>3</sup> раствор. 5. Сульфаниловая кислота. 6.  $\alpha$ -Нафтиламин.

7. Гидроксид натрия — 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствор. 8. Пыль цинковая.

Подготовка реактивов к анализу. Раствор № 1. 0,5 г сульфаниловой кислоты растворяют в 150 см<sup>3</sup> растворе уксусной кислоты. Раствор № 2. 0,2 г α-нафтиламина кипятят с 20 см<sup>3</sup> воды, раствор фильтруют и прибавляют к фильтру 180 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты. Раствор хранят в темной склянке.

Реактив Грисса. Смешивают равные объемы растворов № 1 и 2. При появлении розовой окраски добавляют цинковую пыль, взбалтывают и фильтруют. Реактив готовят перед анализом.

Для приготовления основного раствора отвешивают навеску нитрита натрия, ч. д. а., содержащую 1 г основного вещества.

Массу навески в граммах вычисляют по формуле:

$$x = \frac{100 \cdot 1}{98} = 1,0204,$$

где 98—количество основного вещества, содержащегося в 100 г реактива, г.

Навеску переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят дистиллированной водой до метки. Для приготовления рабочего раствора 10 см<sup>3</sup> основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доводят водой до метки. Для получения образцового раствора 5 см<sup>3</sup> рабочего раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят водой до метки; 1 см<sup>3</sup> образцового раствора содержит 0,001 мг (или 1 мкг) нитрита натрия. Затем приступают к построению калибровочного графика по табл. 9.4.

Таблица 9.4. Построение калибровочного графика

Мерные колбы вместимостью 100 см <sup>3</sup>	Рабочий раствор, см <sup>3</sup>	Раствор аммиака, см <sup>3</sup>	Раствор HCl, см <sup>3</sup>	Вода
1	0	5	10	Добавляется до метки
2	1,0	5	10	
3	2,0	5	10	
4	4,0	5	10	
5	6,0	5	10	
6	8,0	5	10	

Растворы в мерных колбах перемешивают. Затем в 6 конических колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> пипеткой переносят по 15 см<sup>3</sup> приготовленных растворов, 15 см<sup>3</sup> реактива Грисса и после 15 мин выдержки при комнатной температуре изме-

ряют интенсивность розовой окраски на ФЭК с зеленым светофильтром № 6 при длине волны 538 нм в кюветах с толщиной 2 см в отношении раствора сравнения. Каждое измерение повторяют трижды и по средним значениям строят график.

Ход определения. 20 г пробы помещают в химический стакан, заливают 35—40 см<sup>3</sup> нагретой до 55±2° С дистиллированной водой и настаивают в течение 10 мин при периодическом помешивании. Затем фильтруют через ватный фильтр в мерную колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup>, навеску, оставшуюся на фильтре, несколько раз промывают водой, фильтрат охлаждают и доводят до метки дистиллированной водой (для сырокопченых продуктов из свинины, баранины, говядины и сырокопченых колбас время настаивания навески удлиняется до 30 мин, вытяжку фильтруют только через ватный фильтр, не промывая навеску).

20 см<sup>3</sup> вытяжки помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия и 40 см<sup>3</sup> раствора сульфата цинка для осаждения белков. Смесь в колбе нагревают в течение 7 мин на кипящей водяной бане, после чего охлаждают, доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через обеззоленный бумажный фильтр.

Параллельно проводят контрольный анализ на реактивы, помещая в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вместо 20 см<sup>3</sup> вытяжки 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

В коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 5 см<sup>3</sup> прозрачного фильтрата, полученного после осаждения белков, 1 см<sup>3</sup> раствора аммиака, 2 см<sup>3</sup> раствора хлороводородной кислоты, 2 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и, для усиления окраски, 5 см<sup>3</sup> образцового раствора нитрита натрия, содержащего 1 мкг нитрита натрия в 1 см<sup>3</sup>. Затем в колбу приливают 15 см<sup>3</sup> реактива Грисса и через 15 мин измеряют интенсивность окраски на ФЭК с зеленым светофильтром № 6 в кювете с толщиной слоя 2 см в отношении раствора сравнения. Измерения можно производить на спектрофотометре при длине волны 538 нм.

Содержание нитритов определяют по формуле:

$$x = \frac{M_1 \cdot 200 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 30}{m \cdot 20 \cdot 5 \cdot 10^6} \%$$

где  $M_1$ —содержание нитрита натрия, найденное по ка-

либровочному графику,  $\text{мкг/см}^3$ ; 200— разведение навески,  $\text{см}^3$ ; 5 и 20—объем взятого фильтрата,  $\text{см}^3$ ;  $m$ — масса навески продукта, г; 30—объем добавленных реактивов,  $\text{см}^3$ ;  $10^6$ —коэффициент для пересчета в граммы; 100 — разведение вытяжки; 100 — пересчет в проценты. Окончательным результатом испытания считается среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

### Контрольные вопросы и задачи

1. Какова биологическая ценность колбасных изделий?
2. Как производится отбор проб колбасы на исследование? Как упаковывают и маркируют пробы?
3. Как оформляется акт отбора проб колбасных изделий на исследование?
4. Перечислите органолептические показатели колбасных изделий, по которым определяют их доброкачественность.
5. Как проводится подготовка к анализу колбас?
6. Как определить содержание влаги и поваренной соли в колбасах?
7. Как проводят качественное определение крахмала в колбасных изделиях?
8. Каковы принцип метода и ход определения нитритов? Какое гигиеническое значение имеет определение нитритов в колбасных изделиях?
9. Органолептическое исследование вареной колбасы показало: внешний вид без особенностей, оболочка серого цвета, слегка влажная, запах и вкус кисловатые, окраска фарша серая, однородная, с воздушными пустотами серого цвета, консистенция фарша рыхлая. Химический анализ: соль поваренная — 2%, нитриты — 0,005%, влага — 75%, крахмал — 2,5%. Дайте оценку доброкачественности вареной колбасы.
10. Органолептическое исследование ливерной колбасы показало: оболочка влажная, отстает от фарша, на разрезе позеленение фарша в виде гнезд, по периферии батона фарш размягчен, вкус и запах кислые. Дайте оценку доброкачественности ливерной колбасы.

### 9.6. Исследование рыбы

**Отбор проб** (ГОСТ 7631—85). Для определения качества продукта из разных мест партии производят выборку из неповрежденной транспортной тары согласно табл. 9.5.

Из разных мест каждой вскрытой транспортной тары с продукцией берут по три точечных пробы (один экземпляр или часть одного экземпляра или блока рыбы, филе, боковины, рыбной колбасы и т. д.) и составляют объединенную пробу массой не более 3 кг.

Таблица 9.5. Объем выборки в зависимости от размера партии

Количество транспортной тары с продукцией в партии, штуки	Объем выборки (количество отбираемой транспортной тары с продукцией), штуки
2—25	2
26—90	3
91—150	5
151—280	8
281—500	13
501—1200	20
1201—3200	32
3201—10 000	50
10 001—35 000	80
35 001—150 000	125

При отборе проб мороженных продуктов в виде блоков из среднего в ящике блока отделяют два противоположных по диагонали куска массой до 1 кг каждый, а из середины блока — сплошную по ширине и глубине блока полоску массой до 0,1 кг. Объединенную пробу продукта, упакованного в потребительскую тару, составляют, отбирая по одной или две единицы потребительской тары от каждой вскрытой транспортной тары.

Выделенную среднюю пробу из объединенной пробы упаковывают в стеклянную банку, пергамент, целлофан или полиэтилен и перевязывают. Стеклянную банку герметично закрывают притертой стеклянной или корковой пробкой или полиэтиленовой крышкой. Проба для лабораторных испытаний немедленно направляется в лабораторию в сопровождении акта отбора.

#### 9.6.1. Органолептическая оценка

Качество рыбы и продуктов из нее оценивают с соблюдением следующих правил: хорошее естественное освещение, температура продукта от 18 до 20° С, а также отсутствие сквозняков, посторонних запахов, шума.

Для органолептической оценки осмотру подвергают 3—5 кг продукта или 3—5 единиц потребительской тары, а для мороженных продуктов в виде блоков—1—2

блока. Если масса одного экземпляра рыбы более 2 кг, то осмотру подвергают не более трех экземпляров рыбы.

**Определение цвета, внешнего вида.** Оценку состояния кожного покрова производят визуально. Цвет продукта определяют на свежем поперечном разрезе в наиболее мясистой части. Мороженный продукт предварительно размораживают. При определении степени пожелтения подкожной ткани с рыбы снимают кожу. Поперечные надрезы делают для определения пожелтения, проникшего в толщу мяса.

**Определение консистенции.** Производят визуально или при легком сжатии продукта пальцами. Консистенцию мороженных продуктов определяют после их размораживания до температуры в толще тела рыбы или блока от 0 до 5° С. Температуру продукта определяют в центре наиболее толстой части рыбы, для чего делают углубление и вставляют в него термометр в металлической оправе. Продукт размораживают на воздухе при температуре не выше 20° С. При определении консистенции мороженого фарша его размораживают до температуры —1, 2° С, затем дважды пропускают через мясорубку (диаметр отверстий 3—5 мм), после чего немедленно формируют из фарша 10 шариков массой 20—25 г каждый. Шарики опускают в кипящую пресную воду и варят в течение 10 мин при слабом кипении воды. К концу варки все шарики должны сохранить форму.

Консистенцию соленых, пряных, маринованных, копченых, вяленых, сушеных продуктов из рыбы определяют при сжатии пальцами наиболее мясистых частей продукта.

**Определение запаха (кроме живой рыбы).** Определяют на поверхности ножа или шпильки, введенных в тело рыбы между спинным плавником и приголовком, вблизи анального отверстия, во внутренних частях при введении инструмента через анальное отверстие, в месте ранений и механических повреждений, а также органолептически на поверхности жабр. Запах мороженных продуктов определяют при введении подогретых ножа или шпильки, не размораживая продукт. Для проверки запаха жабр у мороженой рыбы жабры или часть их вырезают и опускают для размораживания в горячую воду температуры от 80 до 90° С. Запах мелкой рыбы допускается определять по запаху по-

верхностной слизи. Запах живой рыбы и живых беспозвоночных определяют на их поверхности, а у рыбы также и в жабрах.

В случае сомнения в оценке запаха продукт подвергают пробной варке. Мороженые продукты (кроме пельменей) предварительно размораживают. Рыбу разделяют, как при обычной кулинарной обработке, и варят до готовности в чистой посуде с приоткрытой крышкой в несоленой воде при слабом кипении до готовности продукта, при соотношении продукта и воды 1:2. Во время пробной варки и после нее определяют запах пара, бульона и отваренного продукта.

Определение вкуса. Органолептически устанавливают вкус при разжевывании (одновременно с определением запаха). Вкус охлажденных или замороженных продуктов определяют одновременно с опреде-

Т а б л и ц а 9.6. Требования, предъявляемые к охлажденной рыбе

Наименование показателя	Характеристика
Внешний вид	Рыба не побитая, допускается сбитость чешуи без повреждения кожи. Поверхность рыбы чистая, естественной окраски. Жабры от темно-красного до розового цвета. Может быть как результат кровоизлияний: у стерляди и ставриды — покраснение поверхности; у леща, воблы, язя, тарани, кутум, судака, сома, кефали — багрово-красная окраска поверхности; у камбалы — пятна различного окрашивания; у осетровых — незначительные кровоподтеки; у дальневосточных лососевых рыб — буровато-розовые полосы на брюшке и боках; у морского окуня допускается изменение окраски поверхности до бледно-розовой или частичное побледнение поверхности
Разделка	Правильная. Допускаются небольшие отклонения от правильной разделки
Консистенция	Плотная, может быть слегка ослабленной, но не дряблой
Запах	Свежей рыбы, без признаков порчи. У всех рыб, кроме осетровых, допускается слабый кисловатый запах в жабрах, легко удаляемый при промывке водой

лением запаха после доведения проб до температуры 18° С, а подвергнутых термической обработке (изделия горячего копчения, жареные, печеные и т. п.) — после предварительного охлаждения до температуры 20—30° С.

Вкус продуктов, предназначенных к употреблению после кулинарной обработки (например, охлажденной и мороженой рыбы, пельменей), определяют после пробной варки, а вкус фарша — одновременно с консистенцией.

Требования, предъявляемые к охлажденной рыбе, приведены в табл. 9.6.

### *9.6.1.1. Пороки рыбы*

**Пороки рыбы-сырца.** Ухудшение качества рыбы-сырца происходит из-за неудовлетворительных условий изъятия рыбы из орудий лова, больших сроков транспортировки или хранения. Основные пороки: механические повреждения, вздутость брюшка (характеризует ее несвежесть), изменение цвета кожного покрова (обесцвечивание, потемнение, позеленение, пожелтение, покраснение и др.), бесструктурность мяса, посторонние запахи (нефтепродуктов, илестый, лекарственный и др.).

**Пороки мороженой рыбы.** Высыхание поверхностного слоя (что способствует более быстрому протеканию процессов гидролиза и окисления жира), «старые» запахи, деформаций, недомороженность, смерзание, окисление жира, изменение цвета.

**Пороки соленой рыбы.** Возникают в результате нарушения технологии посола или режима хранения. **Загар** — покраснение мяса около позвоночника, сопровождающееся гнилостным запахом, мажущейся консистенцией, резким вкусом. **Затяжка** — порча сопровождается запахом сильно скисшей рыбы, вкус горьковато-кислый. **Затхлость** — встречается у рыбы, хранящейся без тузлука, сопровождается поражением соленой рыбы плесенью или омылением ее жира. **Налет белых пятен** образуется при использовании для посола некондиционной соли с повышенным содержанием солей Са, Mg, Si. К порокам соленой рыбы также относятся: лопание брюшка, пролежни, механические повреждения, омыление (гнилостное разложение белковых соединений в результате жизне-

деятельности аэробных микроорганизмов), окисление жира (ржавчина), скисание рыбы и тузлука, солевые ожоги, фуксин (покраснение соленой рыбы в результате жизнедеятельности солелюбивых спорообразующих микроорганизмов).

### 9.6.2. Химические исследования

Подготовка проб. Рыбу, отобранную для лабораторного исследования, очищают от механических загрязнений и чешуи. Обмывать рыбу не разрешается. Мороженую рыбу предварительно размораживают на воздухе при комнатной температуре. Пробу мелкой рыбы (тюльки, хамсы, каспийской кильки, сетка и др.) готовят, размалывая всю рыбу целиком без разделки.

Для пробы крупной рыбы берут только чистое мясо без кожи и костей и внутренних органов.

**Определение аммиака** (для рыбы свежей, охлажденной и мороженой). Принцип метода. Образующийся при порче рыбы аммиак в присутствии хлороводородной кислоты дает облачко хлорида аммония.

**Реактивы.** 1. Смесь Эбера. Смешивают 1 часть 25% раствора хлороводородной кислоты (плотность 1,12), 3 части 95% спирта и 1 часть эфира.

**Ход определения.** В широкогорлую пробирку наливают 2—3 см<sup>3</sup> смеси Эбера, закрывают ее пробкой и встряхивают 2—3 раза. Вынимают пробку из пробирки и тотчас же закрывают ее другой пробкой, через которую продета тонкая стеклянная палочка с загнутым концом. На конце палочки прикреплен кусочек исследуемой рыбы. Мясо следует вводить в пробирку так, чтобы оно находилось на расстоянии 1—2 см от уровня жидкости. В случае присутствия аммиака через несколько секунд в результате его реакции с хлороводородной кислотой образуется облачко хлорида аммония (рис. 9.4).

Интенсивность реакции обозначают: — реакция отрицательная, + реакция слабоположительная: быстро исчезающее расплывчатое облачко; ++ реакция положительная: устойчивое облачко, появляющееся через несколько секунд после внесения мяса в пробирку с реактивом; +++ реакция резко положительная;

облачко появляется немедленно по внесении мяса в пробирку с реактивом.

**Определение сероводорода** (для рыбы свежей, охлажденной и мороженой). Принцип метода. Образующийся при порче рыбы сероводород дает темное пятно на бумаге, смоченной раствором ацетата свинца, вследствие образования сульфида свинца.

**Реактив.** Раствор свинцовой соли. 30% раствор гидроксида натрия добавляют к 4% раствору ацетата свинца до растворения образующегося осадка гидроксида свинца (необходимо избегать большого избытка щелочи). Полученный раствор фильтруют через бумажный фильтр.

**Ход определения.** 15—25 г исследуемого фарша помещают рыхлым слоем в бюксу вместимостью 40—50 см<sup>3</sup>. В бюксу подвешивают горизонтально над фаршем полоску фильтровальной бумаги, на нижней поверхности которой нанесены 3—4 капли раствора свинцовой соли. Расстояние между бумагой и поверхностью фарша должно быть около 1 см. Бюксу покрывают крышкой, зажимая фильтровальную бумагу между крышкой и корпусом бюксы, по истечении 15 мин бумагу снимают и сравнивают ее окраску с окраской бумаги, смоченной тем же раствором свинцовой соли (холостой опыт). При наличии в испытуемом образце свободного сероводорода происходит побурение или почернение участков бумаги, смоченных раствором свинцовой соли (рис. 9.5).

Интенсивность реакции обозначают: — реакция отрицательная; ± следы; + реакция слабоположительная (бурое окрашивание по краям капли); ++ реакция положительная (бурое окрашивание всей капли, более интенсивное по краям); +++ реакция резко положительная (интенсивное темно-бурое окрашивание всей капли).

#### *9.6.2.1. Определение поваренной соли в соленой рыбе (ГОСТ 13929—68)*

**Оборудование.** 1. Колбы мерные вместимостью 150 и 200 см<sup>3</sup>. 2. Воронки. 3. Пипетки. 4. Фильтры бумажные.

**Реактивы.** 1. Нитрат серебра — 0,1 н. (моль/дм<sup>3</sup>) раствор. 2. Хромат калия — 10% насыщенный раствор. 3. Дистиллированная вода.

**Ход определения.** Навеску фарша рыбы массой 2 г помещают в мерную колбу вместимостью

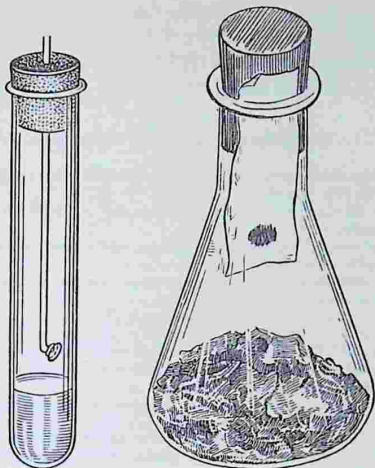


Рис. 9.4. Определение свободного аммиака. Объяснение в тексте.

Рис. 9.5. Реакция на сероводород.

200 см<sup>3</sup> и заливают нагретой до 40—50° С дистиллированной водой на <sup>3</sup>/<sub>4</sub> объема колбы. Смесь фарша с водой настаивают в течение 15—20 мин, сильно взбалтывая колбу в течение 30 с через каждые 5 мин. Жидкость в колбе охлаждают до комнатной температуры, затем доводят дистиллированной водой до метки, взбалтывают и фильтруют через сухой складчатый фильтр, причем первые 20—30 см<sup>3</sup> фильтрата отбрасывают. Отбирают пипеткой Мора 25 см<sup>3</sup> фильтрата в колбу вместимостью 150 см<sup>3</sup> и титруют 0,1 н. (моль/дм<sup>3</sup>) раствором нитрата серебра в присутствии 2—3 капель насыщенного (10%) раствора хромата калия до исчезающей красновато-бурой окраски.

Содержание хлорида натрия определяют по формуле:

$$x = \frac{n \cdot 0,00585 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1} \%$$

где  $n$ —объем 0,1 н. (моль/дм<sup>3</sup>) раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>; 0,00585 —

содержание хлорида натрия, соответствующее  $1 \text{ см}^3$  точно  $0,1 \text{ н. (моль/дм}^3)$  раствора нитрата серебра, г;  $V$  — объем жидкости в мерной колбе,  $\text{см}^3$ ;  $V_1$  — объем фильтрата, взятый для титрования,  $\text{см}^3$ ;  $m$  — навеска фарша, г.

### Контрольные вопросы и задачи

1. Какова биологическая ценность рыбы? Как подразделяется рыба по способу обработки?
2. Как проводится отбор проб рыбы и рыбных продуктов на исследование?
3. Перечислите органолептические признаки доброкачественной охлажденной рыбы.
4. Как производится органолептическое исследование рыбы и рыбных продуктов?
5. Как готовят пробы рыбы к анализу?
6. Каков ход определения наличия аммиака и сероводорода в свежей рыбе? Как оценивают интенсивность реакций?
7. Каковы принцип метода и ход определения содержания поваренной соли в соленой рыбе?
8. При определении хлорида натрия в соленой рыбе взято  $2 \text{ г}$  фарша на  $200 \text{ см}^3$  воды. На титрование  $25 \text{ см}^3$  фильтрата израсходовано  $6,6 \text{ мл}$   $0,1 \text{ н.}$  раствора нитрата серебра. Рассчитайте содержание поваренной соли в рыбе и сопоставьте с гигиеническими нормами.

### 9.7. Исследование кулинарных изделий из рубленого мяса и рыбы

**Цель занятий.** Освоить методы отбора и физико-химического исследования кулинарных изделий из рубленого мяса и рыбы (ГОСТ 4288—76).

**Задания.** 1. Ознакомьтесь с методами отбора проб кулинарных изделий для оценки их качества. 2. Произведите органолептическую оценку предложенного образца. 3. Подготовьте пробы к исследованию. 4. Определите в пробе влагу, кислотность, качественно и количественно наполнитель, прожаренность кулинарных изделий. 5. Оформите протокол лабораторного исследования. 6. Ответьте на контрольные вопросы и решите задачи.

**Отбор проб.** Для оценки качества кулинарных изделий и полуфабрикатов из рубленого мяса по органолептическим показателям производят выборку упаковочных единиц из разных мест партии (партией считают кулинарные изделия, выработанные в течение одной смены и оформленные одним документом о качестве) в зависимости от ее объема в соответствии с табл. 9.7.

**Таблица 9.7.** Количество отобранных единиц упаковки в зависимости от объема партии

Объем партии, единиц упаковок	Количество отобранных единиц упаковок
До 10	3
11—100	5
101—1000	10
1001—3000	15
3001—5000	20
Свыше 5001	35

Проверку физико-химических показателей кулинарных изделий из рубленого мяса проводят периодически, не реже одного раза в декаду. Для проведения физико-химических исследований из отобранных и осмотренных упаковочных единиц отбирают 10 кулинарных изделий и помещают в стеклянные банки с притертыми крышками или пергамент. К отобранным продуктам прикладывается акт отбора с указанием: наименования предприятия, выработавшего продукт, наименования вида продукта, его массы; даты и часа окончания технологического процесса; объема партии, от которой отобраны продукты; обозначения нормативно-технической документации, по которой выработаны продукты; цели направления продукта на исследование; места, даты и времени отбора продуктов; должностей и фамилии лиц, принимавших участие в отборе продуктов.

#### 9.7.1. Органолептическая оценка

Внешний вид, запах и вкус кулинарных изделий из рубленого мяса определяют в горячем виде (не ниже 65° С), вкус — в жареном виде.

#### 9.7.2. Физико-химические исследования

Подготовка проб. Четыре кулинарных изделия из рубленого мяса массой по 75 г и более или 6 изделий массой по 50 г (отобранных согласно табл. 9.7) вместе с панировочной мукой растирают в ступке или дважды измельчают в мясорубке и перемешивают до получения однородной массы. Подготовлен-

ные пробы помещают в сухие стеклянные банки и плотно закрывают крышкой. Пробы сохраняют при температуре  $4 \pm 2^\circ \text{C}$  до окончания анализа.

#### 9.7.2.1. Определение влаги

Принцип метода. Определение основано на способности исследуемого продукта, помещенного в сушильный шкаф, отдавать гигроскопическую влагу при определенной температуре.

Оборудование. 1. Шкаф сушильный. 2. Весы лабораторные. 3. Эксикатор. 4. Чашки фарфоровые выпаривательные (диаметр 6—8 см) или бюксы.

Ход определения. В фарфоровые чашки или бюксы, предварительно высушенные до постоянной массы, взвешивают две навески фарша массой по 5 г каждая. Навеску распределяют ровным слоем по внутренним стенкам чашки. Чашки помещают в шкаф и высушивают навески при температуре  $130 \pm 2^\circ \text{C}$  в течение 1 ч 20 мин, после чего чашки охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Содержание влаги определяют по формуле:

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

где  $m$  — масса навески, г;  $m_1$  — масса чашки или бюксы с навеской до высушивания, г;  $m_2$  — масса чашки и бюксы с навеской после высушивания, г.

Результаты испытаний вычисляют с погрешностью не более 0,1%. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,5%.

#### 9.7.2.2. Определение кислотности

Принцип метода. Определение основано на титровании щелочью кислот, находящихся в исследуемом продукте. Кислотность выражают в градусах кислотности, соответствующих числу кубических сантиметров 1 моль/дм<sup>3</sup> (н.) раствора гидроксида натрия (калия), израсходованных на нейтрализацию кислот, содержащихся в 100 г продукта.

Оборудование. 1. Весы лабораторные. 2. Химический стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>. 3. Колба мерная вместимостью 250 см<sup>3</sup>. 4. Воронка стеклянная. 5. Колба вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Реактивы. 1. Фенолфталеин — 1% спиртовой раствор. 2. Гидроксид натрия (калия) — 0,1 н. раствор (0,1 моль/дм<sup>3</sup>).

Ход определения. Из подготовленной пробы берут навеску массой 5 г в химический стакан, навеску количественно переносят в мерную колбу, доливают дистиллированной водой до  $\frac{3}{4}$  объема, повторяя взбалтывание через каждые 5—6 мин. Через 30 мин колбу доливают дистиллированной водой до метки, закрывают пробкой, перемешивают и фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу. 25 см<sup>3</sup> фильтрата переносят пипеткой в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют одну каплю раствора фенолфталеина и титруют 0,1 н. раствором гидроксида натрия (калия) до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Кислотность в градусах определяют по формуле:

$$x = \frac{V \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25 \cdot 10},$$

где  $V$ —объем 0,1 н. раствора гидроксида натрия (калия), израсходованного на титрование испытуемого раствора, см<sup>3</sup>;  $m$  — масса навески, г; 25 — объем фильтрата, взятого для титрования, см<sup>3</sup>; 10 — коэффициент для перевода 0,1 н. раствора гидроксида натрия (калия) в 1 н. раствор; 250 — разведение навески, см<sup>3</sup>.

Кислотность вычисляют с погрешностью не более 0,1°. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,2°.

### 9.7.2.3. Качественное определение наполнителя

Принцип метода. Определение основано на взаимодействии раствора Люголя с различными наполнителями и появлении определенной окраски.

Оборудование. 1. Весы лабораторные. 2. Плитка электрическая. 3. Колба мерная вместимостью 100 см<sup>3</sup>. 4. Колба коническая вместимостью 100 см<sup>3</sup>. 5. Стакан химический вместимостью 250 см<sup>3</sup>. 6. Пипетка вместимостью 1 и 10 см<sup>3</sup>.

Реактивы. 1. Иодид калия. 2. Иод.

Приготовление раствора Люголя. В химический стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 2 г иодида калия, добавляют 15 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 1,27 г металлического иода. После растворения иодида калия переносят раствор в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят объем дистиллированной водой до метки. Раствор хранят в темном сосуде с притертой пробкой.

Ход определения. От подготовленной пробы отбирают навеску массой 5 г и помещают в коническую колбу, доливают 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, доводят до кипения и отстаивают. 1 см<sup>3</sup> отстоявшейся вытяжки помещают в пробирку, разбавляют 10-кратным количеством воды и добавляют 2—3 капли раствора Люголя. При наличии в изделии хлеба вытяжка приобретает интенсивно синий цвет, переходящий при избытке раствора Люголя в зеленый; при наличии картофеля—в лиловый; каши—в синеватый, переходящий при избытке раствора Люголя в грязноватый зеленовато-желтый цвет.

#### 9.7.2.4. Количественное определение наполнителя

Принцип метода. Определение основано на том, что некоторое количество калия гексациано-(III) феррата восстанавливается испытуемым раствором редуцирующего сахара в калий гексациано-(II) феррат и по израсходованному на восстановление количеству раствора сахара рассчитывают массовую долю сахара.

Оборудование. 1. Весы лабораторные рычажные. 2. Плитка электрическая. 3. Часы песочные на 1 мин. 4. Сетка асбестовая. 5. Холодильник стеклянный лабораторный. 6. Стаканы химические или фарфоровые чашки. 7. Колбы мерные вместимостью 100, 250, 1000 см<sup>3</sup>. 8. Колбы конические вместимостью 100, 250 см<sup>3</sup>. 9. Колбы конические с шлифованными пробками вместимостью 500 см<sup>3</sup>. 10. Бюретки вместимостью 25 см<sup>3</sup>. 11. Пипетки вместимостью 1, 5, 10, 25 см<sup>3</sup>. 12. Цилиндры вместимостью 10 см<sup>3</sup>. 13. Воронки стеклянные. 14. Бумага фильтровальная.

Реактивы. 1. Хлороводородная кислота — 10% раствор и разведенная в соотношении 1:5. 2. Серная кислота — 25% раствора. 3. Тиосульфат натрия — 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (н.) раствор. 4. Гидроксид натрия — 15% раствор и 2,5 моль/дм<sup>3</sup> (н.) раствор. 5. Гидроксид калия — 15% раствор. 6. Метиловый красный — 0,1% раствор. 7. Калий гексациано-(II) феррат — 15% раствор. 8. Калий гексациано-(III) феррат — 1% титро-

ванный раствор. 9. Сульфат цинка — х. ч. — 30% раствор  
10. Метиловый голубой — 1% раствор. 11. Крахмал — 1%  
раствор.

Приготовление раствора редуцирующего сахара. От приготовленной пробы берут навеску массой 5 г в химический стакан или фарфоровую чашку и добавляют 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Содержимое стакана (чашки) размешивают стеклянной палочкой и количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Общее количество воды не должно превышать 40 см<sup>3</sup>.

В колбу с навеской добавляют 30—35 см<sup>3</sup> 10% раствора хлороводородной кислоты, присоединяют к водяному или воздушному холодильнику, ставят на плитку, подложив под колбу асбестовую сетку, и кипятят в течение 10 мин, считая время с момента закипания содержимого колбы. Затем колбу снимают с плитки, охлаждают под струей холодной воды до комнатной температуры. Полученный гидролизат нейтрализуют до слабокислой реакции 15% раствором гидроксида натрия или калия, используя в качестве индикатора каплю раствора метилового красного.

Содержимое колбы после нейтрализации количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Для осветления гидролизата и осаждения белков добавляют пипеткой 3 см<sup>3</sup> раствора гексациано-(II) феррата калия и 3 см<sup>3</sup> раствора сульфата цинка, доводят дистиллированной водой до метки, тщательно взбалтывают, дают осадку осесть, после чего фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу.

В полученном растворе гидролизата определяют массовую долю редуцирующего сахара, образующегося при гидролизе крахмала.

Ориентировочное титрование. В коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> наливают из бюретки 10 см<sup>3</sup> титрованного 1% раствора гексациано-(III) феррата калия и 2,5 см<sup>3</sup> моль/дм<sup>3</sup> (н.) раствора гидроксида натрия, прибавляют 1 каплю раствора метилового голубого и нагревают на плитке с сеткой до кипения. К непрерывно слабо кипящему раствору осторожно (приблизительно по капле в секунду) приливают из бюретки испытуемый раствор гидролизата (редуцирующего сахара) до появления первых признаков исчезновения синей окраски, которая при кипении раствора в течение 3 с исчезает. На появление окраски

после остывания не следует обращать внимания. Наиболее точные результаты получаются, если на титрование уходит 5—6 см<sup>3</sup> гидролизата.

Окончательное титрование. В коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 10 см<sup>3</sup> раствора гексациано-(III) феррата калия, 2,5 см<sup>3</sup> 2,5 моль/дм<sup>3</sup> (н.) раствора гидроксида натрия и 1 каплю раствора метиленового голубого. Затем к холодной смеси указанных растворов приливают из бюретки раствор гидролизата, объем которого на 0,2—0,3 см<sup>3</sup> меньше, чем объем израсходованного.

Содержимое колбы доводят до кипения в течение 1—1½ мин и кипятят 1 мин (по песочным часам), не допуская бурного кипения, после чего непрерывно слабо кипящую смесь осторожно дотитровывают из бюретки гидролизатом, прибавляя раствор (приблизительно по капле в секунду) до полного исчезновения синей окраски.

Содержание хлеба определяют по формуле:

$$x = \frac{a \cdot (10,6 + 0,0175 \cdot V) \cdot K \cdot 0,9 \cdot 100}{10 \cdot V \cdot 48} \%$$

где  $a$ —разведение испытуемого раствора (при навеске 5 г в объеме 250 см<sup>3</sup>;  $a = 250:5 = 50$ ); 10,6 и 0,0175—поправочные коэффициенты, установленные эмпирически для 10 см<sup>3</sup> 1% раствора гексациано-(III) феррата калия;  $V$ —объем раствора гидролизата, израсходованного при окончательном титровании 10 см<sup>3</sup> 1% раствора гексациано-(III) феррата калия, см<sup>3</sup>;  $K$ —поправка на точно 1% раствор гексациано-(III) феррата калия; 0,9 — коэффициент пересчета глюкозы на крахмал; 48—коэффициент пересчета крахмала на хлеб.

Результаты испытания вычисляют с погрешностью не более 0,1%. За результат испытаний принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5%.

#### 9.7.2.5. Определение прожаренности мясных рубленых изделий

Принцип метода. Определяется активность пероксидазы с помощью реактива амидопиррина (пирамидона).

Ход определения. 10 г мясного рубленого изделия, взятого из внутренней части, растирают в ступке, переносят в пробирку и добавляют 20 см<sup>3</sup> воды, закрывают корковой пробкой и энергично встряхивают в течение 1 мин. Фильтруют через ватный фильтр, берут в пробирку 1 см<sup>3</sup> фильтрата, добавляют 1 см<sup>3</sup> 2% спиртового раствора амидопирин и 0,5 см<sup>3</sup> свежеприготовленного 1% раствора перекиси водорода.

При недостаточной термической обработке в течение 1 мин получается сине-фиолетовое окрашивание, при достаточной — изменения цвета не происходит

### Контрольные вопросы и задачи

1. Каково гигиеническое значение санитарной экспертизы кулинарных изделий?

2. Как производится отбор и подготовка проб на исследование кулинарных изделий?

3. Перечислите органолептические показатели, подлежащие исследованию.

4. Как определяют влагу и кислотность кулинарных изделий?

5. Как производится качественное определение наполнителя?

6. Каковы принцип метода и ход количественного определения хлеба цианидным методом?

7. Как определяют качество термической обработки кулинарных изделий?

8. Масса бюксы с навеской до высушивания равна 38,88 г, после высушивания — 36,62 г, навеска фарша — 5 г. Определите содержание влаги в кулинарном изделии и сопоставьте с нормой.

9. Для определения кислотности 5 г фарша развели в 250 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, на титрование 25 см<sup>3</sup> фильтрата пошло 0,3 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора гидроксида натрия. Рассчитайте кислотность кулинарного изделия в градусах и сопоставьте с нормой.

### 9.8. Исследование молока и молочных продуктов

**Отбор проб** (ГОСТ 26809—86). Для контроля качества молока и молочных продуктов в цистернах по физико-химическим показателям отбирают объединенную пробу от каждой партии продукта объемом 1 дм<sup>3</sup>. Для контроля качества молока и молочных продуктов в таре по органолептическим и физико-химическим показателям от каждой партии продукции отбирают 5% единицы транспортной тары с продукцией, при наличии в партии менее 20 единиц — отбирают 1.

От партии сметаны, творога, творожной массы отбирают 10% единицы транспортной тары с продукцией, при наличии в партии менее 10 единиц — отбирают 1.

Перед отбором молоко перемешивают механизированным способом или мутовкой в течение 1 мин во флягах, 3—5 мин в автомобильных цистернах, 15—20 мин в железнодорожных цистернах. Пробы отбирают из разных мест кружкой, черпалкой или трубкой, погружая ее до дна тары. Пробы отбирают в одинаковом количестве из каждой секции цистерны, перемешивают и составляют из них объединенную пробу объемом около 1 дм<sup>3</sup>.

При составлении объединенной пробы от молока и молочных продуктов в бутылках и пакетах продукт перемешивают путем 5-кратного перевертывания бутылки и пакета. Из объединенной пробы после перемешивания выделяют 0,5 дм<sup>3</sup> для анализа.

Жидкие кисломолочные продукты перемешивают путем 5-кратного перевертывания бутылки, пакета или шпателем после вскрытия тары. Кефир, кумыс выливают в химический стакан, помещают его на 10 мин в водяную баню при температуре  $32 \pm 2^\circ \text{C}$ , перемешивают для удаления углекислого газа, затем составляют объединенную пробу. Из объединенной пробы после перемешивания выделяют 0,10 дм<sup>3</sup> для анализа.

Объединенная проба для сливок во флягах составляет 0,50 дм<sup>3</sup> (для анализа — 0,10 дм<sup>3</sup>.) Масса объединенной пробы сметаны составляет 500 г, для анализа — 100 г.

Отбор проб творога, творожной массы, домашнего сыра и плавленых сыров в транспортной таре производят шупом, который опускают до дна тары. Масса объединенной пробы составляет 500 г, для анализа выделяют 100 г (без наполнителя) и 150 г с наполнителем (цукаты, изюм, орехи и др.).

Пробы, направляемые в лабораторию, снабжают этикеткой и актом отбора проб с указанием: места отбора проб; наименования предприятия-изготовителя; наименования сорта, даты выработки продукта; номера, объема партии; температуры продукта в момент отбора пробы; даты и часа отбора пробы, должности и подписи лиц, отобравших пробу; показателей, которые должны быть определены в продукте; наименования сдатчика, приемщика; номера и даты транспортного документа; обозначения стандарта или технических условий на продукт.

Пробы пломбируют или опечатывают. Бутылки и банки перевязывают вокруг горловины крепкой ниткой или шпагатом, концы которых пломбируют на крышке. Пробы, помещенные в банки или коробки, заворачивают в пергамент или плотную бумагу, перевязывают шпагатом и пломбируют.

Пробы молока и молочных продуктов должны доставляться в лабораторию сразу после их отбора, но не позднее чем через 4 ч после их отбора. До начала анализа их следует хранить при температуре от 2 до 8° С.

#### 9.8.1. Органолептическая оценка (ГОСТ 1377—79)

Определение внешнего вида и консистенции. Молоко должно представлять собой однородную жидкость без осадка. Молоко топленое и пастеризованное 4 и 6% жирности не должно иметь отстоя сливок. Консистенция не должна быть тягучей, слизистой или водянистой. Консистенцию определяют с помощью ногтевой пробы, для чего каплю молока наносят на ноготь большого пальца и рассматривают.

Определение вкуса и запаха. Вкус и запах свежего молока специфические, чистые, без посторонних привкусов и запахов. Топленое молоко имеет хорошо выраженный привкус пастеризации, белковое и восстановленное — сладковатый привкус.

Определение цвета. Цвет молока белый, со слегка желтоватым оттенком, топленое молоко имеет кремоватый оттенок, нежирное — слегка синеватый. Определяют цвет молока в стакане, на белом фоне или с помощью ногтевой пробы.

#### 9.8.2. Физико-химические исследования

Подготовка проб. Пробы молока, сливок, сметаны, жидких кисломолочных продуктов перемешивают путем перевертывания посуды с пробками не менее трех раз или переливания продукта в другую посуду не менее двух раз. Пробы молока и молочных продуктов доводят до температуры  $20 \pm 2^\circ \text{C}$ .

Пробы жидких кисломолочных продуктов и сметаны, имеющих густую консистенцию, нагревают на водяной бане до температуры  $32 \pm 2^\circ \text{C}$ , после чего охлаждают до  $20 \pm 2^\circ \text{C}$ .



Рис. 9.6. Лактоденсиметр.

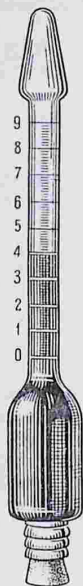


Рис. 9.7. Молочный жиरोмер.

Пробы творога, творожной массы, полуфабрикатов, плавленых сладких сыров с наполнителями растирают в ступке до однородной консистенции, предварительно удалив из продукции наполнители (цукаты, изюм, орехи).

#### 9.8.2.1. Определение плотности (ГОСТ 3625—71)

Плотность молока колеблется в пределах 1,030—1,034, что зависит от состава пищевых веществ в нем. Плотность снятого молока повышается и может достигать 1,037. Молоко, разбавленное водой, имеет малую плотность (1,018), так как в нем снижается процент сухих веществ. Плотность снятого и разбавленного водой молока может колебаться в пределах от 1,033 до 1,015. Плотность определяется лактоденсиметром при температуре 20° С (рис. 9.6). Молоко наливают осторожно, чтобы не образовалось пены, в цилиндр диамет-

ром не менее 5 см и медленно погружают в него сухой и чистый лактоденсиметр с термометром. Примерно через 1 мин после установления лактоденсиметра отсчитывают температуру и плотность. Если температура молока во время измерения была выше или ниже 20° С, то результаты отсчета должны быть проверены по табл. 9.8. При пользовании таблицей данные показаний лактоденсиметра переводят в градусы Кельвина, т. е. отбрасывают первые две цифры (1,0). В левом столбце таблицы находят соответствующее значение температуры в градусах Кельвина, а в верх-

Таблица 9.8. Поправочная таблица для определения плотности молока в зависимости от его температуры

Показания лактоден- симетра	Температура молока, ° C							
	10	11	12	13	14	15	16	17
	приведенная к температуре 20° C							
25,0	23,3	23,5	23,6	23,7	23,9	24,0	24,2	24,4
25,5	27,3	23,9	24,0	24,2	24,4	24,5	24,7	24,9
26,0	24,2	24,4	24,5	24,7	24,9	25,0	25,2	25,4
26,5	24,6	24,8	24,9	25,1	25,3	25,4	25,6	25,8
27,0	25,1	25,3	25,4	25,6	25,7	25,9	26,1	26,3
27,5	25,5	25,7	25,8	26,1	26,1	26,3	26,6	26,8
28,0	26,0	26,1	26,3	26,5	26,6	26,8	27,0	27,3
28,5	26,4	26,6	26,8	27,0	27,1	27,3	27,5	27,8
29,0	26,9	27,1	27,3	27,5	27,6	27,8	28,0	28,3
29,5	27,4	27,6	27,8	28,0	28,1	28,3	28,5	28,8
30,0	27,9	28,1	28,3	28,5	28,6	28,8	29,0	29,3
30,5	28,3	28,5	28,7	28,9	29,1	29,3	29,5	29,8
31,0	28,8	29,0	29,2	29,4	29,6	29,8	30,1	30,3
31,5	29,3	29,5	29,7	29,9	30,1	30,2	30,5	30,7
32,0	29,8	30,0	30,2	30,4	30,6	30,7	31,0	31,2
32,5	30,2	30,4	30,6	30,8	31,1	31,2	31,5	31,7
33,0	30,7	30,8	31,1	31,3	31,5	31,7	32,0	32,2
33,5	31,2	31,3	31,6	31,8	32,0	32,2	32,5	32,7
34,0	31,7	31,9	32,1	32,3	32,5	32,7	33,0	33,2
34,5	32,1	32,3	32,6	32,8	33,0	33,2	33,5	33,7
35,0	32,6	32,8	33,1	33,3	33,5	33,7	34,0	34,2
35,5	33,0	33,3	33,5	33,8	34,0	34,2	34,4	34,7
36,0	33,5	33,8	34,0	34,3	34,5	34,7	34,9	35,2
25,0	24,6	24,8	25,0	25,2	25,4	25,6	25,8	26,0
25,5	25,1	25,3	25,5	25,7	25,9	26,1	26,3	26,5
26,0	25,6	25,8	26,0	26,2	26,4	26,6	26,8	27,0
26,5	26,0	26,3	26,5	26,7	26,9	27,1	27,3	27,5
27,0	26,5	26,8	27,0	27,2	27,5	27,7	27,9	28,1
27,5	27,0	27,3	27,5	27,7	28,0	28,2	28,4	28,6
28,0	27,5	27,8	28,0	28,2	28,5	28,7	29,0	29,2
28,5	28,0	28,3	28,5	28,7	29,0	29,2	29,5	29,7
29,0	28,5	28,8	29,0	29,2	29,5	29,7	30,0	30,2
29,5	29,0	29,3	29,5	29,7	30,0	30,2	30,5	30,7
30,0	29,5	29,8	30,0	30,2	30,5	30,7	31,0	31,2
30,5	30,0	30,3	30,5	30,7	31,0	31,2	31,5	31,7
31,0	30,5	30,8	31,0	31,2	31,5	32,7	32,0	32,2
31,5	31,0	31,3	31,5	31,7	32,0	32,2	32,5	32,7
32,0	31,5	31,8	32,0	32,3	32,5	32,8	33,0	33,3
32,5	32,0	32,3	32,5	32,8	33,0	33,3	33,5	33,7
33,0	32,5	32,8	33,0	33,3	33,5	33,8	34,1	34,3
33,5	33,0	33,3	33,5	33,8	33,9	34,3	34,6	34,7
34,0	33,5	33,8	34,0	34,3	34,4	34,8	35,1	35,3
34,5	34,0	34,2	34,5	34,8	34,9	35,3	35,6	35,7
35,0	34,5	34,7	35,0	35,3	35,5	35,8	36,1	36,3
35,5	35,0	35,2	35,0	35,7	36,0	36,2	36,5	36,7
36,0	35,6	35,7	36,0	36,2	36,5	36,7	37,3	37,3

нем горизонтальном — значение температуры, при которой произведен отсчет. Цифра на пересечении столбцов выражает плотность молока при температуре 20° С, но в градусах Кельвина, поэтому нужно впереди поставить 1,0 для перевода их в относительную величину.

При отсутствии таблиц используют расчетный метод. Установлено, что изменение температуры на 1 градус меняет плотность молока на 0,2 деления лактоденсиметра, или на 0,0002 единицы плотности. Если температура молока выше 20° С, то плотность его будет меньше, чем при температуре 20° С, следовательно, к найденной величине плотности нужно прибавить на каждый градус температуры по 0,0002. Если же температура исследуемого молока ниже 20° С, то плотность его выше, чем при температуре 20° С, т. е. из найденной плотности нужно вычесть на каждый градус температуры по 0,0002.

Пример. Температура молока 16° С, лактоденсиметр при температуре 16° С показал, что плотность молока 1,0275;  $20 - 16 = 4^\circ \text{C}$ ;  $4 \cdot 0,0002 = 0,0008$ . Плотность молока:  $1,0275 - 0,0008 = 1,0267$ .

#### 9.8.2.2. Определение жира (ГОСТ 5867—69)

Оборудование. 1. Жиросмер молочный. 2. Пробки резиновые для жиросмера. 3. Пипетки вместимостью 10,77 см<sup>3</sup>. 4. Цилиндры вместимостью 1 и 10 см<sup>3</sup>. 5. Центрифуга молочная. 6. Водяная баня. 7. Электрическая плитка. 8. Штатив для жиросмеров.

Реактивы. 1. Кислота серная. 2. Спирт изоамиловый.

Определение количества жира в молоке жиросмером (рис. 9.7) производится с помощью кислотного метода Гербера.

Принцип метода. Серная кислота (плотность 1,81—1,82) уменьшает адсорбцию жира белком, при этом жир выделяется в виде сплошного слоя. Процесс слияния жировых шариков ускоряется при добавлении изоамилового спирта, подогревании жиросмера и центрифугировании.

Ход определения. В жиросмер, стараясь не смешивать его с молоком, добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты. Мешают и после

добавляют чистый молочный жиросмер, наливают в пробирку, чтобы жидкости не вытекли, и центрифугуют 10,77 см<sup>3</sup> молока. Медленно выливают от жиросмера

жиромера не ранее чем через 3 с. Затем в жиросмер добавляют 1 см<sup>3</sup> изоамилового спирта. Жиросмер закрывают сухой пробкой, встряхивают до полного растворения белковых веществ, перевортывая 4—5 раз так, чтобы жидкости в нем полностью перемешались, после чего жиросмер ставят пробкой вниз на 5 мин в водяную баню при температуре  $65 \pm 2^\circ \text{C}$ . Вынув из бани, жиросмеры вставляют в патроны центрифуги так, чтобы узкая часть была обращена к центру, а сами жиросмеры размещались симметрично один против другого. Закрыв крышку центрифуги, жиросмеры центрифугируют 5 мин со скоростью не менее 1000 об/мин. Затем жиросмеры погружают пробками вниз в водяную баню при температуре  $65^\circ \text{C}$  на 5 мин. При отсчете жиросмер держат вертикально, граница жира должна находиться на уровне глаз. Движением пробки вверх и вниз устанавливают нижнюю границу столбика жира на целом делении шкалы жиросмера и от него отсчитывают число делений до нижней точки мениска столбика жира. Показание жиросмера соответствует содержанию жира в молоке в процентах. 10 малых делений шкалы молочного жиросмера соответствуют содержанию 1% жира в продукте. Определение проводят с точностью до 0,1%. Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,1% жира. За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

**Определение жира в простокваше, ацидофилине, кефире, ряженке и др.** В чистый молочный жиросмер отвешивают 11 г продукта, приливают 10 см<sup>3</sup> серной кислоты (плотность 1,81—1,82) и 1 см<sup>3</sup> изоамилового спирта. Далее определение проводят как для молока.

**Определение жира в сливках, сметане, твороге и творожных изделиях.** В чистый сливочный жиросмер отвешивают 5 г продукта, добавляют 5 см<sup>3</sup> воды и по стенке слегка наклоненного жиросмера 10 см<sup>3</sup> серной кислоты и 1 см<sup>3</sup> изоамилового спирта. Далее определение проводят как для молока. 2 деления шкалы сливочного жиросмера соответствуют содержанию 1% жира в продукте. Если сливки и сметана содержат более 40% жира, то берут навеску продукта 2,5 г, а воды 7,5 см<sup>3</sup>; при этом содержание жира в продукте соответствует показанию жиросмера, умноженному на 2.

### 9.8.2.3. Определение сухого вещества (ГОСТ 3626—73)

Оборудование. 1. Весы лабораторные аналитические. 2. Шкаф сушильный электрический. 3. Эксикатор. 4. Бюкса стеклянная. 5. Прибор нагревательный. 6. Баня водяная. 7. Сито (диаметр отверстий 1—1,5 мм). 8. Песок промытый и прокаленный (приготовление см. 9.5.2.1).

Реактивы. 1. Кальция хлорид безводный. 2. Хлороводородная кислота концентрированная. 3. Вода дистиллированная.

Ход определения. Стеклянную бюксу с 20—30 г хорошо промытого и прокаленного песка и стеклянной палочкой помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре  $102 \pm 2^\circ \text{C}$  в течение 30—40 мин. После этого бюксу вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают. В эту же бюксу пипеткой вносят  $10 \text{ см}^3$  молока или 5—10 г мороженого или 3—5 г сыра, творога, творожных изделий, взвешенных с погрешностью не более 0,001 г, закрывают крышкой и немедленно взвешивают.

Затем содержимое тщательно перемешивают стеклянной палочкой и открытую бюксу нагревают на водяной бане при частом перемешивании содержимого до получения рассыпающейся массы. После этого открытую бюксу и крышку помещают в сушильный шкаф при температуре  $102 \pm 2^\circ \text{C}$ . По истечении 2 ч бюксу вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают.

Последующие взвешивания производят после высушивания в течение 1 ч до тех пор, пока разность между двумя последовательными взвешиваниями будет равна или менее 0,001 г. Если при одном из взвешиваний после высушивания будет отмечено увеличение массы, то для расчетов принимают результаты предыдущего взвешивания.

Содержание сухого вещества определяют по формуле:

$$C = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 100}{m - m_0} \%$$

где  $m_0$  — масса бюксы с песком и стеклянной палочкой, г;  $m$  — масса бюксы с песком, стеклянной палочкой и навеской исследуемого продукта до высу-

шивания, г;  $m_1$  — масса бюксы с песком, стеклянной палочкой и навеской исследуемого продукта после высушивания, г.

Расхождение между параллельными определениями должно быть не более 0,1% для молока и 0,2% для мороженого, сыра, творога и творожных изделий. За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

Содержание влаги определяют по формуле:

$$x = 100 - C \%,$$

где  $C$  — содержание сухого вещества, %.

Содержание сухого обезжиренного вещества определяют по формуле:

$$C_0 = C - a \%,$$

где  $C$  — содержание сухого вещества, %;  $a$  — содержание жира, %.

**Дополнительный метод вычисления содержания сухого вещества в молоке.** Расчет производится по формуле:

$$C = \frac{4,8 \cdot F + d_4^{20}}{4} + 0,5,$$

где  $C$  — содержание сухих веществ в молоке, %;  $F$  — содержание жира в молоке, %;  $d_4^{20}$  — плотность молока в градусах лактоденсиметра (две последние цифры); 4,8 и 0,5 — постоянные коэффициенты расчета.

**Пример.** Содержание жира в исследуемом молоке равно 4%, плотность ( $d_4^{20}$ ) молока — 1,030 или в градусах лактоденсиметра — 30.

$$C = \frac{4,8 \cdot 4 + 30}{4} + 0,5 = 12,8\%.$$

Сухой обезжиренный остаток равен:  $12,8 - 4 = 8,8\%$ .

#### 9.8.2.4. Определение кислотности

Показателем свежести молока является степень его кислотности. В свежем, только что выдоенном молоке кислотность обуславливается наличием лимонной кислоты и фосфатов. Вследствие образования молочной кислоты кислотность молока увеличивается, что вызывает изменение физических и химических свойств молока — выпадает казеин, молоко

свертывается. Кислотность молока может быть искусственно снижена прибавлением соды, но такой способ нейтрализации не устраняет причин порчи молока; сода нейтрализует кислоты, способствует росту посторонней, в том числе патогенной флоры, а также разрушает витамин С.

Кислотность молока и молочных продуктов выражают в градусах Тернера. Под градусом Тернера понимают количество 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия (калия), необходимое для нейтрализации 100 см<sup>3</sup> или 100 г продукта.

Оборудование. 1. Весы технические. 2. Разновесы. 3. Пипетки. 4. Бюретки. 5. Колбы вместимостью 150 и 200 см<sup>3</sup>. 6. Фарфоровая ступка с пестиком.

Реактивы. Гидроксид натрия (калия) — 0,1 н. раствор. 2. Фенолфталеин — 1% спиртовой раствор. 3. Сульфат кобальта — 2,5% раствор.

Ход определения. В коническую колбу вместимостью 150—200 см<sup>3</sup> отмеривают 10 см<sup>3</sup> молока, прибавляют 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 3 капли фенолфталеина. Смесь тщательно перемешивают и титруют раствором гидроксида натрия (калия) до появления слабо-розового окрашивания, соответствующего контрольному эталону окраски, не исчезающего в течение 1 мин.

Приготовление контрольного эталона окраски. В коническую колбу вместимостью 150—200 см<sup>3</sup> отмеривают пипеткой 10 см<sup>3</sup> молока, 20 см<sup>3</sup> воды и 1 см<sup>3</sup> 2,5% раствора сульфата кобальта. Эталон пригоден для работы в течение одной смены. Для более длительного хранения эталона к нему может быть добавлена 1 капля формалина.

Кислотность молока в градусах Тернера определяют по формуле:

$$x = \frac{n \cdot 100}{m},$$

где  $n$  — объем 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.) гидроксида натрия (калия), пошедший на титрование, см<sup>3</sup>; 100 — коэффициент пересчета на 100 см<sup>3</sup> (100 г) продукта;  $m$  — масса навески, г.

Расхождение между параллельными определениями должно быть не выше 1° Т.

Пример. На титрование  $10 \text{ см}^3$  молока израсходовано  $2 \text{ см}^3 0,1 \text{ н.}$  раствора щелочи. Кислотность молока составляет  $2,0 \cdot 10 = 20^\circ \text{ Т.}$

Аналогично определяется кислотность сливок, простокваши, ацидофильного молока, кефира и кумыса.

**Определение кислотности сметаны.** Отвешивают  $5 \text{ г}$  продукта, тщательно перемешивая его при постепенном добавлении  $30\text{--}40 \text{ см}^3$  воды, прибавляют 3 капли фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия (калия) до появления не исчезающего в течение 1 мин слабо-розового окрашивания. Кислотность в градусах Тернера рассчитывают по приведенной выше формуле.

**Определение кислотности творога и творожных изделий.** Отвешивают навеску продукта массой  $5 \text{ г}$ . Тщательно перемешивают и растирают продукт пестиком, прибавляя постепенно  $50 \text{ см}^3$  воды, нагретой до температуры  $35\text{--}40^\circ \text{ С}$ , 3 капли фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия (калия) до появления не исчезающего в течение 1 мин слабо-розового окрашивания. Кислотность в градусах Тернера рассчитывают по приведенной выше формуле.

Расхождение между параллельными определениями должно быть не выше  $4^\circ \text{ Т.}$

#### *9.8.2.5. Определение консервантов*

**Реакция на присутствие соды.** В пробирку с  $3\text{--}5 \text{ см}^3$  молока прибавляют такое же количество  $0,2\%$  раствора розоловой кислоты в  $96\%$  этаноле и тщательно взбалтывают. Молоко, содержащее соду, окрашивается в розово-красный цвет, а молоко, свободное от соды, в коричнево-желтый, быстро свертывается, на стенках пробирки остаются крупные хлопья казenna.

**Реакция на присутствие крахмала.** В пробирку наливают  $5 \text{ см}^3$  молока, прибавляют 2—3 капли реактива Люголя и тщательно взбалтывают. Появление синей окраски указывает на наличие в молоке крахмала.

**Реакция на присутствие перекиси водорода.** В пробирку с  $1 \text{ см}^3$  молока добавляют 1 каплю серной кислоты (1:3) и  $0,2 \text{ см}^3$  иодкалиевого крахмала, перемешивают, по истечении 10 мин наблюдают изменение

цвета. Появление в пробирке синего окрашивания свидетельствует о присутствии перекиси водорода в молоке.

Приготовление иодкалиевого крахмала. 2 г крахмала растворяют в 20 см<sup>3</sup> холодной воды и выливают в 80 см<sup>3</sup> кипящей воды, после охлаждения добавляют в крахмал 3 г иодида калия, предварительно растворенного в нескольких кубических сантиметрах воды.

**Реакция на присутствие формальдегида.** В пробирку наливают 2—3 см<sup>3</sup> реактива на открытие формальдегида и осторожно по стенкам прибавляют такое же количество молока. Пробирку при этом следует держать в наклонном положении под углом 30°, чтобы молоко наслаивалось на реактив.

Состав реактива на открытие формальдегида: 100 см<sup>3</sup> серной кислоты (плотность 1,82—1,85) и 1 капля азотной кислоты (плотность 1,3).

При наличии в молоке формальдегида через 1—2 мин в месте соприкосновения молока и реактива на открытие формальдегида появляется фиолетовое или темно-синее кольцо. При отсутствии формальдегида образуется слабо-желто-бурое кольцо.

#### *9.8.2.6. Определение пастеризации (ГОСТ 3623—73)*

Принцип метода. Пероксидаза, содержащаяся в недостаточно пастеризованном молоке (температура пастеризации ниже 80° С), разлагает перекись водорода. Освобождающийся при этом активный кислород окисляет иодид калия, освобождая иод, который образует с крахмалом соединение синего цвета.

Оборудование. 1. Весы аналитические и лабораторные технические. 2. Пробирки. 3. Пипетки вместимостью 2 и 5 см<sup>3</sup>. 4. Капельницы из темного стекла или покрытые черным лаком. 5. Колбы мерные вместимостью 250 и 500 см<sup>3</sup>. 6. Колбы конические вместимостью 250 см<sup>3</sup>. 7. Баня водяная. 8. Воронки стеклянные. 9. Фильтры бумажные.

Реактивы. 1. Перекись водорода — 0,5% раствор. 2. Крахмал картофельный. 3. Иодид калия х. ч. или ч. д. а. 4. Вода дистиллированная.

Иодистокалиевый крахмал. 3 г крахмала смешивают с 5—10 см<sup>3</sup> дистиллированной холодной воды до

однородной массы. Отдельно в колбе доводят до кипения 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и при непрерывном помешивании приливают горячую воду к разведенному крахмалу. Полученный раствор доводят до кипения. После охлаждения к раствору крахмала прибавляют 3 г иодида калия. Небольшое количество раствора хранят не более 2 дней.

Допускается вместо иодистокалиевого крахмала применять отдельно 1% раствор крахмала (0,5 см<sup>3</sup>) и 10% раствор иодида калия (2 капли).

**Ход определения.** В пробирку приливают 5 см<sup>3</sup> исследуемого молока, 5 капель иодистокалиевого крахмала и 5 капель 0,5% раствора перекиси водорода, перемешивают содержимое пробирки после добавления каждого реактива.

При отсутствии пероксидазы в молоке цвет содержимого пробирки не изменяется, т. е. молоко подверглось пастеризации при температуре не ниже 80° С. При наличии пероксидазы содержимое пробирки приобретает темно-синее окрашивание. На появление окраски через 2 мин не следует обращать внимание, так как она может вызываться разложением реактивов.

### Контрольные вопросы и задачи

1. Какова биологическая ценность молока и молочных продуктов?
2. Как производится отбор и подготовка проб молока и молочных продуктов для лабораторного исследования?
3. Как производится органолептическое исследование молока?
4. Каков ход определения плотности молока? Как он изменится при снятии жира, разбавлении молока, одновременном снятии жира и разбавлении?
5. Каковы принцип метода и ход определения количества жира в молоке по Герберу?
6. Как определить содержание сухого вещества, влаги в молоке лабораторным и расчетным методом?
7. Как определяется кислотность молока и молочных продуктов? В каких единицах?
8. Как определяют наличие консервантов в молоке? Допустимо ли их присутствие?
9. Как определяют достаточность пастеризации молока? Какие ферменты присутствуют в сыром молоке?
10. Какие показатели характеризуют свежесть и натуральность молока?
11. Плотность молока при температуре 20° С 1,038; содержание жира 2,8%; кислотность 18° Т. Дайте оценку качества молока.

12. На титрование  $10 \text{ см}^3$  молока израсходовано  $2 \text{ см}^3$   $0,1 \text{ н.}$  раствора щелочи. Рассчитайте кислотность молока и сопоставьте с нормой.

13. Плотность молока при температуре  $20^\circ \text{C}$  по показаниям лактоденситометра 29, содержание жира 3,3%. Рассчитайте обезжиренный остаток, сопоставьте с гигиеническими нормами.

14. На титрование 5 г сметаны израсходовано  $3,8 \text{ см}^3$   $0,1 \text{ н.}$  раствора гидроксида натрия. Рассчитайте кислотность в градусах Тернера.

15. В детский сад 11 октября доставлены творог и кефир. Творог фасованный, изготовлен 9 октября из пастеризованного молока. Цвет творога молочно-белый, вкус обычный, запах молочнокислый, резковатый, консистенция однородная, без посторонних примесей. Кефир в бутылках изготовлен 10 октября. Цвет кефира молочно-белый, вкус и запах молочнокислые, консистенция неоднородная, произошло отделение сыворотки и газообразование. Оцените доброкачественность творога и кефира. Возможно ли использование этих продуктов в питании детей?

## 9.9. Исследование пищевых жиров

**Цель занятий.** Освоить методы физико-химических исследований пищевых жиров.

**Задания.** 1. Ознакомьтесь с правилами отбора проб пищевых жиров и их подготовкой на исследование. 2. Исследуйте органолептические показатели предложенных образцов пищевых жиров. 3. Определите физико-химические показатели жира (влагу, кислотность, степень окислительной порчи, поваренную соль, содержание жира). 4. Оформите протокол лабораторного исследования. 5. Ответьте на контрольные вопросы и решите задачи.

Жиры представляют собой сложные эфиры глицерина и жирных кислот, главным образом пальмитиновой, стеариновой и олеиновой. От состава жирной кислоты зависят физико-химические свойства жира (плотность, температура плавления, иодное число). Жиры подразделяются на жиры животного, растительного происхождения и комбинированные (маргарин).

### 9.9.1. Масло коровье

**Масло коровье** по товарным наименованиям подразделяется на следующие виды (табл. 9.9).

**Отбор проб** (ГОСТ 26809—86). От масла в транспортной таре пробы отбирают шупом: Для составления объединенной пробы масло массой около 50 г помещают в водяную баню при температуре  $30 \pm 2^\circ \text{C}$  до получения размягченной массы и выделяют для анализа около 50 г.

Оформление сопроводительной документации такое же, как и для молока.

Таблица 9.9. Виды коровьего масла

Виды масла	Характеристика
Несоленое	Сливочное масло, изготовленное из пастеризованных сливок, с применением или без применения чистых культур молочнокислых бактерий (сладкосливочное или кислосливочное)
Соленое	Сливочное масло, изготовленное из пастеризованных сливок с применением или без применения чистых культур молочнокислых бактерий и добавлением поваренной соли (сладкосливочное или кисломолочное)
Вологодское сливочное	Несоленое сливочное масло, изготовленное из сладких сливок, подвергнутых пастеризации при высоких температурах и имеющее ореховые привкус и запах; при отсутствии такового, масло относится к сладкосливочному несоленому
Любительское сливочное	Несоленое сливочное масло, изготовленное из сладких пастеризованных сливок на маслоизготовителях непрерывного действия
Топленое	Масло, представляющее собой вытопленный молочный жир с присущим ему специфическим вкусом и ароматом

**Органолептическая оценка.** Коровье масло должно соответствовать следующим требованиям (табл. 9.10).

**Химические показатели.** Коровье масло должно соответствовать следующим требованиям (табл. 9.11).

#### 9.9.1.1. Определение влаги (ГОСТ 3626—73)

**Оборудование.** 1. Фарфоровые чашки. 2. Сушильный шкаф. 3. Весы.

**Ход определения.** 12—30 г специально подготовленного песка помещают в чашку. Чашку с песком и стеклянной палочкой сушат в сушильном шкафу при температуре  $102 \pm 2^\circ \text{C}$  в течение 1 ч, затем охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры (около  $20^\circ \text{C}$ ) и взвешивают. В чашке взвешивают от 5 до 10 г масла с погрешностью не более 0,001 г,

**Таблица 9.10. Органолептические показатели коровьего масла**

Наименование показателя	Характеристика
Вкус и запах	Чистый, характерный для данного вида масла без посторонних привкусов и запахов
Консистенция при температуре 10—12° С: сливочное масло	Плотная, однородная, поверхность масла на разрезе слабоблестящая и сухая на вид или с наличием одиночных мельчайших капелек влаги
топленое масло	Мягкая, зернистая; в растопленном виде масло должно быть совершенно прозрачным и без какого-либо осадка
Цвет	От белого до светло-желтого; однородный по всей массе масла

**Таблица 9.11. Химические показатели коровьего масла**

Наименование показателя	Вид масла				
	несоле-ное	соле-ное	вологод-ское сли-вочное	любитель-ское сли-вочное	топле-ное
Влага, % не более	16	16	16	20	1
Жиры, % не менее	82,5	81,5	82,5	78	98
Соль, % не более	—	1,5	—	—	—

тщательно перемешивают с песком. Ставят чашку в сушильный шкаф и сушат при температуре  $102 \pm 2^\circ \text{C}$  не менее 2 ч. Затем содержимое чашки охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают. Последующие взвешивания проводят после высушивания в течение 1 ч до тех пор, пока разность между двумя последующими взвешиваниями будет не более 0,001 г. Если после повторного высушивания масса увеличится, то для расчета используют результаты предыдущего взвешивания.

Содержание влаги в масле определяют по формуле:

$$x = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_1 - m_0} \%,$$

где  $m_0$  — масса чашки с песком и стеклянной палочкой, г;  $m_1$  — масса чашки с песком, стеклянной палоч-

кой и маслом до высушивания, г;  $m_2$  — масса чашки с песком, стеклянной палочкой и маслом после высушивания, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,1%.

### 9.9.1.2. Определение сухого обезжиренного остатка

Оборудование. 1. Весы лабораторные. 2. Шкаф сушильный. 3. Эксикатор. 4. Силикагель. 5. Индикатор влажности. 6. Чашки стеклянные и фарфоровые. 7. Фильтры стеклянные. 8. Колбы с тубусом. 9. Насос водоструйный. 10. Баня водяная. 11. Плитка электрическая. 12. Мешалка механическая.

Реактивы. Эфир петролейный с температурой кипения от 30 до 60° С, высушенный над обезвоженным сульфатом натрия.

Ход определения. Пробу нагревают до температуры не выше 30° С, перемешивая мешалкой или вручную. Затем охлаждают до комнатной температуры (около 20° С) при постоянном перемешивании.

Чашку и тигель высушивают при температуре  $102 \pm 2^\circ \text{C}$  в течение 1 ч, затем охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры (около 20° С) и взвешивают. В охлажденную чашку отвешивают около 10 г пробы. Осторожно нагревают чашку, растапливают масло, продолжают нагревание до тех пор, пока масло перестанет пениться, не допуская при этом перегрева. Чашку с содержимым охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры (около 20° С). Добавляют от 20 до 25 см<sup>3</sup> петролейного эфира и растворяют жир легким перемешиванием. Переливают раствор и осадок в тигель и фильтруют при помощи вакуумного насоса. Обработку петролейным эфиром и переливание раствора и осадка в тигель повторяют 5 раз. Чашку и тигель сушат в течение 2 ч при температуре  $102 \pm 2^\circ \text{C}$ .

Последующие взвешивания проводят после высушивания в течение 30 мин до тех пор, пока разность между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 0,001 г.

Содержание сухого обезжиренного остатка опре-

деляют по формуле:

$$x = \frac{(m_2 - m_1) + (m_4 - m_3) \cdot 100}{m} \%$$

где  $m_1$  — масса пустого тигля, г;  $m_2$  — масса тигля с осадком, г;  $m_3$  — масса пустой чашки, г;  $m_4$  — масса чашки с осадком, г;  $m$  — масса навески масла, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,1%.

### 9.9.1.3. Определение поваренной соли

Оборудование. 1. Весы. 2. Колбы конические вместимостью 250 см<sup>3</sup>. 3. Шпатели. 4. Бюретки.

Реактивы. 1. Нитрат серебра — 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствор. 2. Хромат калия 50 г/дм<sup>3</sup> раствор. 3. Карбонат кальция, свободный от хлоридов.

Подготовка проб. Пробу масла нагревают до температуры не выше 30° С. Затем охлаждают до комнатной температуры (около 20° С) при постоянном перемешивании.

Ход определения. Взвешивают около 5 г приготовленной пробы в коническую колбу. Осторожно добавляют к пробе 100 см<sup>3</sup> кипящей дистиллированной воды. Дают постоять от 5 до 10 мин, перемешивают круговыми движениями.

После охлаждения до температуры 50—55° С добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора хромата калия и перемешивают содержимое несколько раз. Если масло кислосливочное (рН ниже 6,5), то перед титрованием добавляют на кончике шпателя карбонат кальция и размешивают круговыми движениями. Титруют раствором нитрата серебра при непрерывном перемешивании до появления окраски оранжево-коричневого цвета, не исчезающей в течение 30 с.

Параллельно проводят контрольный опыт при использовании 5 см<sup>3</sup> дистиллированной воды вместо 5 г сливочного масла.

Содержание хлорида натрия в масле определяют по формуле:

$$x = \frac{5,85 \text{ н. } (V_1 - V_0)}{m} \%$$

где 5,85 — коэффициент для выражения результатов в виде процентного содержания хлорида натрия;  $n$  — нормальность раствора нитрата серебра;  $V_0$  — объем раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование контрольной пробы,  $\text{см}^3$ ;  $V_1$  — объем раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование при анализе сливочного масла,  $\text{см}^3$ ;  $m$  — масса навески масла, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,02%.

#### 9.9.1.4. Определение жира

Согласно ГОСТу 5867—69, содержание жира в масле вычисляют по формулам: для несоленого и любимельского сливочного масла:

$$x = 100 - (B + C);$$

для соленого масла:

$$x = 100 - (B + C + C_1),$$

где  $B$  — содержание влаги в масле, %;  $C$  — содержание обезжиренного сухого вещества в масле, %;  $C_1$  — содержание соли в соленом масле, %.

#### 9.9.1.5. Определение кислотности (ГОСТ 3624—67)

Оборудование. 1. Весы. 2. Водяная баня. 3. Мерный цилиндр вместимостью 100—150  $\text{см}^3$ . 4. Конические колбы вместимостью 100  $\text{см}^3$ .

Реактивы. 1. Этанол. 2. Эфир этиловый. 3. Гидроксид натрия (калия) — 0,1 моль/ $\text{дм}^3$  раствор. 4. Фенолфталеин — 1% раствор. Смесь этанола и эфира готовят перед определением путем смешивания в одинаковых объемных отношениях и нейтрализации в присутствии фенолфталеина.

Ход определения. В коническую колбу вместимостью 100  $\text{см}^3$  отвешивают 5 г масла. Нагревают колбу в теплой воде до расплавления масла, прибавляют в нее 20  $\text{см}^3$  нейтральной смеси этанола с эфиром, 3 капли раствора фенолфталеина и титруют при постоянном помешивании раствором гидроксида натрия (калия) до слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Кислотность в градусах Кеттстофера равна количеству 0,1 н. раствора гидроксида натрия (калия) в кубических сантиметрах, затраченному на нейтрализацию 5 г продукта, умноженному на 2.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,2 градуса кислотности Кеттстофера.

#### 9.9.1.6. Определение степени окислительной порчи

Для определения степени окислительной порчи жира применяют реакцию с нейтральным красным.

**Оборудование.** 1. Ступка фарфоровая (диаметр 70 мм) с пестиком.

**Реактив.** Реактив нейтральный красный свежеприготовленный на водопроводной воде — 0,01% раствор, рН 7,2. Раствор устойчив в течение нескольких часов.

**Ход определения.** Навеску топленого жира массой от 0,5 до 1,0 г помещают в фарфоровую ступку, заливают раствором нейтрального красного, растирают пестиком в течение 1 мин и сливают раствор нейтрального красного. Степень окислительной порчи жиров определяют по табл. 9.12.

Таблица 9.12. Степень окислительной порчи жиров

Свиной и бараний жиры		Говяжий жир	
окраска	степень окислительной порчи	окраска	степень окислительной порчи
От желтой с зеленоватым оттенком до желтой	Свежий	От желтой до коричневой	Свежий
От темно-желтой до коричневой	Свежий, не подлежащий хранению	От коричневой до коричнево-розовой	Свежий, не подлежит хранению
От коричневой до розовой	Сомнительной свежести	От коричнево-розовой до розовой	Сомнительной свежести
От розовой до красной	Испорченный	От розовой до красной	Испорченный

#### 9.9.2. Растительное масло

Растительное масло в зависимости от способа обработки подразделяется на виды: рафинированное, гид-

ратированное, нерафинированное. В зависимости от качественных показателей масло подразделяется: рафинированное — на дезодорированное и недезодорированное, гидратированное — на высший, первый, второй сорта, нерафинированное — высший, первый, второй сорта. Для доставки в торговую сеть и на предприятия общественного питания предназначается рафинированное дезодорированное подсолнечное масло.

**Отбор проб (ГОСТ 5471—83).** Отбор точечных проб проводят металлической трубкой диаметром не более 10 мм. Металлическую трубку опускают до дна бутылки, затем верхнее отверстие закрывают пальцем и поднимают трубку из бутылки. Открывая закрытый конец трубки, пробу сливают в сосуд. Для составления объединенной пробы от партии масла, разлитого в бутылки, забирают из них одинаковые порции масла. Содержимое бутылей перед составлением объединенной пробы перемешивают, тщательно встряхивая. Объединенную пробу хорошо перемешивают, сокращают до объема  $2000 \text{ см}^3$  и помещают: в 2 чистые сухие бутылки по  $500 \text{ см}^3$  в случае отбора проб из контейнеров, бочек, фляг, ящичков с бутылками и бутылками; в 4 чистые сухие бутылки по  $500 \text{ см}^3$  в случае отбора проб из наливных судов, железнодорожных цистерн и автоцистерн.

**Органолептическая оценка.** Определяют запах, цвет, прозрачность.

**Оборудование.** 1. Баня водяная. 2. Термометр. 3. стакан химический стеклянный (диаметр 50 мм). 4. Стеклянная пластинка. 5. Матовая электрическая лампочка. 6. Цилиндр стеклянный с притертой пробкой вместимостью  $100 \text{ см}^3$ .

Проба испытуемого масла до проведения исследования должна быть отстояна или профильтрована, тщательно перемешана. Масло, подвергшееся охлаждению, предварительно нагревают при температуре  $50^\circ \text{C}$  на водяной бане в течение 30 мин. Затем медленно охлаждают до температуры  $20^\circ \text{C}$  и перемешивают.

**Определение запаха.** Масло наносят тонким слоем на стеклянную пластинку или растирают на тыльной поверхности руки. Для более отчетливого распознавания запаха масло нагревают на водяной бане до температуры около  $50^\circ \text{C}$ .

**Определение цвета.** Масло наливают в стакан слоем не менее 50 мм и рассматривают в проходящем и отраженном свете на белом фоне. При испытании

Таблица 9.13. Физико-химические показатели

Наименование показателей	Рафинированное		Гидрати
	дезодори- рованное	недезодо- рованное	высший сорт
Кислотное число, мг КОН, не более	0,4	0,4	1,5
Влага и летучие вещества, %	0,10	0,10	0,009—0,10

устанавливается цвет и оттенок испытуемого масла (желтый с зеленоватым оттенком, темно-зеленый и т. д.).

**Определение прозрачности.** 100 см<sup>3</sup> масла наливают в цилиндр и отстаивают при температуре 20° С 24 ч. Отстоявшееся масло рассматривают в проходящем отраженном свете на белом фоне. Испытуемое масло считается прозрачным, если оно не имеет муты или взвешенных хлопьев.

**Физико-химические показатели.** Подсолнечное масло должно соответствовать требованиям, указанным в табл. 9.13.

#### 9.9.2.1. Определение отстоя объемным методом

Объемный метод заключается в определении объема осадка, образующегося в масле после отстаивания.

**Оборудование.** 1. Водяная баня. 2. Мерные цилиндры вместимостью 100 см<sup>3</sup> с притертой пробкой. 3. Термометр на 100° С. 4. Стакан химический вместимостью 400 см<sup>3</sup>.

**Ход определения.** Берут около 120 см<sup>3</sup> масла, нагревают на водяной бане до температуры 50° С, затем медленно охлаждают до 20° С, перемешивают и наливают в мерный цилиндр вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Масло отстаивается в течение 24 ч при температуре 15—20° С, затем отмечают количество делений в нижней части цилиндра, занятых отстоем масла. Количество отстоя в процентах к объему нерафинированного подсолнечного масла составляет не более 2%, рафинированное масло не должно иметь отстоя.

подсолнечного масла (ГОСТ 1129—73)

Рованное		Нерафинированное		
первый сорт	второй сорт	высший сорт	первый сорт	второй сорт
2,25 0,018—0,15	6,0 0,022—0,30	1,5 0,035—0,20	2,25 0,053—0,20	6,0 0,070—0,30

9.9.2.2. *Определение показателя преломления*

Показатель преломления наряду с другими физико-химическими показателями характеризуют чистоту жиров и степень их окисления. Стандартное определение проводится универсальным рефрактометром Аббе (РЛУ) при температуре 20° С. Показатели преломления масла равны: подсолнечного — 1,4736—1,4762; соевого — 1,4722—1,4754; кукурузного — 1,4720—1,4740; конопляного — 1,4517—1,4780.

**Рефрактометр-сахариметр** (рис. 9.8). Подставка посредством колонки соединена с телом рефрактометра, существенной частью которого являются две призмы. Нижняя призма неподвижная, верхняя призма может откидываться в сторону. Свет отбрасывается зеркалом и через четырехугольное отверстие попадает на верхнюю призму. Для использования отраженного света пользуются отверстием, пропускающим свет на нижнюю призму. Окуляр служит для проведения отсчетов по шкале. Посредством ручки окуляр может передвигаться вдоль шкалы. Шкала имеет ряд делений: справа — деления, показывающие содержание в процентах сухих веществ, слева — деления, соответствующие показателям преломления. Кроме того, на шкале имеется крест (пунктир), через который должна проходить граница между светом и тенью. Линия раздела должна быть резкой, без оттенков радуги. Это достигается соответствующей установкой компенсатора, вращением его вокруг собственной оси.

Перед началом определения проверяют нулевую точку рефрактометра (с каплей дистиллированной воды) Рефрактометр считается установленным правильно, если он при исследовании дистиллированной воды при температуре 20° С дает показания, равные 0.

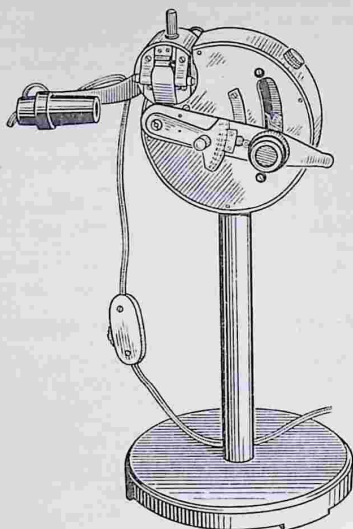


Рис. 9.8. Рефрактометр.

Для поддержания требуемой температуры призмы рефрактометра окружены обоймой, через которую пропускается вода соответствующей температуры.

**Ход определения.** Откидывают верхнюю призму рефрактометра и на поверхность нижней призмы наносят 2—3 капли исследуемого масла, затем плотно прижимают их верхней призмой. С помощью зеркала направляют свет через открытую часть нижней призмы и устанавливают окуляр так, чтобы имеющийся на шкале крест (пунктир) был отчетливо виден. Вращением призмы (компенсатора) достигают совпадения границы темной и освещенной частей поля с точкой пересечения креста (пунктира). Показания отсчитывают с помощью лупы не менее трех раз и за окончательный результат принимают среднее арифметическое значение.

### 9.9.2.3. Определение кислотного числа

Кислотное число — это количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для нейтрализации свободных жирных кислот, содержащихся в 1 г жира.

Оборудование. 1. Колбы конические вместимостью 150—200 см<sup>3</sup>. 2. Бюретки вместимостью 25 и 50 см<sup>3</sup>. Баня водяная.

Реактивы. 1. Фенолфталеин — 1% спиртовой раствор. 2. Гидроксид калия — 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствор. 3. Эфир этиловый. 4. Спирт ректификат. 5. Нейтральная смесь.

Приготовление нейтральной смеси. Смешивают 2 части этилового эфира и 1 часть этанола и нейтрализуют 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствором гидроксида калия (натрия) до слабого изменения окраски смеси. Раствор индикатора добавляют к спиртоэфирной смеси из расчета, чтобы в 250 см<sup>3</sup> спиртоэфирной смеси содержался 1 см<sup>3</sup> раствора фенолфталеина.

Ход определения. Навеску испытуемого жира массой 5 г помещают в коническую колбу, расплавляют на водяной бане и приливают 50 см<sup>3</sup> нейтрлизованной спиртоэфирной смеси и взбалтывают. Полученный раствор при постоянном взбалтывании быстро титруют 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствором гидроксида калия (натрия) до отчетливого изменения окраски.

Кислотное число в миллиграммах КОН определяют по формуле:

$$x = \frac{V \cdot k \cdot 5,61}{m},$$

где  $V$  — объем 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроксида калия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;  $K$  — поправка к нормальности раствора щелочи; 5,61 — содержание гидроксида калия в 1 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроксида калия, мг;  $m$  — навеска испытуемого жира, г.

Расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать 0,1 мг.

#### Контрольные вопросы и задачи

1. Какова биологическая ценность пищевых жиров животного происхождения? Как классифицируют пищевые жиры?

2. Как производится отбор проб и их подготовка к лабораторному исследованию?

3. Как исследуют органолептические показатели пищевых жиров?

4. Какие физико-химические показатели исследуют для определения доброкачественности пищевых жиров?

5. Какова методика определения влаги и кислотности пищевых жиров? В чем состоит гигиеническое значение определения этих показателей?

6. Как определяют степень окислительной порчи жира?

7. Перечислите товарные наименования коровьего масла, дайте им характеристику.

8. Каковы химические показатели коровьего масла?

9. Перечислите органолептические показатели коровьего масла.

10. Как производится отбор и подготовка проб коровьего масла к анализу?

11. Как определяют влагу и сухой обезжиренный остаток в масле?

12. Каковы принцип метода и ход определения поваренной соли и кислотности в масле?

13. Что понимают под градусами Кеттстофера?

14. Какова биологическая ценность растительного масла в зависимости от способа обработки?

15. Перечислите методы отбора проб растительного масла.

16. Как определяют органолептические свойства растительного масла?

17. Каковы физико-химические показатели подсолнечного масла?

18. Рассчитайте содержание жира в любительском сливочном масле, если содержание влаги в нем 20%, обезжиренное сухое вещество составляет 1%.

19. На титрование 5 г коровьего масла израсходовано 1,5 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора гидроксида натрия. Рассчитайте кислотность масла в градусах Кеттстофера и сопоставьте с нормой.

20. При определении влаги в крестьянском масле найдено: масса тигля 43,88 г; навеска масла 5 г, масса тигля с навеской после нагревания 47,63 г. Определите содержание влаги в процентах, сопоставьте с гигиеническими нормами.

21. При определении поваренной соли на титрование 5 г сливочного масла, разведенного в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, израсходовано 2,5 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора нитрата серебра. Рассчитайте содержание поваренной соли, сопоставьте с нормами.

22. На титрование 5 г подсолнечного масла пошло 1,8 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора гидроксида натрия. Рассчитайте кислотное число, сопоставьте с гигиеническими нормами.

## 9.10. Исследование муки

**Цель занятия.** Закрепить знания, полученные на теоретических занятиях о продуктах растительного происхождения. Освоить методы физико-химического исследования муки.

**Задания.** 1. Ознакомьтесь с методами отбора проб муки на исследование. 2. Произведите органолептическое исследование предложенного образца муки. 3. Определите в муке влагу, кислотность, количество сырой клейковины, зольность.

4. Оформите протокол лабораторного исследования. 5. Ответьте на контрольные вопросы и решите задачи.

Доброкачественность муки зависит от наличия примесей, сорняков, металлических частиц, амбарных вредителей, а также условий хранения муки.

**Отбор проб.** Для составления исходного образца из зашитых мешков пробы отбирают мешочным мучным щупом. Щуп вводят по направлению к средней части мешка снизу вверх, желобком вниз, затем поворачивают его на  $180^\circ$  и вынимают. Из бязевых мешков с льняной подшивкой пробы берут из горловины. Муку исходного образца тщательно перемешивают и от нее отбирают средний образец массой 400—500 г, но не более 2 кг. Направляемый для исследования образец муки сопровождают соответствующим документом. В лаборатории средний образец муки разравнивают и делят по диагонали на 4 сектора. Муку из каждых двух противоположных секторов собирают суммарной массой около 500 г в две банки с притертыми пробками и снабжают этикетками. В лаборатории образец муки рассматривается, взвешивается и регистрируется.

Для определения влаги отбирают из разных мест пробы навеску массой около 100 г и помещают в банку или бутылку и закрывают. Этот образец должен храниться при комнатной температуре ( $18-20^\circ\text{C}$ ).

#### 9.10.1. Органолептическая оценка

**Определение запаха.** 20 г муки высыпают на чистую бумагу, согревают дыханием и исследуют запах. Для более точного определения запаха это количество муки переносят в стакан, обливают горячей водой температуры  $60^\circ\text{C}$ , затем воду сливают и определяют запах испытуемого продукта. В сомнительных случаях, при наличии выраженного запаха, производят пробную выпечку хлеба и определяют запах в хлебе.

**Определение вкуса и хруста.** Определяют путем разжевывания 1—2 навесок муки массой около 1 г каждая. В сомнительных случаях производится пробная выпечка хлеба с последующим определением вкуса и хруста.

**Определение цвета.** Испытуемый образец сравнивается со специально изготовленным стандар-

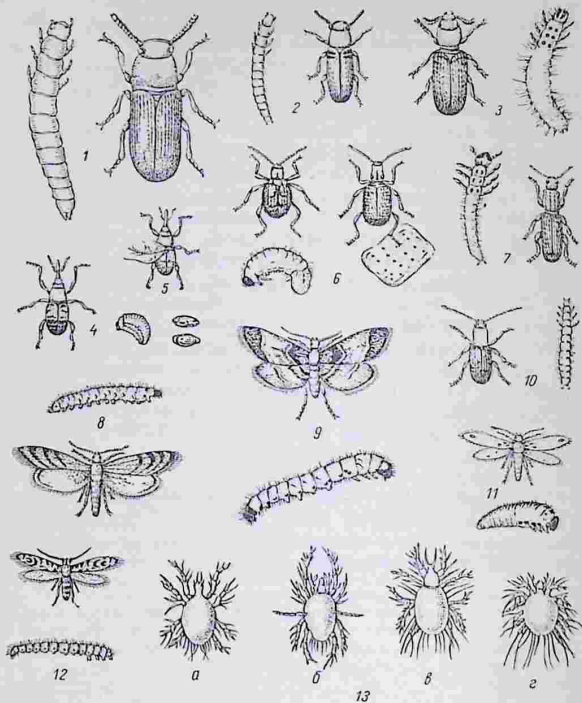


Рис. 9.9. Амбарные вредители.

1 — большой мучной хрущак; 2 — малый хрущак; 3 — мавританская козявка; 4 — амбарный долгоносик; 5 — рисовый долгоносик; 6 — притворяшка-вор; 7 — суринамский мукоед; 8 — мельничная огневка; 9 — мучная огневка; 10 — рыжий мукоед; 11 — зерновая моль; 12 — хлебная, или амбарная, моль; 13 — клещи: а — мучной; б — хищный; в — удлиненный; г — волосатый.

том; обращают внимание на наличие отдельных частей, оболочек и посторонних примесей. Определение цвета производят при дневном освещении или ярком искусственном. Арбитражные анализы производят только при дневном рассеянном свете. Сравнение со стандартом осуществляется методом прессования пли-

точек из муки испытуемого образца и образца, принятого за стандарт. Плиточки можно прессовать вручную, насыпая на стекло или доску 3—5 г муки испытуемой и стандартной. Гладкой ложкой или ребром стекла разравнивают обе порции муки до получения слоя 5 мм. Обе порции муки должны соприкасаться. Покрывают сверху стеклянной пластинкой, опрессовывают.

#### *9.10.1.1. Определение зараженности амбарными вредителями*

Для определения зараженности амбарными вредителями берут 1 кг сортной муки, выделенной из среднего образца. Путем простого осмотра муки, рассыпанной тонким слоем, обнаруживают крупные экземпляры мучных вредителей. Для определения мелких вредителей муку просеивают через сито определенного размера (0,56 мм, 0,67 мм и т. д.) и с помощью лупы или стереоскопического микроскопа рассматривают оставшихся на сите вредителей. Мука с наличием амбарных вредителей в пищу не допускается (рис. 9.9).

#### *9.10.1.2. Определение металлопримесей.*

1 кг муки рассыпают на гладкой поверхности слоем толщиной 0,5 см и проводят над мукой магнитом. Снятые с магнита металлические примеси собирают на часовое стекло, взвешивают и рассчитывают их содержание в миллиграммах на 1 кг продукта. Количество металлопримесей не должно превышать 3 мг/кг, а размеры — 0,3 мм в наибольшем линейном измерении.

### **9.10.2. Физико-химические исследования**

#### *9.10.2.1. Определение влаги*

Основным методом определения влаги является высушивание навесок муки в электрическом сушильном шкафу. Из разных мест пробы совком отбирают две порции массой по 5 г каждая в две предварительно взвешенные и высушенные до постоянной массы бюксы. При достижении температуры 130° С в шкафу быстро помещают в него бюксы с навесками муки

(крышки с бюкс необходимо снять). Высушивают 40 мин при температуре 130° С. Потом бюксы закрывают крышками и щипцами переносят в эксикатор до полного охлаждения. После охлаждения бюксы взвешивают и по разности между массой до и после высушивания определяют количество испаряющейся влаги. За влажность данной партии муки принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

Содержание влаги определяют по формуле:

$$x = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{(m_1 - m_0)} \%,$$

где  $m_0$  — масса бюксы, г;  $m_1$  — масса бюксы с навеской до высушивания, г;  $m_2$  — масса бюксы с навеской после высушивания, г.

#### 9.10.2.2. Определение сырой клейковины

Для определения количества клейковины из среднего образца отвешивают 25 г муки, помещают в фарфоровую чашку или ступку, прибавляют 13 см<sup>3</sup> питьевой воды температуры 18—20° С и при помощи пестика или шпателя замешивают тесто до тех пор, пока оно не станет однородным. После скатывания в шарик тесто кладут в чашку, прикрывают стеклом (для предотвращения затвердевания) и оставляют на 20 мин при температуре 18±2° С. После этого под струей водопроводной воды температуры 18±2° С отмывают крахмал, разминая тесто пальцами. Отмывание считается законченным, когда промывная вода становится прозрачной. Отжатую клейковину взвешивают с точностью до 0,01 г.

Содержание клейковины определяют по формуле:

$$x = \frac{b \cdot 100}{a} \%,$$

где  $b$  — масса отжатой клейковины, г;  $a$  — навеска муки, г.

В доброкачественной пшеничной муке клейковины содержится не менее 25%.

#### 9.10.2.3. Определение кислотности

Кислотность муки выражается в градусах. Градусы кислотности определяются количеством 1 н. раствора

гидроксида калия (натрия), необходимого для нейтрализации кислот, содержащихся в 100 г муки.

5 г муки насыпают в колбу, куда предварительно наливают с помощью мерного цилиндра 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Добавляют 2—3 капли 1% раствора фенолфталеина, титруют до розовой окраски 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора щелочи.

Кислотность муки в градусах кислотности определяют по формуле:

$$x = \frac{V \cdot 100}{m \cdot 10},$$

где  $V$  — объем 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора щелочи, пошедший на титрование, см<sup>3</sup>;  $m$  — навеска муки, г; 100 — коэффициент для пересчета на 100 г продукта; 10 — коэффициент для пересчета 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия в 1 моль/дм<sup>3</sup> раствор.

#### 9.10.2.4. Определение минеральных веществ

Основными элементами золы муки являются фосфор в виде  $P_2O_5$  и калий в виде  $K_2O$ . Из остальных элементов в золе муки обнаружены: натрий, кальций, магний, хлор, сера и др. Для каждого сорта муки стандартом устанавливаются нормы.

Основным способом определения зольности является способ без применения ускорителя. Навеску муки массой 20—30 г помещают на стеклянную пластинку размером 20×20 см и перемешивают совком, разравнивают тонким слоем и прикрывают другим стеклом. В два прокаленных и доведенных до постоянной массы тигля из разных мест отвешивают 1,5—2,0 г муки или отрубей. Тигли взвешивают, затем ставят в муфель сначала около дверцы, а после сгорания продвигают вглубь и прокаливают до белого или слегка сероватого цвета. После охлаждения в эксикаторе взвешивают. Вновь прокаливают 20 мин и снова после охлаждения взвешивают.

Зольность на сухое вещество определяют по формуле:

$$x = \frac{a \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - b)} \%,$$

где  $m$  — навеска муки, г;  $a$  — масса золы, г;  $b$  — содержание влаги в муке, %

Среднее арифметическое значение из двух параллельных определений принимается за фактическую зольность продукта.

### Контрольные вопросы и задачи

1. Какова биологическая ценность продуктов растительного происхождения?
2. Перечислите показатели, влияющие на доброкачественность муки.
3. Как проводится отбор муки на исследование?
4. Как определяют органолептические свойства муки, содержание металлопримесей и зараженность ее амбарными вредителями?
5. Каковы ход определения влаги и кислотности муки? Какое гигиеническое значение имеют эти определения?
6. Что такое клейковина? Как она определяется?
7. Перечислите минеральный состав муки, от чего он зависит? Как определяют зольность муки?
8. Масса золы, полученной при сжигании 2 г пшеничной обойной муки, — 0,0258 г; содержание влаги — 14%. Рассчитайте содержание золы в процентах в пересчете на сухое вещество, дайте гигиеническую оценку.
9. При определении клейковины в 25 г пшеничной муки масса отмытой клейковины составила 5,8 г. Определите содержание клейковины в процентах, дайте гигиеническую оценку.

### 9.11. Исследование хлеба

**Цель занятия.** Освоить методы санитарной экспертизы хлебобулочных изделий

**Задания.** 1 Ознакомьтесь с методами отбора проб хлеба на исследование 2 Дайте органолептическую оценку предложенным образцам хлеба 3. Определите в хлебе влажность, кислотность, пористость. 4. Оформите протокол лабораторного исследования. 5. Ответьте на контрольные вопросы и решите задачи.

**Отбор проб.** Образцы отбирают от партии хлеба и хлебобулочных изделий, отвечающих требованиям стандарта или технических условий. Партией считают хлеб и хлебобулочные изделия одного наименования, изготовленные одним предприятием и полученные по одной накладной. Средней пробой считают часть партии, соответствующим образом отобранную, внешние признаки которой характеризуют всю партию.

Среднюю пробу отбирают в следующих количествах: при массе от 1 до 3 кг — 0,2% всей партии, но не менее 5 штук; при массе менее 1 кг — 0,3%

всей партии, но не менее 10 штук. От средней пробы для лабораторного исследования отбирают хлеб в следующих количествах: от весовых и штучных изделий массой более 400 г — 1 штуку; массой от 400 до 200 г — не менее 2 штук; массой от 200 до 100 г — не менее 3 штук; массой менее 100 г — не менее 6 штук.

Лабораторные образцы упаковывают в бумагу, обвязывают шпагатом, печатают, прикладывают акт отбора, в котором указывают: наименование изделия; дату и место отбора; массу и номер партии; дату и час выпечки партии; кем произведен отбор, наименование предприятия, изготовившего изделие; цель исследования.

#### 9.11.1. Органолептическая оценка

По органолептическим показателям хлеб должен соответствовать следующим требованиям: поверхность — гладкая, без крупных трещин и подрывов, булки и батоны с надрезами, для круглых булок допускаются наколы. Крупными трещинами считают трещины, проходящие через всю верхнюю корку в одном или нескольких направлениях и имеющие ширину более 1 см. Крупными подрывами считаются подрывы, охватывающие всю длину боковой стороны формового хлеба или более половины окружности подового хлеба и имеющие ширину более 2 см для подового хлеба и более 1 см для формового хлеба;

окраска — для пшеничного хлеба от светло-желтой до коричневой, без подгорелости и бледности, для ржаного хлеба — равномерная, от светло-коричневой без подгорелости и бледности;

состояние мякиша характеризуется: пропеченностью (должен быть не липким, промешанным, без комков); пористостью (не иметь пустот и признаков закала); эластичностью (при мягком надавливании пальцами должен принимать первоначальную форму); свежестью (не быть черствым); вкусом и запахом, свойственными хлебу (отсутствие кислого, пресного вкуса, горечи, затхлого запаха)

#### 9.11.2. Физико-химические исследования

Физико-химические показатели (табл. 9.14) определяют, считая с момента выхода изделий из печи, не

ранее чем через 3 ч и не позднее: для хлеба из обычных сортов муки — 48 ч; для пшеничного хлеба из сортовой муки — 24 ч; для мелкоштучных изделий не ранее 1 ч и не позднее 16 ч.

Таблица 9.14. Физико-химические показатели разных видов хлеба

Изделия	Влага, % не более	Кислотность мякиша, градусы	Пористость мякиша, % не более	ГОСТ
Хлеб пшеничный из муки: высший сорт	43—44	3	70—72	8055—56
первый »	44—45	3	65—68	
второй »	44—45	4	63—65	
Хлеб пшеничный из обойной муки	48	7	54—55	2078—55
Ржаной, из пшенично- ржаной муки	49	10—12	47—50	2077—84

#### 9.11.2.1. Определение пористости

Для определения применяют прибор Журавлева (рис. 9.10), состоящий из металлического цилиндра (а) с заостренным краем с одной стороны; деревянной втулки (б); деревянного или металлического лотка с поперечной стенкой (в). На лотке, на расстоянии 3,8 см от стенки, имеется прорезь глубиной 1,5 см.

Ход определения. Из середины изделия вырезают кусок (ломоть) шириной не менее 7—8 см. Из мякиша куска на расстоянии не менее 1 см от корок делают выемки цилиндром прибора. Острый край цилиндра предварительно смазывают растительным маслом. Цилиндр вводят вращательным движением в мякиш куска. Заполненный мякишем цилиндр укладывают на лоток так, чтобы ободок его плотно входил в прорезь, имеющуюся на лотке. Затем хлебный мякиш выталкивают из цилиндра деревянной втулкой примерно на 1 см и срезают его у края цилиндра острым ножом. Отрезанный кусок мякиша удаляют. Оставшийся в цилиндре мякиш выталкивают втулкой до стенки лотка и также отрезают у края цилиндра.

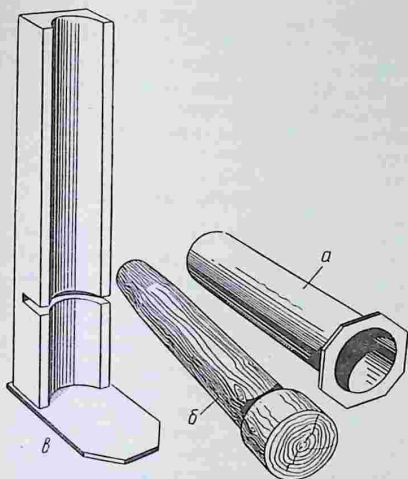


Рис. 9.10. Прибор Журавлева. Объяснение в тексте.

Объем вырезанного цилиндра хлебного мякиша вычисляют по формуле:

$$V = \frac{3,14 \cdot d^2 \cdot H}{4},$$

где  $d$  — внутренний диаметр цилиндра, см;  $H$  — длина цилиндра хлебного мякиша, см.

При внутреннем диаметре цилиндра 3 см и расстоянии от стенки лотка до прорези 3,8 см объем выемки цилиндра мякиша равен  $27 \text{ см}^3$ .

Для определения пористости пшеничного хлеба делают 3 цилиндрических выемки, для ржаного хлеба — 4 выемки, объемом  $27 \text{ см}^3$  каждая. Приготовленные выемки взвешивают одновременно с точностью до 0,01 г.

Пористость определяют по формуле:

$$x = \frac{V - G}{V} \cdot 100\%,$$

где  $V$  — общий объем выемок хлеба,  $\text{см}^3$ ;  $G$  — масса выемок, г;  $\rho$  — плотность беспористой массы мякиша.

3. Какие дефекты могут встречаться в хлебе при нарушении технологии его выпечки?

4. Дайте органолептическую оценку предложенному образцу хлеба.

5. Масса бюксы с навеской хлеба до высушивания 15,5 г, после высушивания 13,1 г, навеска хлеба 5 г. Определите содержание влаги в хлебе и его вид (хлеб свежий).

6. Произведено 4 выемки хлеба цилиндром прибора Журавлева, общая масса выемок 68 г, плотность беспористой массы 1,21. Определите пористость хлеба и его вид (хлеб свежий).

7. На титрование навески массой 25 г хлеба израсходовано  $5 \text{ см}^3$  0,1 н. раствора гидроксида натрия. Определите кислотность хлеба и его вид (хлеб свежий).

## 9.12. Исследование баночных консервов

**Цель занятия.** Освоить методы исследования баночных консервов.

**Задания.** 1. Ознакомьтесь с правилами отбора проб баночных консервов для анализа. 2. Определите внешний вид тары (расшифруйте штамп на банке, опишите конфигурацию, определите герметичность, состояние внутренней поверхности). 3. Подготовьте пробу для физико-химических анализов. 4. Произведите органолептическую оценку консервов. 5. Определите химические показатели (кислотность, сухие вещества, поваренную соль). 6. Оформите результаты исследования. 7. Ответьте на контрольные вопросы и решите задачи.

Консервы бывают мясные, рыбные, мясо-растительные, овощные, фруктовые, молочные; каждая группа имеет свой ассортимент.

Пищевые продукты, герметически укупоренные в банки, в зависимости от обработки подразделяются на консервы пастеризованные, стерилизованные и нестерилизованные (пресервы).

Качество и пищевая ценность консервов зависят от качества сырья, технологического процесса, санитарных условий производства и качества тары, в которую они упаковываются.

**Отбор проб.** После тщательного осмотра партии консервов отбирают образцы для лабораторного исследования. Количество образцов составляет не менее 10 штук от партии. Если партия консервов имеет банки с повреждениями, то количество образцов удваивается. Консервы расфасовкой менее 1 кг отбирают по 5 банок для химического и бактериологического исследований. Для лабораторного исследова-

ния консервы более крупной расфасовки (3, 7, 15 кг) отбираются по 3 единицы.

Отобранные образцы консервов для исследования должны сопровождаться соответствующими документами.

### 9.12.1. Определение внешнего вида тары

Все консервы должны иметь этикетку или литографированную поверхность, на которых обозначены: наименование и товарный знак предприятия-изготовителя; наименование продукции; сорт; масса нетто; номер стандарта или технических условий на упакованную продукцию; условия и срок хранения (для продукции, требующей особых условий хранения); состав пищевых веществ; способ подготовки к употреблению; розничная цена. На консервах с ограниченным сроком хранения должна быть указана дата выработки.

На дне и крышке ставится штампованное условное обозначение, например:

#### *мясные консервы*

ММ 257

125А 37

1-й ряд: ММ — индекс мясной промышленности; 25 — номер завода; 7 — последняя цифра года;

2-й ряд: 1 — номер смены; 25 число (до девятого числа включительно впереди ставится ноль); А — индекс месяца (А — январь, Б — февраль и т. д., исключая 3), 37 — ассортиментный номер.

#### *рыбные консервы*

051086

137157

1Р

1-й ряд: 05 — число; 10 — месяц (октябрь); 86 — год; 2-й ряд: 137 — ассортиментный номер; 157 — номер завода; 3-й ряд: 1 — номер смены; Р — индекс рыбной промышленности.

#### *плодоовощные консервы*

37К45

9250188

1-й ряд: 37 — ассортиментный номер; К — индекс плодоовощной промышленности; 45 — номер за-

вода; 2-й ряд: 9 — номер смены; 25 — число; 01 — месяц (январь); 88 — год.

При экспертизе банок обращают внимание на их поверхность. Банки должны быть гладкими, недеформированными, не ржавыми. Обращают внимание на конфигурацию банок. При нарушении конфигурации могут отмечаться: бомбаж — вздутие дна или крышки банки, не пропадающее после надавливания на него пальцами; хлопуша — выпуклость дна или крышки, которая при нажиге исчезает на одном конце банки и одновременно возникает на другом конце, сопровождающаяся при этом характерным хлопающим звуком.

Бомбаж может иметь физическую, химическую или биологическую природу.

**Физический бомбаж** — вздутие банок в результате переполнения их продуктом или замерзания содержимого банки, а также непосредственно после стерилизации (временный или ложный бомбаж).

**Химический бомбаж** — вздутие банок в результате скопления газа, образовавшегося в процессе электролитической диссоциации при коррозии внутренней поверхности металлической банки.

**Биологический бомбаж** — вздутие банок вследствие повышения давления внутри банок в результате выделения газообразных продуктов жизнедеятельности микроорганизмов.

#### **Определение герметичности (ГОСТ 8756-18—70).**

Производится несколькими методами, наиболее простым из которых является погружение банок в теплую воду. Металлические банки предварительно освобождают от этикеток и моют, затем помещают в нагретую до кипения воду в один ряд. Следят, чтобы после погружения банок температура воды была не ниже 85° С. Воду берут в 4-кратном количестве по отношению к массе банок, чтобы слой воды над банками был высотой не менее 25—30 мм.

Появление струйки пузырьков в каком-либо месте банки указывает на ее негерметичность. Банки следует выдерживать в горячей воде по 5—7 мин установленными в вертикальном положении на дно, а затем на крышку.

**Определение состояния внутренней поверхности металлических банок.** Банки освобождают от содержимого, моют и протирают досуха. Отмечают: наличие

и степень распространения темных пятен, появившихся в результате растворения полуды и обнажения железа или образования сернистых и других соединений; наличие и степень распространения ржавых пятен; наличие и размер наплывов припоя внутри банок; степень сохранности лака или эмали на внутренней поверхности лакированной тары; состояние резиновых прокладок или уплотнителей пасты у дна и крышки банки.

### 9.12.2. Органолептическая оценка (ГОСТ 8756.1—79)

Органолептические испытания проводят после получения удовлетворительных результатов микробиологического и химического анализа.

Консервы, которые необходимо перед органолептическими испытаниями довести до кулинарной готовности, готовят по способу, указанному на этикетке. При оценке запаха определяют аромат, гармонию запахов, так называемый букет, устанавливают наличие посторонних запахов. При определении цвета устанавливают различные отклонения от цвета, специфического для данного вида продукта. При оценке консистенции в зависимости от технических требований определяют густоту, клейкость, твердость продукта. Вкус продукта должен соответствовать виду консервов.

### 9.12.3. Физико-химические исследования

Подготовка проб (ГОСТ 26671—85). Продукты фруктовые, овощные, мясные и мясо-растительные измельчают, растирают, перемешивают, удаляют косточки, специи, веточки, посторонние примеси; продукты, содержащие животные жиры, нагревают на водяной бане, в термостате или сушильном шкафу до расплавления жира; замороженные продукты предварительно размораживают в закрытом сосуде.

#### 9.12.3.1. Определение кислотности

Определение проводят потенциметрическим или визуальным методом. При использовании визуального метода титруют исследуемый раствор раствором гидроксида натрия в присутствии индикатора фенолфталеина (ГОСТ 25555.0—82).

Оборудование. 1. Весы. 2. Колбы мерные вместимостью 250 см<sup>3</sup>. 3. Стаканы химические вместимостью 50, 100, 250 см<sup>3</sup>. 4. Воронки стеклянные диаметром от 75 до 100 мм. 5. Колбы конические вместимостью 250 см<sup>3</sup>. 6. Палочки стеклянные. 7. Бумага фильтровальная. 8. Пипетки вместимостью 25, 50, 100 см<sup>3</sup>. 9. Бюретка вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Реактивы. 1. Гидроксид натрия — титрованный 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (н.) раствор. 2. Фенолфталеин — 1% спиртовой раствор.

Ход определения. В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> переносят количественно навеску продукта массой 25 г, если продукт жидкий — массой 50 г. Затем в колбу до половины приливают воду температуры 80 ± 5° С, тщательно встряхивают и выдерживают в течение 30 мин, периодически встряхивая. После охлаждения содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки, тщательно перемешивают содержимое и фильтруют через складчатый фильтр в колбу.

В коническую колбу отбирают пипеткой 25—50 см<sup>3</sup> фильтрата. Подбирают количество фильтрата так, чтобы на титрование расходовалось 10—20 см<sup>3</sup> раствора гидроксида натрия. В колбу с фильтратом добавляют 3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия при непрерывном перемешивании до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Кислотность определяют в процентах соответствующей кислоты по формуле:

$$x = \frac{V \cdot c \cdot M \cdot V_0 \cdot 0,1}{m \cdot V_1}$$

где  $V$  — объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;  $c$  — молярная концентрация раствора гидроксида натрия, моль/дм<sup>3</sup>;  $m$  — масса навески, г;  $M$  — молярная масса, г/моль (для яблочной кислоты — 67,0; для винной кислоты — 75,0; для лимонной кислоты — 64,0; для уксусной кислоты — 60,0; для щавелевой кислоты — 45,0; для молочной кислоты — 90,1);  $V_0$  — объем дистиллированной воды, взятой для извлечения кислот, см<sup>3</sup>;  $V_1$  — объем фильтрата, взятого для титрования, см<sup>3</sup>.

### 9.12.3.2. Определение сухих веществ (ГОСТы 8756.2—82 и 26808—86)

Ход определения. Во взвешенную бюксу с прокаленным песком и палочкой, высушенную до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре  $103 \pm 2^\circ \text{C}$  и охлажденную в эксикаторе, помещают пробу массой около 5 г, которую перемешивают с песком. Открытую бюксу с навеской сушат в сушильном шкафу в течение 4 ч при температуре  $103 \pm 2^\circ \text{C}$ . Затем бюксу закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают. После первого взвешивания бюксу вновь сушат в течение 1 ч, охлаждают и взвешивают. Эту операцию повторяют до тех пор, пока разница между двумя последовательными взвешиваниями будет не более 0,002 г.

Содержание сухих веществ определяют по формуле:

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

где  $m$  — масса бюксы с песком и стеклянной палочкой, г;  $m_1$  — масса бюксы с песком, стеклянной палочкой и навеской до высушивания, г;  $m_2$  — масса бюксы с песком, стеклянной палочкой и навеской после высушивания, г.

### 9.12.3.3. Определение поваренной соли

Принцип метода. См. 7.4.8.

Оборудование. 1. Химический стакан. 2. Мерная колба вместимостью 250 см<sup>3</sup>. 3. Водяная баня. 4. Пипетки. 5. Фарфоровый тигель. 6. Стеклянная палочка. 7. Бумага лакмусовая.

Реактивы. 1. Фенолфталеин — 10 г/дм<sup>3</sup> раствор в 95% этаноле. 2. Гидроксид натрия — 10 г/дм<sup>3</sup> раствор. 3. Серная кислота (плотность 1,83). 4. Нитрат серебра — 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствор: 16,989 г нитрата серебра растворяют в дистиллированной воде в колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят объем до метки. 5. Гидрокарбонат калия. 6. Хромат калия — 100 г/дм<sup>3</sup> раствор.

Ход определения. Из подготовленной пробы в химический стакан берут навеску массой 25 г и количественно переносят ее в 100 см<sup>3</sup> горячей воды в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Смесь периодически взбалтывают в течение 15 мин на водяной бане.

После охлаждения до комнатной температуры объем содержимого колбы доводят водой до метки и фильтруют через бумажный фильтр.

20 см<sup>3</sup> полученного фильтрата отбирают пипеткой в коническую колбу и в зависимости от рН среды нейтрализуют либо раствором гидроксида натрия, либо раствором серной кислоты в присутствии фенолфталеина. Отмечают объемы реактивов, необходимые для нейтрализации фильтрата.

В другую коническую колбу также вносят пипеткой 20 см<sup>3</sup> полученного фильтрата и, не добавляя фенолфталеина, добавляют пипеткой необходимые объемы растворов гидроксида натрия или серной кислоты и 1 см<sup>3</sup> раствора хромата калия, затем титруют раствором нитрата серебра до появления кирпично-красной окраски.

Нейтрализацию фильтрата можно проводить и другим способом. Для этого в приготовленный и отмеренный в коническую колбу раствор опускают небольшой кусок лакмусовой бумаги, затем добавляют на кончике шпателя несколько кристаллов гидрокарбоната калия до появления синего окрашивания лакмусовой бумаги. Избыток гидрокарбоната калия не влияет на результаты анализа. После прекращения выделения пузырьков в растворе в вытяжку добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора хромата калия и титруют раствором нитрата серебра до появления кирпично-красной окраски.

Содержание хлоридов определяют по формуле:

$$x = \frac{V \cdot M \cdot c \cdot V_1 \cdot 0,1}{m \cdot V_2} \frac{\tilde{c}}{\%},$$

где  $V$  — объем раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;  $c$  — молярная концентрация раствора нитрата серебра, моль/дм<sup>3</sup>;  $M$  — молярная масса хлорида натрия, равная 58,45 г/моль;  $m$  — масса навески, г;  $V_1$  — объем дистиллированной воды, взятой для разведения навески, см<sup>3</sup>;  $V_2$  — объем фильтрата, взятый для определения, см<sup>3</sup>.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,1%.

## Контрольные вопросы и задачи

1. Перечислите способы консервирования пищевых продуктов.
2. Перечислите виды консервов. Чем отличаются консервы от персервов?
3. От чего зависят качество и пищевая ценность консервов?
4. Как производится отбор проб баночных консервов для анализа?
5. Каков порядок определения внешнего вида тары? Как маркируются консервы?
6. Перечислите причины бомбажа и их виды.
7. Как проверяется герметичность банки и состояние ее внутренней поверхности?
8. Как подготавливают пробу для физико-химических анализов?
9. Как проводится органолептическая оценка консервов?
10. Как определяют кислотность и сухие вещества?
11. В чем заключается принцип аргентометрического метода по Мору определения поваренной соли?
12. На титрование  $20 \text{ см}^3$  фильтрата, приготовленного из  $25 \text{ г}$  навески рыбных консервов в томате, пошло  $2 \text{ см}^3$   $0,1 \text{ н.}$  раствора нитрата серебра. Рассчитайте содержание поваренной соли и сопоставьте с нормой.
13. В пионерском лагере на время двухдневного похода выдали крупу, хлеб, консервы. При наружном осмотре банок отмечено: часть банок имеет глубокие вмятины, донышки слегка вздуты, при надавливании прогибаются внутрь и не сразу возвращаются в исходное положение. Ржавчина отсутствует, банки смазаны техническим жиром. На банке имеется оттиск: 1281089. Какие исследования следует провести для решения вопроса о доброкачественности помятых консервов? Можно ли разрешить употребление помятых консервов для питания детей? Расшифруйте оттиск на банке.
14. Расшифруйте штампованные условные обозначения на консервной банке:  
1) М 10697    2) 24 Ж 7  
   2030885         295 Д  
                           Р 67.
15. На титрование  $50 \text{ см}^3$  фильтрата, приготовленного из  $25 \text{ г}$  рыбных консервов в томате, пошло  $3 \text{ см}^3$   $0,1 \text{ н.}$  раствора щелочи. Рассчитайте кислотность и сопоставьте с гигиеническими нормами.

### 9.13. Исследование безалкогольных напитков

**Отбор проб (ГОСТ 6687.0—74).** От продукции, находящейся в бочках, цистернах, бутылках пробы отбирают мерным цилиндром и сифоном пропорционально вместимости тары ( $1 \text{ см}^3$  пробы от каждого литра напитка, сиропа в бочке, цистерне или бутылки) в отдельные бутылки. Разовые пробы соединяют вместе, перемешивают и составляют общую пробу. Для проверки качества продукции, расфасованной в бутылки,

отбирают 10 бутылок от партии до 5 тыс. бутылок, 10—20 бутылок от партии свыше 5 тыс. бутылок. Для определения оксида углерода (IV) от партии отбирают 3—5 бутылок, для определения стойкости — 2 бутылки. Содержимое отобранных бутылок соединяют вместе, предварительно проверив полноту налива, перемешивают и составляют общую пробу. Общую пробу разливают в бутылки вместимостью 0,5 дм<sup>3</sup>. До проведения анализа бутылки с общими пробами должны храниться при температуре от 0 до  $\pm 4^{\circ}$  С.

### 9.13.1. Органолептическая оценка (ГОСТ 6687.5—75)

Прозрачность (отсутствие посторонних и взвешенных частиц, а также мути), внешний вид и цвет напитка или сиропа определяют визуально в чистом цилиндрическом стакане вместимостью 250 см<sup>3</sup>, диаметром 70 мм в проходящем дневном свете.

Аромат и вкус напитка или сиропа определяют органолептически немедленно после налива пробы в дегустационный бокал при температуре не выше 12° С.

### 9.13.2. Физико-химические исследования

#### 9.13.2.1. Определение общей кислотности (ГОСТ 6687.4—86)

Кислотность выражают в см<sup>3</sup> 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 н.) раствора щелочи, пошедшей на титрование 100 см<sup>3</sup> напитка или сиропа.

Оборудование. 1. Пипетки вместимостью 10 см<sup>3</sup>. 2. Бюретки вместимостью 25—50 см<sup>3</sup>. 3. Колбы конические вместимостью 200—250 см<sup>3</sup>. 4. Капельница стеклянная.

Реактивы. 1. Щелочь — 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствор. 2. Фенолфталеин — 1% спиртовой раствор. 3. Вода дистиллированная.

Ход определения. От средней пробы напитка, освобожденного от оксида углерода (IV) взбалтыванием, отбирают пипеткой 10 см<sup>3</sup> в коническую колбу, содержащую 50—100 см<sup>3</sup> кипящей дистиллированной воды, быстро охлаждают до комнатной температуры. В охлажденный раствор прибавляют 4—5 капель 1% спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствором щелочи до получения розовой окраски, не исчезающей 30 с.

При определении кислотности в негазированных напитках и сиропах воду не нагревают.

Общую кислотность определяют по формуле:

$$x = \frac{V \cdot 100}{10 \cdot 10} \text{ см}^3 \text{ 1 н. раствора щелочи,}$$

где  $V$  — объем 0,1 н. раствора щелочи, пошедший на титрование,  $\text{см}^3$ ; 10 — объем напитка, взятый для титрования,  $\text{см}^3$ ; 10 — коэффициент для пересчета 0,1 н. раствора щелочи в 1 н. раствор.

### 9.13.2.2. Определение стойкости (ГОСТ 6687.6—75)

Отобранные бутылки помещают в термостат или темное место при температуре  $20 \pm 2^\circ \text{C}$ . Стойкость напитков — это время (сутки), прошедшее с момента розлива до появления мути или осадка хотя бы в одной бутылке.

Стойкость кваса и напитков из хлебного сырья выражают в сутках, прошедших с момента розлива до начала нарастания кислотности и снижения содержания сухих веществ.

Стойкость товарного сиропа выражают в сутках, прошедших с момента розлива до появления помутнения или признаков брожения [образование пены или пузырьков оксида углерода (IV)].

### 9.13.2.3. Определение плотности

Плотность напитков обусловлена содержанием сухих веществ, основную часть которых составляет сахар, ее определяют сахариметром или с помощью рефрактометра.

Оборудование. 1. Мерный цилиндр вместимостью  $500 \text{ см}^3$ . 2. Термометр максимальный. 3. Сахариметр (рефрактометр). 4. Воронка. 5. Вата.

Ход определения. Напиток освобождают от оксида углерода (IV) взбалтыванием, переливанием из одного стакана в другой или фильтрованием через вату. Напиток наливают в цилиндр и при температуре  $20^\circ \text{C}$  сахариметром определяют плотность.

### Контрольные вопросы и задачи

1. Как производится отбор проб безалкогольных напитков для исследования?

2. Перечислите показатели, свидетельствующие о качестве напитков.

3. Как производится органолептическое исследование напитков?

4. Как определяют кислотность, плотность, стойкость напитков?

5. На титрование 10 см<sup>3</sup> безалкогольного напитка израсходовано 0,8 см<sup>3</sup> 0,1 н. раствора щелочи. Рассчитайте кислотность напитка, сопоставьте с нормами.

#### 9.14. Гигиенический контроль за питанием в организованных коллективах

**Цель занятий.** Знакомство с методикой контроля за питанием в организованных коллективах. Освоить методики определения энергетической ценности готовых блюд, содержания в них жира, белка, золы, витамина С.

**Задания.** 1. Ознакомьтесь с таблицами «Химический состав пищевых продуктов»<sup>1</sup>. 2. Рассчитайте химический состав и энергетическую ценность предложенного обеда по таблицам. 3. Определите в предложенном обеденном рационе: сухие вещества, белок, жир, минеральные вещества, углеводы и фактическую энергетическую ценность блюда. 4. Сопоставьте фактическое содержание белков, жиров, углеводов и энергетическую ценность с расчетными величинами. 5. Сопоставьте расчетные и лабораторные данные с данными «Норм физиологических потребностей в пищевых веществах и энергии для различных групп населения СССР». 6. Ответьте на контрольные вопросы и решите задачи.

Гигиенический контроль за питанием в организованных коллективах предусматривает: 1) установление соответствия фактического химического состава и энергетической ценности готовых блюд расчетным данным; 2) изучение соответствия химического состава и энергетической ценности рационов фактического питания физиологическим потребностям в пищевых веществах и энергии<sup>2</sup>.

##### 9.14.1. Установление соответствия фактического химического состава и энергетической ценности готовых блюд расчетным данным

Расчет химического состава готовых блюд, отдельных приемов пищи и суточных рационов питания, а

<sup>1</sup> Химический состав пищевых продуктов/Под ред. И. М. Скурихина и М. Н. Волгарева.— М.: Агропромиздат, 1987.

<sup>2</sup> «Методические указания по гигиеническому контролю за питанием в организованных коллективах» № 4237—86, утвержденные Минздравом СССР 29 декабря 1986 г

также содержание белков, жиров и углеводов в каждом из входящих в состав блюд пищевых продуктов производят с помощью таблиц «Химический состав пищевых продуктов». Если количества пищевых продуктов приведены в граммах брутто, то их обязательно переводят в граммы нетто, пользуясь указанными в таблицах размерами несъедобной части продуктов.

При определении химического состава блюда используют поправки на потери в процессе кулинарной обработки пищевых продуктов, которые составляют в смешанных рационах питания в среднем: для белков — 6%; жиров — 12%; углеводов — 9%. При расчете химического состава блюд, состоящих только из животных или только из растительных пищевых продуктов, используют следующие величины потерь основных пищевых веществ: для белков — соответственно 8 и 5%; жиров — 25 и 6%; углеводов — 9% (только для растительных пищевых продуктов).

Энергетическую ценность блюд (рационов питания) определяют, умножая количества белков, жиров и углеводов на соответствующие коэффициенты энергетической ценности, равные: для белков — 16,8 (4), жиров — 37,7 (9), углеводов — 16,8 (4) кДж/г (ккал/г)<sup>1</sup>.

Расчет энергетической ценности производят по формуле:

$$x = K_b \cdot (B - B_1) + K_{ж} \cdot (Ж - Ж_1) + K_y \cdot (У + У_1) \text{ кДж (ккал)},$$

где  $B, Ж, У$  — содержание белков, жиров и углеводов в блюде (рационе питания), г;  $B_1, Ж_1, У_1$  — потери белков, жиров и углеводов в блюде (рационе питания) в процессе кулинарной обработки, г;  $K_b, K_{ж}, K_y$  — коэффициенты энергетической ценности белков, жиров и углеводов, кДж (ккал).

Расчет химического состава и энергетической ценности обеда приводится в табл. 9.15.

Из приведенных данных видно, что содержание белков в обеденном рационе составляет 35,15 г, жиров — 35,08 г и углеводов — 119,69 г, а потери при кулинарной обработке пищевых продуктов равняются соответственно 2,10 г, 4,20 г и 10,77 г.

Таким образом, энергетическая ценность обеда будет равна:

$$x = 4 \cdot (35,15 - 2,10) + 9 \cdot (35,08 - 4,20) + 4 \cdot (119,69 - 10,77) = 3541,2 \text{ кДж (845,8 ккал)}$$

<sup>1</sup> 1 ккал = 4,1868 кДж.

При лабораторном исследовании блюд (рационов питания) в подготовленной пробе определяют содержание:

- 1) сухих веществ — высушиванием до постоянной массы;
- 2) белка — методом Кьельдаля;
- 3) жира — экстракционным методом в аппарате Сокслета. В отдельных случаях допускается определение жира методом Гербера;
- 4) минеральных веществ — с использованием расчетных данных. Количество минеральных веществ принимают равным 1,1% к массе порции, а при анализе отдельных блюд: 1,2% — для первых блюд; 1,0% —

Таблица 9.15. Химический состав и энергетическая ценность обеда

Наименование блюд и пищевых продуктов	Масса (нетто) г	Содержание, г			Энергетическая ценность, кДж (ккал)
		белки	жиры	углеводы	
<b>Щи из свежей капусты с мясом</b>					
Мясо говядина I категории	40	7,56	4,96	4,00	
Масло сливочное несоленое	10	0,06	8,25	0,09	
Сметана 30% жирности	10	0,26	3,00	0,23	
Капуста белокочанная	120	2,16	—	6,48	
Картофель	60	1,20	0,06	1,18	
Морковь	30	0,39	0,03	2,10	
Лук репчатый	20	0,34	—	1,90	
Томаты	50	0,30	—	2,10	
Зелень (укроп)	4	0,10	0,02	0,18	
Мука пшеничная I сорта	5	0,53	0,06	3,66	
Всего		12,90	16,38	21,92	1200,36 (286,70)
<b>Гуляш с рисом</b>					
Мясо говядина I категории	80	15,12	9,92	0,80	
Рис	75	5,25	0,45	57,90	
Мука пшеничная I сорта	5	0,53	0,06	3,66	
Лук репчатый	30	0,51	—	2,65	
Зелень (укроп)	4	0,10	0,02	0,18	
Томат-паста	10	0,48	—	1,89	
Масло сливочное несоленое	10	0,06	8,25	0,09	
Всего		22,05	18,70	67,17	2198,88 (525,17)

Продолжение табл. 9.15.

Наименование блюд и пищевых продуктов	Масса (нетто) г	Содержание, г			Энергетическая ценность, кДж (ккал)
		белки	жиры	углеводы	
Компот из свежих яблок					
Яблоки свежие	50	0,20	—	5,65	
Сахар (песок)	25	—	—	24,95	
Всего		0,20	—	30,60	515,81 (123,20)
Итого		35,15	35,08	119,69	3914,99 (935,08)
Потери при кулинарной обработке		2,10	4,20	10,77	393,80 (89,28)
Химический состав и энергетическая ценность с учетом потерь при кулинарной обработке		33,05	30,88	108,92	3541,2 (845,80)

для вторых блюд; 0,5% — для сладких блюд; 0,1% — для напитков. В случаях арбитражного анализа определяют золу путем озоления;

5) углеводов — по разнице между содержанием сухих веществ и суммарным количеством белков, жиров и минеральных веществ.

Фактическую энергетическую ценность блюда (рациона питания) определяют по формуле:

$$x = [C - (B + Ж + M)] \cdot K_y + B \cdot K_б + Ж \cdot K_ж \text{ кДж (ккал)},$$

где  $C$  — содержание сухих веществ, г;  $M$  — содержание минеральных веществ (зола), г;  $B$ ,  $Ж$  — содержание белков, жиров, г;  $K_y$ ,  $K_б$ ,  $K_ж$  — коэффициенты энергетической ценности углеводов, белков, жиров, кДж (ккал).

На основании полученных данных рассчитывают отклонения фактических содержания белков, жиров, углеводов и энергетической ценности от расчетных по

овощные и крупяные блюда по содержанию в них сухих веществ необходимо взять из котлов на раздаче (после тщательного перемешивания) дополнительно порции этих блюд (масса 100—200 г) без жира и соуса и отдельно отобрать пробу соуса. Кроме того, при отборе проб на раздаче нужно определить среднюю массу кулинарных изделий путем взвешивания 10—15 порций.

Взятие готовых блюд оформляется актом выемки пробы, в котором указываются: время отбора проб; наименование учреждения, где взята проба; кем произведена и кем опечатана выемка; вид упаковки пробы; цель лабораторного исследования и т. д. В меню-раскладке точно указываются: наименование; масса пищевых продуктов, пошедших на приготовление одной порции, брутто или нетто в граммах, их вид, сортность; выход блюда.

**Органолептическая оценка.** Сладкие и холодные блюда, закуски и напитки, если они очень холодные, должны подогреваться до соответствующей температуры. Дегустация компотов и киселей проводится в остывшем виде. При оценке внешнего вида и консистенции изделия обращают внимание на цвет, форму, размер, рисунок (структура в разрезе), прозрачность, однородность, эластичность и т. д.

Первые блюда и соусы. При оценке внешнего вида прежде всего обращают внимание на качество обработки сырья, цвет и прозрачность супов. Определение цвета и прозрачности особенно важно при оценке блюд, изготовленных на мясном и рыбном бульоне, так как эти показатели свидетельствуют о качестве исходного сырья.

Оценивая вкус и запах, отмечают пересол, недосол, а также наличие не свойственных данному блюду привкуса и постороннего запаха.

Вторые блюда. Оценивают внешний вид, цвет, вкус, запах, консистенцию. По консистенции судят о степени готовности блюда, правильности закладки сырья и др.

#### *9.14.3.1. Подготовка проб к анализу*

Перед исследованием химического состава блюда или рациона питания все блюда взвешивают. Первые блюда гомогенизируют вместе с входящими в них

мясными или рыбными продуктами, из которых перед гомогенизацией удаляют несъедобные части; съедобную часть взвешивают. Из вторых блюд также удаляют несъедобные части, взвешивают, затем измельчают в мясорубке или размельчителе тканей целиком, включая мясо и рыбу.

#### 9.14.3.2. Определение сухих веществ

Оборудование. 1. Весы лабораторные. 2. Шкаф сушильный. 3. Бюксы стеклянные или металлические. 4. Палочки стеклянные. 5. Эксикатор. 6. Песок кварцевый.

Ход определения. Навеску гомогенизированного блюда помещают в предварительно высушенную до постоянной массы и взвешенную металлическую или стеклянную бюксу со стеклянной палочкой. Навеску высушивают в сушильном шкафу при температуре  $103 \pm 2^\circ \text{C}$  до постоянной массы. Можно пользоваться ускоренным методом. В этом случае навеску высушивают в сушильном шкафу при температуре  $130 \pm 2^\circ \text{C}$  в течение 1 ч 30 мин. После высушивания охлаждают в эксикаторе в течение 20 мин и взвешивают. Высушивание повторяют еще в течение 15 мин, снова охлаждают и взвешивают с точностью до 0,001 г.

Содержание сухих веществ в 1 г гомогенизированной навески определяют по формуле (в граммах):

$$x = \frac{M_2 - M}{M_1 - M}$$

где  $M$  — масса бюксы, г;  $M_1$  — масса бюксы с навеской до высушивания, г;  $M_2$  — масса бюксы с навеской после высушивания, г.

#### 9.14.3.3. Определение золы

Оборудование. 1. Весы лабораторные. 2. Печь муфельная. 3. Шкаф сушильный. 3. Тигли фарфоровые. 4. Эксикатор.

Реактивы. 1. Этанол 90%. 2. Вода дистиллированная.

Ход определения. Навеску гомогенизированного блюда помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный тигель. Далее тигель с навеской высушивают при температуре

100—130° С до полного удаления влаги. Затем в тигель с навеской добавляют 1—2 см<sup>3</sup> 90% этанола для более равномерного и быстрого озоления и тигель помещают в холодную муфельную печь. Печь постепенно нагревают до температуры 400—500° С. Озоление ведут при температуре не выше 500° С, полноту озоления определяют визуально по цвету золы — она должна быть белой или слегка сероватой, без частиц угля. После первого прокаливания тигель охлаждают, смачивают содержимое небольшим количеством дистиллированной воды, подсушивают в сушильном шкафу и снова помещают в горячую муфельную печь. Затем тигель помещают в эксикатор и взвешивают. Озоление проводят до получения постоянной массы золы.

Содержание золы в 1 г гомогенизированной навески определяют по формуле (в граммах):

$$x = \frac{M_1 - M}{M_2 - M}$$

где  $M$  — масса тигля, г;  $M_1$  — масса тигля с навеской до озоления, г;  $M_2$  — масса тигля с навеской после озоления, г.

#### 9.14.3.4. Определение белка

Принцип метода. При действии концентрированной серной кислоты на органические вещества навески блюда выделяется азот в форме аммиака, после улавливания которого можно определить белок путем умножения на коэффициент 6,25 ( $100:16=6,25$ , где 16% составляет азот, содержащийся в белке смешанных рационов). Для ускорения окисления органических веществ добавляют катализатор (сульфат меди). Выделяющийся при этом азот вступает в реакцию с серной кислотой, в результате чего образуется сульфат аммония. Из последнего под действием насыщенного раствора щелочи выделяется аммиак, который улавливают титрованным раствором серной кислоты. По количеству связавшейся с аммиаком серной кислоты определяют количество азота в навеске.

Оборудование. 1. Весы лабораторные. 2. Электроплита или другой нагревательный прибор. 3. Прибор для перегонки (рис. 9.11), состоящий из колбы Кьельдаля (1),

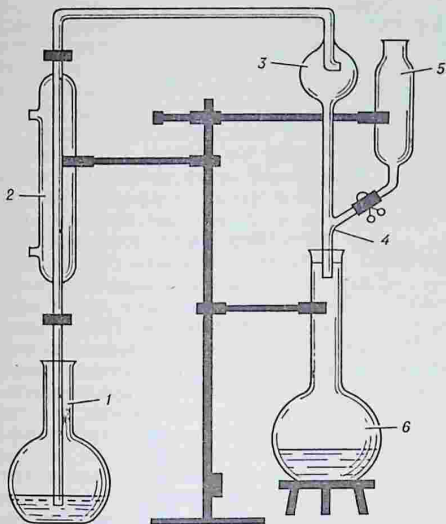


Рис. 9.11. Прибор для перегонки при определении белка. Объяснение в тексте.

холодильника Либиха с прямой внутренней трубкой (2), каплеуловителя (3), аллонжа (4), делительной воронки (5), перегонной колбы (6). 4. Колбы Кьельдаля вместимостью 500 см<sup>3</sup>. 5. Холодильник Либиха с прямой внутренней трубкой. 6. Цилиндры мерные вместимостью 25, 50 и 100 см<sup>3</sup>. 7. Колбы конические вместимостью 250 см<sup>3</sup>. 8. Бюретки вместимостью 25 см<sup>3</sup>. 9. Пипетки вместимостью 1 и 50 см<sup>3</sup>. 10. Грушевидные стеклянные пробки. 11. Капельница из темного стекла. 12. Стеклянные бусинки.

Реактивы. 1. Серная кислота х.ч. (плотностью 1,84). 2. Серная кислота — 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствор. 3. Гидроксид натрия 33% раствор. 4. Борная кислота 4% раствор: 40 г борной кислоты растворяют в 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. 5. Индикатор Таширо: 0,1 г метиленового синего и 0,2 г метилового красного растворяют в 100 см<sup>3</sup> 96% этанола. 6. Катализатор: смесь сульфата меди х.ч. и сульфата калия х.ч. в соотношении 30:1. 7. 96% этанол. 8. Вода дистиллированная.

Ход определения. В колбу Кьельдаля вместимостью 500 см<sup>3</sup> помещают навеску гомогенизированного блюда (или навеску сухого вещества) из расчета содержания азота в пробе 20—25 мг. Затем постепенно по стенкам добавляют 20 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. В колбу вносят катализатор из расчета 0,6 г на 1 см<sup>3</sup> серной кислоты и несколько стеклянных бусинок, закрывают ее грушевидной стеклянной пробкой, осторожно круговыми движениями перемешивают содержимое и ставят на нагревательный прибор под углом 40°. Нагревают осторожно. При образовании пены колбу следует снять с нагревательного прибора и дать пене осесть, добавив по каплям этанол, а затем продолжают нагревание, следя за тем, чтобы пена не попала в горло колбы. После прекращения пенообразования нагрев усиливают (кипящая кислота должна конденсироваться не выше средней части горлышка колбы). Нагревание продолжают до окончания минерализации, пока жидкость не станет прозрачной, зеленовато-голубого цвета (от сульфата меди). Затем содержимое колбы охлаждают, добавляют 150 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и соединяют с аппаратом для отгонки аммиака (с водяным паром). Далее в колбу через делительную воронку прибора приливают 80 см<sup>3</sup> 33% раствора гидроксида натрия, закрывают кран делительной воронки во избежание потерь аммиака. Для отгонки аммиака в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> отмеривают 50 см<sup>3</sup> раствора борной кислоты, добавляют 4 капли индикатора, перемешивают и ставят под аллонж, соединенный с холодильником так, чтобы конец аллонжа был погружен в кислоту. Содержимое колбы нагревают до кипения, избегая пенообразования. Продолжают перегонку до тех пор, пока жидкость не станет вскипать толчками. Нагрев регулируют таким образом, чтобы продолжительность перегонки была не менее 20 мин. Окраска раствора борной кислоты не должна изменяться. Перед окончанием перегонки опускают коническую колбу так, чтобы конец аллонжа оказался над поверхностью раствора борной кислоты и продолжают перегонку еще 1—2 мин. Затем нагревание прекращают и отсоединяют аллонж. В коническую колбу смывают небольшими порциями дистиллированной воды остатки раствора борной кислоты с внутренней и внешней поверхностей аллонжа. Дистиллят титруют

раствором серной кислоты до перехода зеленого цвета в фиолетовый. Параллельно проводят контрольный опыт, добавив в колбу Кьельдаля вместо навески 5 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Содержание белка в 1 г гомогенизированной навески определяют по формуле (в граммах):

$$x = \frac{0,0014 \cdot K \cdot (V_1 - V_0) \cdot 6,25}{M},$$

где 0,0014 — содержание азота, эквивалентное 1 см<sup>3</sup> 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора серной кислоты, мг;  $K$  — поправочный коэффициент 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора серной кислоты;  $V_1$  — объем 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора серной кислоты, израсходованный на титрование дистиллята рабочего раствора, см<sup>3</sup>;  $V_0$  — объем 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора серной кислоты, израсходованный на титрование дистиллята в контрольном опыте, см<sup>3</sup>; 6,25 — коэффициент для пересчета азота на белок;  $M$  — масса навески, г.

#### 9.14.3.5. Определение жира (метод Гербера)

Оборудование. 1. Весы лабораторные. 2. Центрифуга для определения содержания жира в молоке и молочных продуктах. 3. Баня водяная. 4. Штатив для жирометров. 5. Жиромеры для молока и молочных продуктов. 6. Пробки резиновые для жирометров. 7. Пипетки вместимостью 1, 5 и 10 см<sup>3</sup>.

Реактивы. 1. Серная кислота х.ч. (плотность 1,51—1,65). 2. Спирт изоамиловый технический (плотность при 20° С 0,8108—0,8115)

Ход определения. В жирометр молочный берут навеску гомогенизированного блюда, массой 5 г, добавляют 10 см<sup>3</sup> серной кислоты и 1 см<sup>3</sup> изоамилового спирта. Затем добавляют такое количество серной кислоты, чтобы уровень содержимого не доходил на 5—10 мм до горлышка жирометра, закрывают его сухой пробкой; далее см. раздел 9.8.3.2.

Содержание жира в 1 г гомогенизированной навески определяют по формуле (в граммах):

$$x = \frac{A \cdot 0,01133}{M},$$

где  $A$  — число делений жирометра;  $M$  — масса навески, г; 0,01133 — содержание жира, соответствующее 1 делению жирометра, г.

Полученные данные сравнивают с содержанием жира по рецептуре с учетом коэффициента открываемости жира, равного 0,7.

#### *9.14.3.6. Определение жира (метод Сокслета)*

**Оборудование.** 1. Весы лабораторные. 2. Баня водяная. 3. Шкаф сушильный. 4. Бюксы стеклянные. 5. Аппарат Сокслета (состоит из колбы, экстрактора и холодильника).

**Реактивы.** 1. Эфир этиловый. 2. Фильтровальная бумага.

**Принцип метода.** Определение основано на экстрагировании жира из высушенной до постоянной массы навески блюда жирорастворителями.

**Ход определения.** Навеску сухого вещества взвешивают на фильтровальной бумаге размером  $6 \times 7$  см и заворачивают в пакетик. Этот пакетик заворачивают в другой пакетик из фильтровальной бумаги размером  $7 \times 8$  см. Внутренний пакетик помещают так, чтобы его шов не совпадал со швом внешнего пакетика. Приготовленный пакетик помещают в бюксу и высушивают в сушильном шкафу при температуре  $103 \pm 2^\circ \text{C}$  до постоянной массы. Затем пакетик переносят в экстрактор аппарата Сокслета и заливают этиловым эфиром. Эфира наливают столько, чтобы он начал переливаться через сифон экстрактора, после чего добавляют еще  $50 \text{ см}^3$  эфира и соединяют все части прибора. В холодильник пускают холодную воду, а перегонную колбу помещают на водяную баню (температура не выше  $45^\circ \text{C}$ ). Нагревание следует регулировать таким образом, чтобы эфир сливался из экстрактора через каждые 5—6 мин. При непрерывном действии аппарата Сокслета для полного извлечения жира из хорошо измельченной навески требуется 5—6 ч, при плохо измельченной навеске экстракцию следует проводить 10—12 ч. Полноту экстракции проверяют на фильтровальной бумаге. Для этого берут 2—3 капли эфира, вытекающего из экстрактора, бумагу подогревают. Если на бумаге после испарения эфира не остается жирное пятно, то экстракцию считают законченной. Пакетики вынимают из экстрактора, подсушивают, после чего помещают в бюксу и высушивают в сушильном шкафу при температуре  $103 \pm 2^\circ \text{C}$  до постоянной массы.

Содержание жира в 1 г сухого вещества опре-

деляют по формуле (в граммах):

$$x = \frac{A - B}{M},$$

где  $A$  — масса пакетика с навеской сухого вещества до экстракции жира, г;  $B$  — масса пакетика с навеской сухого вещества после экстракции жира, г;  $M$  — навеска сухого вещества, г.

**Сокращенная схема Экземплярского** включает:

- а) определение сухого вещества блюда;
- б) определение жира по методу Сокслета или Гербера;
- в) определение золы по расчету;
- г) суммарное определение белков и углеводов путем вычитания из сухого вещества блюда суммы жира и золы всей порции;
- д) вычисление энергетической ценности блюда путем умножения суммы белков и углеводов на 4, а жиров на 9 и суммирования полученных данных;
- е) вычисление процентного выполнения раскладки по жирам и энергетической ценности.

#### 9.14.3.7 *Определение витамина С в продуктах*

Для определения аскорбиновой кислоты в лабораторию в банках с крышками доставляют овощные блюда и одновременно набор сырых овощей и фруктов, из которых было изготовлено данное блюдо. Анализ пробы на содержание аскорбиновой кислоты необходимо производить немедленно при поступлении пробы в лабораторию.

**Отбор и подготовка их к анализу.** Навеску продукта для анализа берут в следующих количествах: молоко — 5 см<sup>3</sup>; настой шиповника — 10 см<sup>3</sup>; соки и экстракты — 1—50 см<sup>3</sup>; драже и таблетки — 1—2 г; свежие растительные продукты — 10—150 г; готовые блюда — 20—50 см<sup>3</sup>. Твердые продукты пропускают через мясорубку, перемешивают или растирают в фарфоровой ступке.

Витамин С в продуктах определяют двумя методами: с краской Тильманса и иодатным.

**Определение с краской Тильманса.** Принцип метода. Аскорбиновую кислоту экстрагируют из навески 2% раствором хлороводородной кислоты и сразу же титруют краской Тильманса (0,001 н. раствором 2,6-

дихлорфенолиндофенода). При этом аскорбиновая кислота, восстанавливая синюю органическую краску в бесцветное лейкосоединение, окисляется и превращается в дегидроаскорбиновую кислоту. Избыток краски Тильманса дает в кислой среде розовое окрашивание.

**Оборудование.** 1. Мясорубка. 2. Микробюретка вместимостью 1—3 см<sup>3</sup>. 3. Фарфоровая ступка. 4. Конические и мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>. 5. Химический стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>. 6. Воронки. 7. Пипетки вместимостью 1, 5, 10, 15 см<sup>3</sup>. 8. Часовое стекло. 9. Стеклянная палочка.

**Реактивы.** 1. Краска Тильманса — 0,001 н. раствор (1 см<sup>3</sup> соответствует 0,088 мг аскорбиновой кислоты). 0,2 г краски растворяют в 1 дм<sup>3</sup> теплой дистиллированной воды. 2. Хлороводородная кислота — 2% раствор. 3. Соль Мора — 0,01 н. раствор: 3,9 г соли растворяют в 1 дм<sup>3</sup> 0,01% раствора серной кислоты (0,56 см<sup>3</sup> серной кислоты плотностью 1,84 разбавляют дистиллированной водой в колбе до объема 1 дм<sup>3</sup>); хранят в склянке из темного стекла. 4. Серная кислота (плотность 1,84). 5. Перманганат калия — 0,01 н. раствор (0,316 г на 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды). 6. Оксалат аммония — насыщенный раствор (7 г на 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды). 7. Щавелевая кислота — 0,01 н. раствор (0,062 г на 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды).

**Определение титра краски Тильманса.** Устанавливают по раствору соли Мора. В коническую колбу наливают 10 см<sup>3</sup> 0,001 н. раствора краски Тильманса, прибавляют 5 см<sup>3</sup> насыщенного раствора оксалата аммония и титруют 0,01 н. раствором соли Мора до перехода синей окраски в соломенно-желтую.

**Определение титра соли Мора.** В коническую колбу наливают 10 см<sup>3</sup> приготовленного раствора соли Мора, прибавляют 3 капли серной кислоты и титруют 0,01 н. раствором перманганата калия до появления устойчивого слабо-розового окрашивания.

**Определение титра раствора перманганата калия.** Устанавливают по свежеприготовленному точному 0,01 н. раствору щавелевой кислоты. К 10 см<sup>3</sup> щавелевой кислоты прибавляют 1 см<sup>3</sup> серной кислоты и титруют раствором перманганата калия на водяной бане до появления слабо-розовой окраски.

Поправку ( $K$ ) на титр краски Тильманса вычисляют по формуле:

$$K = \frac{a \cdot b}{c},$$

где  $a$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование  $10 \text{ см}^3$  краски Тильманса,  $\text{см}^3$ ;  $b$  — объем раствора перманганата калия, израсходованный на титрование  $10 \text{ см}^3$  соли Мора,  $\text{см}^3$ ;  $c$  — объем раствора перманганата калия, израсходованный на титрование  $10 \text{ см}^3$  точно  $0,01 \text{ н.}$  раствора щавелевой кислоты.

**Ход определения.** Навеску картофеля массой  $20 \text{ г}$  или кочана капусты массой  $50 \text{ г}$ , вырезанную долькой, помещают в фарфоровую ступку и растирают с небольшим количеством  $2\%$  раствора хлороводородной кислоты (общее количество кислоты должно быть  $3$ -кратным по отношению к навеске). Для лучшего растирания навески в ступку добавляют немного стеклянного порошка. После растирания в ступку выливают остальное количество хлороводородной кислоты и оставляют на  $10 \text{ мин}$  для извлечения аскорбиновой кислоты из навески. Полученную смесь фильтруют через  $4$  слоя марли, вложенной в воронку. Затем в колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  помещают  $1\text{--}10 \text{ см}^3$  фильтрата, добавляют  $1 \text{ см}^3$   $2\%$  раствора хлороводородной кислоты, доводят объем жидкости до  $15 \text{ см}^3$ . Содержимое колбы титруют  $0,001 \text{ н.}$  раствором краски Тильманса до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение  $1 \text{ мин}$ .

Одновременно проводят контрольное титрование. Для этого в колбу наливают  $1 \text{ см}^3$   $2\%$  раствора хлороводородной кислоты и  $14 \text{ см}^3$  дистиллированной воды. Содержимое колбы титруют раствором краски Тильманса до появления розового окрашивания.

Содержание аскорбиновой кислоты определяют по формуле:

$$x = \frac{n \cdot V_1 \cdot K \cdot 0,088 \cdot 100}{V \cdot m} \%$$

где  $n$  — объем краски Тильманса, израсходованный на титрование, за вычетом объема, пошедшего на титрование контрольного опыта,  $\text{см}^3$ ;  $V_1$  — сумма объемов навески и хлороводородной кислоты,  $\text{см}^3$ ;  $K$  — коэффициент поправки на точно  $0,001 \text{ н.}$  раствор краски Тильманса;  $0,088$  — содержание аскорбиновой кислоты, соответствующее  $1 \text{ см}^3$   $0,001 \text{ н.}$  раствора краски Тильманса,  $\text{мг}$ ;  $V$  — объем фильтрата, взятого на титрование,  $\text{см}^3$ ;  $m$  — навеска,  $\text{г}$ .

**Определение иодатным методом.** Аскорбиновую ки-

слоту в окрашенных растворах определяют с помощью иодатного метода.

Принцип метода. При титровании аскорбиновой кислоты в кислой среде иодатом калия  $KIO_3$  в присутствии избытка иодида калия  $KI$  и раствора крахмала из иодида калия выделяется свободный иод, который в присутствии аскорбиновой кислоты восстанавливается в иодистый водород, а аскорбиновая кислота окисляется в дегидроаскорбиновую кислоту.

Оборудование. 1. Микробюретка вместимостью 2 см<sup>3</sup>. 2. Колбы мерные и конические вместимостью 100 см<sup>3</sup>. 3. Капельница. 4. Часы на 10 мин. 5. Воронки.

Реактивы. 1. Иодат калия — 0,001 н. раствор (1 см<sup>3</sup> соответствует 0,088 мг аскорбиновой кислоты); 3,567 г х. ч.  $KIO_3$  растворяют в 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды (1 см<sup>3</sup> раствора соответствует 8,8 мг аскорбиновой кислоты); из этого раствора путем разведения в 100 раз готовят 0,001 н. раствор. 2. Хлороводородная кислота — 2% раствор. 3. Иодид калия — 1% раствор. 4. Крахмал — 0,5% раствор.

Ход определения. Экстракцию витамина из подготовленных навесок производят, как описано выше с краской Тильманса. При исследовании продуктов твердой или густой консистенции берут 1—5 см<sup>3</sup> солянокислого фильтрата в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, в которую предварительно наливают 0,5 см<sup>3</sup> 1% раствора иодида калия, 2 см<sup>3</sup> 0,5% раствора крахмала и столько воды, чтобы общий объем жидкости равнялся 10 см<sup>3</sup>. Смесь титруют из микробюретки 0,001 н. раствором иодата калия до появления слабо-синего окрашивания.

Жидкие продукты разводят 2% раствором хлороводородной кислоты или водой перед титрованием или проводят титрование без разведения, в последнем случае добавляют в титруемую жидкость 1 см<sup>3</sup> 2% раствора хлороводородной кислоты.

Для проведения контрольного опыта в коническую колбу наливают 0,5 см<sup>3</sup> 1% раствора иодида калия, 2 см<sup>3</sup> 0,5% раствора крахмала, 1 см<sup>3</sup> 2% раствора хлороводородной кислоты и такое количество дистиллированной воды, чтобы общий объем жидкости равнялся 10 см<sup>3</sup> и титруют 0,001 н. раствором  $KIO_3$  до появления слабо-синего окрашивания.

Содержание аскорбиновой кислоты определяют по приведенной выше формуле.

## Контрольные вопросы и задачи

1. С какой целью производится контроль за питанием в организованных коллективах?
2. Как производится расчет химического состава готовых блюд? Что такое брутто и нетто?
3. Каковы потери в химическом составе блюд в процессе кулинарной обработки?
4. По какой формуле производят расчет энергетической ценности блюда?
5. Как производится расчет химического состава и энергетической ценности блюда (рациона) по таблицам?
6. Какие методики применяют при лабораторном исследовании блюд?
7. Как осуществляется подготовка проб к анализу?
8. Как определяют сухие вещества и золу в блюде?
9. Как определяют белок и жир в блюде?
10. Какие определения включает сокращенная схема Экземплярского?
11. Как определяют витамин С в продуктах?
12. Выделившийся из 5 г навески гомогенизированного блюда жир занял 4 деления молочного жиромера. Рассчитайте содержание жира в 1 г гомогенизированной навески.
13. Жидкая часть первого блюда весит 220 г, плотная — 240 г. Рассчитайте содержание минеральных элементов первого блюда.
14. Рассчитайте содержание сухих веществ блюда в 1 г гомогенизированной навески, если масса навески — 5 г, масса чашки с навеской после высушивания — 58,8 г, масса чашки — 57,8 г.
15. Масса жидкой части первого блюда — 250 г, плотной — 200 г, гомогенной массы — 110 г. В 1 г гомогенной массы обнаружено сухих веществ — 0,25 г, жира — 0,02 г. Определите энергетическую ценность блюда по Экземплярскому.
16. Теоретическая энергетическая ценность первого блюда по меню-раскладке составляет 1046,7 кДж (250 ккал), а фактическая — 1004,83 кДж (240 ккал). Рассчитайте процент выполнения меню-раскладки.
17. Для определения витамина С в кефире взята навеска массой 50 г, разведенная в 3 раза 2% раствором хлороводородной кислоты. На титрование 5 см<sup>3</sup> израсходовано 1,60 см<sup>3</sup> краски Тильманса. Рассчитайте содержание витамина С в кефире.
18. В суточный пищевой рацион больного входит 200 г картофеля и 150 г квашеной капусты. Рассчитайте, сколько он получит витамина С; достаточно ли этого количества?
19. Сколько витамина С получит человек, съевший 200 г картофеля: вареного, жареного, вареного в «мундире», сваренного в супе?

## Глава 10

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЯДОХИМИКАТОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

Одной из задач санитарно-эпидемиологической службы является осуществление государственного са-

нитарного надзора за применением и содержанием остаточных количеств ядохимикатов и нитратов<sup>1</sup> в продуктах питания, почве, воде.

Пестициды имеют сложную химическую структуру, токсичны для насекомых и возбудителей болезней растений, при неправильном применении могут оказывать токсическое действие на теплокровных животных и людей.

В зависимости от степени токсичности ядохимикаты делятся на группы: сильнодействующие, высокотоксичные, среднетоксичные, малотоксичные. По химической структуре ядохимикаты делят на ряд групп, среди которых чаще применяются хлорорганические и фосфорорганические пестициды. Хлорорганические пестициды долго сохраняются в почве (десятилетиями), переходят в продукт, обладают токсическим действием. Фосфорорганические пестициды быстро распадаются.

### 10.1. Техника отбора проб сельскохозяйственной продукции и продуктов питания

Отбор проб слагается из нескольких этапов:  
отбор выемок, выборок, разовых проб;  
составление исходного образца;  
составление среднего образца;  
выделение навесок для анализа.

Способ отбора проб зависит от места отбора (поле, склад, средства транспорта), формы материала, от которого берется проба (сыпучий, штучный, соломоподобный, тарированный и т. п.), и предназначения пробы (систематический контроль, аварийные случаи и т. п.).

**Отбор проб по диагонали.** Используется для отбора проб от вегетирующих растений, к которым имеется легкий доступ. По диагонали поля, в 7—10 точках, на равных расстояниях в определенных интервалах берутся пробы растений, в количестве, достаточном для получения исходного образца.

**Отбор проб по двум смежным сторонам** Используется для отбора проб от вегетирующих растений, к которым доступ в глубине поля затруднен (кукуруза, зерновые). На двух смежных сторонах поля намечают 3—4 точки так, чтобы они охватывали всю длину стороны. Затем на расстоянии 5—10—15 м от

<sup>1</sup> Определение нитратов см. Приложение.

края поля берут пробы. Общее количество отобранного материала должно соответствовать величине исходного образца.

Отбор проб культур в закрытом грунте. Осуществляется методом конверта. При больших площадках отбор проб производится по системе двойного и тройного конверта. Если в нескольких секциях теплицы одновременно проводятся идентичные химические обработки, то пробы, взятые в них, представляют собой средний исходный образец.

Отбор проб с помощью пробоотборника. Используется при отборе сыпучего и текучего материала из складов, силосохранилищ, средств транспорта и др. Принцип отбора проб заключается в выемке по схеме конверта проб с верхнего, среднего и нижнего слоев материала, с каждого пункта конверта. При отборе проб используются различные пробоотборники и приспособления.

В случае отбора проб пробоотборником из струи жидкости или сыпучего материала метод конверта не применяется. Пробы отбираются через равные промежутки времени путем погружения пробоотборника в струю сыпучего или текучего материала.

В случае отбора проб из танка, цистерн и других емкостей выемка или разовая проба отбирается пробоотборником из стольких мест, сколько отверстий в емкости.

При отборе проб из емкостей, имеющих съемные крышки, применяется метод конверта. Если емкость имеет высоту до 2 м, то пробы отбираются по всему слою при использовании соответствующего приспособления. В случае, когда высота емкости превышает 2 м, проба отбирается соответствующим приспособлением с верхнего, среднего и нижнего слоев емкости.

При отборе проб полутвердых и мазеобразных продуктов (маргарин, мед, мягкие сыры и др.), доставляемых без упаковки в больших ящиках или бочках, разовая проба отбирается из трех слоев, после отбра-сывания верхнего слоя и слоя, соприкасающегося с дном емкости.

Пробы масла отбираются щупом. При упаковке масла в бочки щуп погружается наклонно от края бочки к центру, при упаковке в ящики — по диагонали от торцевой стенки к центру монолита масла. Проба замороженного масла отбирается нагретым щупом.

Отбор проб продуктов в упаковке. В малых партиях при составлении исходной пробы отбирается определенное число единиц упаковки.

В случае отбора проб от больших партий материала, размещенного в упаковке послойно, отбор единиц упаковки производится с верхнего, среднего и нижнего слоев методом конверта.

Для отбора проб материала в упаковке в зависимости от величины партии отбирается и вскрывается следующее количество единиц упаковки (табл. 10.1)

От масла в качестве контролируемых мест отбирается 10% всего количества единиц упаковки. При наличии в партии 10 единиц упаковки отбираются 2 единицы.

Таблица 10.1. Отбор продуктов в упаковке

Величина партии, количество единиц упаковок	Количество отбираемых единиц упаковки
1—5	1
6—15	2
16—25	3
26—40	4
41—60	5
61—85	6
86—100	7
Свыше 100	7+1 на каждые следующие 100

При отборе проб продуктов в банках, бутылках или жестяной таре, размещенных однослойно, отбираются пробы с левой стороны, середины и правой стороны отдельных ящиков.

При отборе проб непосредственно на предприятии-изготовителе от однородных материалов (джем, повидло, фруктовые соки, сгущенное молоко, сухие молочные смеси) пробы отбираются в количестве 1—2 единицы упаковки, при условии, что товар происходит из одной тары.

Отбор штук Производится при отборе сельскохозяйственных продуктов, доставляемых на рынки в пучках, ящиках и другой открытой таре

Если продукты уложены в несколько слоев, то из каждой выбранной упаковки следует брать пробу из разных слоев Например: из первой упаковки с

верхнего слоя, из второй — со среднего, из третьей — с нижнего по одной штуке.

Отбор проб в аварийных случаях. Производится, если признаки аварийного загрязнения являются видимыми (например, в случае применения гербицидов вместо зооцида, конвекции и перемещения частиц гербицида, появления пятна после разлитого пестицида и т. п.) или на основе сообщения об аварии (признаки невидимые)

#### 10.1.1. Составление средней пробы

Средняя проба выделяется из исходного образца методами конверта и квартования.

Метод конверта — способ отбора проб сыпучего или поштучного материала, хранящегося насыпью. В зависимости от величины склада или хранилища применяется метод одиночного двойного или тройного конверта.

Метод квартования — тщательно перемешанный материал высыпают на гладкую, чистую и сухую поверхность и формируют на ней пирамиду с основанием в форме квадрата. Затем сформированную пирамиду расплющивают в слой, имеющий форму квадрата, и делят его двумя диагоналями на 4 треугольника, из которых два противоположных отбрасывают, а из двух оставшихся снова создают квадрат и делят его двумя диагоналями на 4 треугольника. Эту процедуру повторяют до получения средней или лабораторной пробы нужной массы.

Средняя проба молока, сливок составляется путем перемешивания разовых проб, отобранных из каждой единицы упаковки в одну емкость, а из автомобильных и железнодорожных цистерн или молокохранительных емкостей — из каждого отсека емкости отдельно.

#### 10.1.2. Составление среднего образца

Средний образец выделяется из средней пробы или исходного образца после тщательного перемешивания, квартования, размельчения и повторного перемешивания.

Растения, загрязненные землей, а также корни растений перед выделением среднего образца следует вымыть под проточной водой для удаления остатков

почвы При анализах в аварийных случаях земля с корней считается отдельной пробой для лабораторного исследования

При штучном материале отдельные образцы отобранного материала делятся на 4 или 2 части,  $\frac{3}{4}$  или  $\frac{1}{2}$  материала отбрасываются, а оставшая часть включается в образец

Средний образец готовится непосредственно перед началом аналитических работ

## 10.2. Определение хлорорганических пестицидов в овощах и фруктах

При определении остаточных количеств ядохимикатов применяют метод адсорбционной хроматографии в тонком слое. Этот метод представляет собой наиболее простой и быстрый способ разделения органических смесей. Для анализа используют тонкий слой сорбента, закрепленный на пластинке с помощью фиксатора.

В качестве сорбентов (неподвижной фазы) применяют оксид алюминия, силикагель КСК, гипс. Иногда сорбенты требуют предварительной обработки кислотами, щелочами и т. д. Подвижной фазой являются растворители, обладающие разной полярностью: хлороформ, этанол, ацетон, бензол, кислоты, аммиак в различных соотношениях. Хроматографические камеры представляют собой стеклянный сосуд любой формы с плоским дном. В случае работы с закрепленным слоем сорбента пластинку ставят вертикально. Можно использовать готовые пластинки «Силуфол».

Оборудование 1 Колба с притертой пробкой  
2. Аппарат для встряхивания 3 Прибор для отгонки растворителя. 4. Пластинки ТСХ (тонкослойной хроматографии)

Реактивы 1 *n*-Гексан или петролейный эфир 2 Стандартный раствор 10 мг соответствующего пестицида растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> в *n*-гексане и доводят до метки этим растворителем

Приготовление пластинок Тщательно промытую хромовую смесь, раствором соды, дистиллированной водой и высушенную пластинку протирают этанолом или эфиром и покрывают сорбционной массой. Массу готовят следующими способами 1) 50 г просеянного оксида алюминия смешивают в фарфоровой ступке с 5 г сульфата кальция, прибавляют 75 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и перемешивают в ступке до образования однородной массы. На пла

стинку размером  $9 \times 12$  см наносят 10 г сорбционной массы (размером  $13 \times 18$  см — 20 г) и, покачивая, равномерно распределяют по всей пластинке. Пластинки сушат при комнатной температуре ( $18-20^\circ \text{C}$ ) 1 ч; можно сушить 20 мин при комнатной температуре, а затем 45 мин в сушильном шкафу при температуре  $110^\circ \text{C}$ ; 2) 35 г просеянного силикагеля КСК смешивают с 2 г сульфата кальция и 90 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и перемешивают в ступке до получения однородной массы. Наносят на пластинки и сушат, как указано выше. Порция рассчитана на 10 пластинок.

Ход определения. 20 г измельченной пробы овощей или фруктов помещают в колбу с притертой пробкой и проводят экстрагирование пестицидов трижды в течение 15 мин на аппарате для встряхивания *n*-гексаном или петролевым эфиром порциями по 30 см<sup>3</sup>. Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом натрия, переносят в прибор для отгонки растворителей, отгоняют растворитель до объема 0,2—0,3 см<sup>3</sup> и наносят на пластинку на расстоянии 1,5 см от ее края шприцем или пипеткой в одну точку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Остаток экстракта в колбе смывают тремя порциями (по 0,2 см<sup>3</sup>) диэтилового эфира, которые наносят в центр первого пятна. Справа и слева от пробы на расстоя-

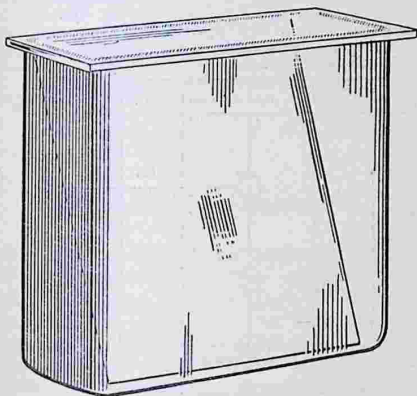


Рис. 10.1. Камера и пластинка для тонкослойной хроматографии.

нии 2 см наносят стандартные растворы, содержащие 10, 5, 1 мкг исследуемых препаратов (или другие количества, близкие к определяемым концентрациям).

Пластины с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру (рис. 10.1), на дно которой за 30 мин до начала анализа наливают растворитель: *n*-гексан или смесь гексана с ацетоном в соотношении 6:1; 1% раствор ацетона в гексане; *o*-толидин-гексан с диэтиловым эфиром в соотношении 49:1 и др. Край пластины с нанесенными растворами погружают в растворитель не более чем на 0,5 см.

Когда фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на несколько минут для испарения растворителя. Далее пластинку орошают проявляющим реактивом и подвергают действию УФ-лучей в течение 10—15 мин на расстоянии 20 см от источника излучения (лампа ПРК-4).

При наличии хлорорганических пестицидов на пластинке появляются пятна серо-черного цвета. На пластинке «Силуфол» пятна имеют сине-голубой цвет. Положение пятна характеризуется величиной  $R_f$  — отношением расстояния от стартовой линии до центра пятна к расстоянию от стартовой линии до линии фронта растворителя:  $R_f = \frac{AC}{AB}$ .

Положение пятна на хроматограмме выражают в

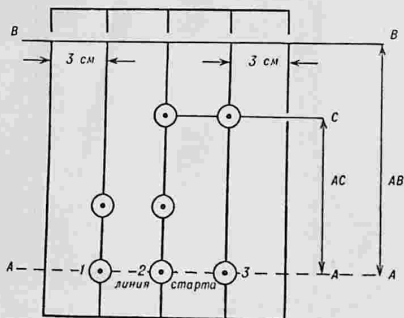


Рис. 10.2. Хроматограмма на пластинке (схема)

виде отношения  $R_f$  исследуемого вещества к  $R_f$  стандарта (рис. 10.2).

Количественное определение осуществляют сравнением площадей пятен пробы и стандартных растворов. Между содержанием препарата в пробе и площадью его пятна на пластинке существует прямая пропорциональная зависимость.

Содержание препарата в пробе определяют по формуле:

$$x = \frac{A \cdot S_2}{P \cdot S_1} \text{ мг/кг (мг/дм}^3\text{)},$$

где  $A$  — содержание препарата в стандартном растворе, мкг;  $S_1$  — площадь пятна стандартного раствора, мм<sup>2</sup>;  $S_2$  — площадь пятна пробы, мм<sup>2</sup>;  $P$  — масса или объем исследуемой пробы, г (см<sup>3</sup>).

### Контрольные вопросы

1. Каковы задачи СЭС по контролю применения ядохимикатов в сельском хозяйстве?
2. Как классифицируют ядохимикаты по химической структуре и степени токсичности?
3. Как производится отбор проб сельскохозяйственной продукции для определения остаточных количеств пестицидов? От чего зависит способ отбора проб?
4. Как составляются средняя проба и средний образец для анализа?
5. В чем заключается метод определения остаточных количеств пестицидов с помощью тонкослойной хроматографии?
6. Как готовятся хроматографические пластинки?
7. Как определяют хлорорганические пестициды в продуктах питания?

## Глава 11

### ИССЛЕДОВАНИЕ ПОЛИМЕРОВ

В связи с широким использованием полимерных материалов в народном хозяйстве создана система государственного санитарного надзора за их применением. Минздравом СССР издан ряд методических указаний, инструкций, в которых сформулированы основные гигиенические требования, предъявляемые к пластмассам, резинам и другим синтетическим материалам и изделиям из них, применяемым в различных областях народного хозяйства.

В методических указаниях и инструкциях приводятся гигиенические нормативы допустимого количества миграции в воздушную среду, модельные среды отдельных компонентов, способных мигрировать из наиболее широко применяемых полимерных материалов. Определены схемы санитарно-химических и токсикологических исследований полимерных материалов, методы идентификации отдельных веществ в воздухе и модельных средах.

Существуют перечни полимерных материалов и изделий из них, допущенных к применению в строительстве, пищевой промышленности, для изготовления детских игрушек; эти перечни постоянно пересматриваются, изменяются и дополняются.

Государственный санитарный надзор за производством и применением полимерных материалов базируется на данных научных исследований.

### **11.1. Приготовление вытяжек мигрирующих веществ и проведение исследований**

Для проведения санитарно-химического исследования полимерного материала должны быть использованы только образцы изделий, соответствующих техническим условиям. Предприятие-изготовитель полимерного материала одновременно с изделиями и необходимыми для проведения количественного анализа компонентами, входящими в состав полимерного материала, должно представить следующие данные.

#### **1. Характеристику полимерного материала:**

а) подробную рецептуру (наряду с торговыми названиями веществ, входящих в рецептуру, должно быть дано их полное химическое наименование);

б) краткое описание технологического режима изготовления материала и его переработки в изделия.

2. Результаты физико-химических испытаний полимерного материала (прочностные характеристики, водопоглощение, газопроницаемость и др.).

3. Содержание в синтетическом материале остаточного мономера и примесей.

4. Назначение полимерного материала.

При санитарно-химическом исследовании изделий из полимерных материалов применяются следующие модельной среды (табл. 11.1).

Таблица 11.1. Перечень модельных растворов, имитирующих различные пищевые продукты

Пищевые продукты	Модельные растворы
Мясо, рыба (свежие)	Дистиллированная вода, 0,3% раствор молочной кислоты
Мясо, рыба (соленые и копченые)	Дистиллированная вода, 5% раствор поваренной соли
Мясо, молочнокислые продукты и молочные консервы	Дистиллированная вода, 3% раствор молочной кислоты
Колбаса вареная, консервы (мясные, рыбные, овощные), овощи маринованные и квашеные, томат-паста и др.	Дистиллированная вода, 2% раствор уксусной кислоты, содержащий 2% поваренной соли, нерафинированное подсолнечное масло
Фрукты, ягоды, фруктово-овощные соки, консервы, фруктово-ягодные, безалкогольные напитки	Дистиллированная вода, 2% раствор лимонной кислоты
Пиво, алкогольные напитки, вина	Дистиллированная вода, 20% раствор этанола, 2% раствор лимонной кислоты
Водка, коньяк	Дистиллированная вода, 40% раствор этанола
Спирт пищевой, ликеры, ром	Дистиллированная вода, 96% этанол
Готовые блюда и горячие напитки (чай, кофе, молоко и др.)	Дистиллированная вода, 1% раствор уксусной кислоты

Продолжительность контакта изделий с модельными растворами устанавливается в зависимости от времени контакта их с пищевыми продуктами.

Изделия из полимерных материалов, предназначенные для упаковки пищевых продуктов, подлежащих консервированию, наполняют модельными растворами, герметично закрывают и выдерживают в автоклаве под давлением в течение 1—2 ч. Учитывая длительный срок хранения консервированных продуктов, анализ стерилизованных модельных сред проводят через 10, 30, 60 сут и более.

Температурные режимы выдерживания изделий в контакте с модельными растворами устанавливают в зависимости от условий хранения пищевых продуктов:

а) пищевой продукт упакован и хранится при комнатной температуре — изделия заливают модельными растворами комнатной температуры и выдерживают при комнатной температуре необходимое время;

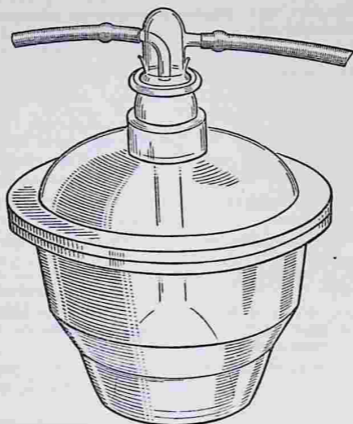


Рис. 11.1. Эксикатор для исследования образцов полимерных материалов.

б) пищевой продукт упакован в горячем виде и хранится при комнатной температуре (сюда относятся также горячие напитки: молоко, кофе, чай и т. д.) — изделия заливают нагретыми до  $80^{\circ}\text{C}$  модельными растворами и выдерживают при комнатной температуре необходимое время.

При исследовании пластмасс, предназначенных для контакта с сухими пищевыми продуктами, закладывают образцы полимерного материала в эксикатор объемом  $7,5\text{ дм}^3$  (соотношение площади поверхности образца к объему воздуха в эксикаторе  $=1:2,5$ ). В данном случае определяют содержание химических веществ в воздухе эксикатора (рис. 11.1).

### 11.2. Исследование резин, контактирующих с продуктами питания опосредованно через воздушную среду

Образцы перед исследованием тщательно промывают проточной водой с помощью куска марли, затем прополаскивают дистиллированной водой при температуре  $50\text{--}60^{\circ}\text{C}$  и просушивают на воздухе. Затем проводят органолептические исследования образцов.

Исследование степени миграции летучих химических веществ в воздушную среду (стирол из резины на основе стирольных синтетических каучуков) проводится следующим образом: образцы помещают в герметически закрытую стеклянную емкость (эксикатор) с заранее известным объектом. Соотношение площади поверхности образца к объему воздуха берется 1:30. Длительность экспозиции 5 сут.

Для определения стирола электроаспиратором протягивают 10-кратный объем воздуха через два последовательно соединенных стеклянных поглотителя, заполненных соответствующим поглотительным раствором, в котором затем определяют стирол (см. раздел 11.4). Обнаруженные количества выражают в миллиграммах 1 м<sup>3</sup> воздуха. Расчет проводят по формуле раздельно для каждого поглотителя (см. 3.5.3).

При обнаружении веществ во втором поглотителе результаты суммируются. Для заключения учитывают данные не менее двух параллельных исследований с обязательным контролем. Количество стирола в воздухе не должно превышать 0,003 мг/м<sup>3</sup>.

Модельные среды и пищевые продукты в открытых стеклянных стаканах ставят внутрь эксикатора вблизи образцов резины. Извлеченные из эксикаторов среды и продукты подвергаются сразу органолептическому и санитарно-химическому исследованиям.

### 11.3. Органолептические исследования вытяжек из резины в воду и пищевые среды

После извлечения образца резины из модельной среды отмечают визуально прозрачность вытяжки, наличие в ней осадка, опалесценции; цветность вытяжки определяют по величине оптической плотности на ФЭК против соответствующего контроля со светофильтром, дающим наибольшую величину оптической плотности в кювете с толщиной слоя 10 мм.

При появлении осадка, цветности образец считается неудовлетворительным и дальнейшие исследования его не проводятся. Допускается незначительная опалесценция (муть).

Органолептическое испытание на наличие постороннего привкуса и запаха в вытяжках проводится комиссией в количестве не менее 5 человек путем закрытой дегустации. В дегустации могут участвовать

лица только четко различающие отклонения запаха и привкуса. Для предварительного отбора дегустаторам предлагаются под номерами две колбочки с одинаковыми контрольными растворами и две колбочки с раствором, имеющим слабый посторонний запах и привкус. Лица, показавшие несколько раз ошибочные данные, не привлекаются к дегустации. Обмен мнениями между дегустаторами не допускается.

Для исследования запаха и привкуса вытяжек в 4 колбы с притертыми пробками вместимостью по  $100 \text{ см}^3$  вносят: в три сосуда по  $50 \text{ см}^3$  контрольной пробы, а в один —  $50 \text{ см}^3$  исследуемой пробы. Предварительно каждому дегустатору предлагают ознакомиться с запахом контрольного раствора. Для этого одну из трех колб с контрольным раствором тщательно взбалтывают, открывают пробку и предлагают слегка втянуть в нос воздух из колбы у самого горлышка. После этого проводят закрытую дегустацию растворов в оставшихся трех колбочках, чтобы выявить наличие запаха исследуемой пробы. Характер запаха выражают описательно, например: резиновый, ароматический, посторонний, неопределенный и т. д.

Для определения привкуса набирают в рот  $10\text{--}15 \text{ см}^3$  заведомо известной контрольной пробы, держат во рту несколько секунд, а затем сплевывают. Точно также поступают с остальными растворами. Интенсивность запаха и привкуса выражают в баллах.

Каждый дегустатор заносит результаты исследований в индивидуальную дегустационную карту и подписывает ее.

Из всех полученных результатов определения интенсивности запаха и привкуса выводят среднее арифметическое значение, выраженное целым числом и его десятыми долями. Образец считается удовлетворительным при интенсивности запаха и привкуса вытяжек не выше 3 баллов.

#### 11.4. Определение стирола в спиртовом растворе

Принцип метода. Спектрофотометрический. Определение основано на измерении оптической плотности спиртового раствора стирола в УФ-области спектра при длине волны  $248 \text{ нм}$ .

Оборудование. Сф.

Реактивы. 1. Этанол, ректификат. 2. Основной стандартный раствор стирола в этаноле —  $0,1 \text{ г/дм}^3$  раствор. 3. Рабочие стандартные растворы стирола готовят соответствующим разбавлением основного стандартного раствора этанолом с концентрацией 0,05; 0,5; 0,1; 0,5;  $1,0 \text{ мкг/см}^3$ .

**Отбор проб.** Исследуемый воздух из эжектора со скоростью  $0,5 \text{ дм}^3/\text{мин}$  пропускают через два последовательно соединенных поглотительных прибора Полежаева, содержащих по  $10 \text{ см}^3$  этанола и погруженных в охлаждающую смесь.

**Построение калибровочного графика.** На спектрофотометре при длине волны  $248 \text{ нм}$  определяют оптическую плотность стандартных растворов стирола в этаноле с концентрацией 0,05; 0,5; 0,1; 0,5;  $1,0 \text{ мкг/см}^3$  по сравнению с чистым этанолом. После этого строят график зависимости оптической плотности от концентрации стирола.

**Ход определения.** Спиртовые растворы из каждого поглотителя переливают в градуированные пробирки и доводят объем до  $10 \text{ см}^3$  этанолом. Затем растворы поочередно вносят в кювету спектрофотометра с толщиной слоя  $25 \text{ мм}$  и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны  $248 \text{ нм}$  по сравнению с чистым этанолом.

Содержание стирола в пробе находят по калибровочному графику.

Для подтверждения возможности определения стирола в воздухе спектрофотометрическим методом спиртовой раствор после отбора пробы переливают в кювету с толщиной слоя  $25 \text{ мм}$  и снимают спектр поглощения раствора в области  $210\text{—}300 \text{ нм}$ . Оптическая плотность должна иметь ряд максимумов при длине волны  $246, 248, 280$  и  $290 \text{ нм}$ .

Следует отметить, что при малых концентрациях стирола может обнаруживаться лишь самый высокий и наиболее характерный из указанных пик при длине волны  $246, 248 \text{ нм}$ .

Для определения формальдегида, мигрирующего в воздушную или жидкую модельную среду из полимерных материалов, изготовленных на основе фенол-формальдегидных смол, используют фотометрический метод определения с ацетилацетоновым реактивом в воздухе (см. 4.3).

## Контрольные вопросы

1. Каковы задачи санитарно-эпидемиологической службы в связи с применением полимерных материалов в народном хозяйстве?
2. Как готовятся вытяжки мигрирующих веществ?
3. Какова методика исследования резин, контактирующих с продуктами питания?
4. Как проводится органолептическое исследование вытяжек из резин?
5. Как проводится определение стирола в спиртовом растворе?

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРАТОВ В ОВОЩАХ

### Качественное определение

Минимальное количество нитратов, определяемое с помощью индикаторной бумаги «Индам» в продукции растениеводства, составляет 50 мг/кг, а с использованием 1% раствора дифениламина — 100 мг/кг.

Полученные результаты могут рассматриваться как ориентировочные и требуют подтверждения ионометрическим методом.

### Количественное определение

**Принцип метода.** Извлечение нитратов из анализируемого материала раствором алюмокалневых квасцов с последующим измерением концентрации нитратов в полученной вытяжке с помощью ионоселективного электрода.

Нижний предел определения нитратов в анализируемой пробе 30 мг/кг.

**Приборы, оборудование.** 1. Ионмер типа «ЭВ-74», рН-метр (милливольтметр) «рН-340», «рН-121» или аналогичный прибор с погрешностью измерений не более 5 мВ. 2. Ионоселективный мембранный нитратный электрод ЭМ-NO<sub>3</sub>-01 (ЭИМ-I, ЭИМ-II) готовят к работе в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к электродам. В промежутках между проведением испытаний мембранный ионоселективный электрод погружают в дистиллированную воду, при перерывах в работе в течение суток и более хранят в растворе нитрата калия с концентрацией NO<sub>3</sub><sup>-</sup> = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>. При длительных перерывах между испытаниями (более 5 сут) электрод хранят на воздухе. В обоих случаях перед началом измерений электрод выдерживают в дистиллированной воде не менее 10 мин. 3. Электрод сравнения — хлорсеребряный насыщенный — готовят к работе в соответствии с инструкцией, прилагаемой к электроду. В перерывах между испытаниями хранят в дистиллированной воде. 4. Весы лабораторные. 5. Колбы мерные вместимостью 50, 100 см<sup>3</sup>. 6. Мешалка лабораторная электрическая или магнитная. 7. Ступка фарфоровая. 8. Пластмассовая терка или соковыжималка. 9. Бумага масштабнo-координатная.

Реактивы. 1. Квасцы алюмокальневые — 1% экстрагирующий раствор. 10 г алюмокальневых квасцов переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора водой до метки. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 года.

2. Экстрагирующий раствор для семейства крестоцветных (брюква, капуста, репа, редис, редька, хрен). 10 г алюмокальневых квасцов переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют в дистиллированной воде. Затем в ту же колбу помещают 1,0 г перманганата калия, туда же помещают 0,6 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Полученную смесь взбалтывают и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 1 года.

3. Нитрат калия — 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствор ( $pC_{NO_3} = \log C_{NO_3} = 1$ ). 10,11 г нитрата калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в экстрагирующем растворе и доводят до метки этим же раствором. Из него готовят растворы сравнения:

а) 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствор ( $pC_{NO_3} = 2$ ) готовят путем разбавления исходного раствора в 10 раз;

б) 0,001 моль/дм<sup>3</sup> раствор ( $pC_{NO_3} = 3$ ) готовят путем разбавления в 10 раз раствора с  $pC_{NO_3} = 2$ ;

в) 0,001 моль/дм<sup>3</sup> раствор ( $pC_{NO_3} = 4$ ) готовят путем разбавления в 10 раз раствора с  $pC_{NO_3} = 3$ .

Растворы сравнения используют для калибровки прибора, проверки электродов и построения калибровочного графика.

4. Вода дистиллированная.

5. Перекись водорода — 30% раствор.

Построение калибровочного графика. Подготовленные к работе нитратный и хлорсеребряный электроды ополаскивают дистиллированной водой, промокают фильтровальной бумагой и погружают в раствор сравнения, начиная с  $pC_{NO_3} = 4$ . Электрод имеет линейную функцию в диапазоне от 1 до 4 единиц  $pC_{NO_3}$ , с наклоном  $56 \pm 3$  мВ на единицу  $pC_{NO_3}$ . Если характеристика электрода отличается от заданной, то электрод не пригоден для работы.

После калибровки прибора электроды тщательно промывают дистиллированной водой и промокают фильтровальной бумагой и измеряют ЭДС испытуемых образцов проб. Температура испытуемых проб и растворов сравнения должна быть одинаковой.

Ход определения. Пробы для анализа измельчают с помощью терки, соковыжималки. Навеску измельченного материала массой 10 г помещают в стакан гомогенизатора, приливают 50 см<sup>3</sup> экстрагирующего раствора или помещают в стакан на магнитную мешалку и перемешивают 3 мин. В полученной суспензии измеряют концентрацию иона нитрата.

При анализе продукции семейства крестоцветных 10 г

измельченного материала помещают в стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают экстрагирующий раствор для крестоцветных и перемешивают 3—5 мин. Затем при работающей мешалке добавляют по каплям (2—3 капли) 30% раствор перекиси водорода до обесцвечивания раствора. В полученной суспензии измеряют концентрацию иона нитрата с помощью электрода ЭИМ-II.

Величину  $pC_{NO_3}$  в испытуемых пробах находят по калибровочному графику, построенному по результатам измерения ЭДС электродной пары, в растворах сравнения с  $pC_{NO_3}$  равными 1, 2, 3 и 4 единицам.

Перед работой электрод ЭИМ-II следует вымочить в течение 1—2 сут в 0,1 М растворе KNO<sub>3</sub>. Электрод работает в отрицательной области (—700—900 мВ). При работе с электродом ЭИМ-II на иономере следует нажимать клавиши «Анионы/катионы», диапазон —4 + 9, клавишу мВ.

Таблица 1. Перевод величины  $pC_{NO_3}$  в массовую долю нитрата при анализе арбузов, дынь, огурцов, томатов, лука-перо, столовой капусты

Сотые доли $pC_{NO_3}$										
$pC_{NO_3}$	00	01	02	03	04	05	06	07	08	09
<i>Массовая доля нитрата, млн<sup>-1</sup> (мг/кг)</i>										
1,6	9188	8979	8775	8575	8380	8189	8003	7821	7643	7469
1,7	7299	7133	6970	6612	6656	6505	6357	6212	6071	5933
1,8	5798	5666	5537	5411	5287	5167	5049	4935	4822	4712
1,9	4605	4500	4398	4298	4200	4104	4011	3920	3830	3743
2,0	3658	3575	3493	3414	3336	3260	3186	3113	3043	2973
2,1	2906	2840	2775	2712	2650	2590	2531	2473	2417	2362
2,2	2308	2256	2204	2154	2105	2057	2010	1964	1920	1876
2,3	1833	1792	1751	1711	1672	1634	1597	1560	1525	1490
2,4	1456	1423	1391	1359	1328	1298	1268	1239	1211	1184
2,5	1157	1130	1105	1080	1055	1031	1007	985	962	940
2,6	919	898	877	858	838	819	800	782	764	747
2,7	730	713	697	681	666	650	636	621	607	593
2,8	580	567	554	541	529	517	505	493	482	471
2,9	461	450	440	430	420	410	401	392	383	374
3,0	366	357	349	341	334	326	319	311	304	297
3,1	291	284	277	271	265	259	253	247	242	236
3,2	231	226	220	215	210	206	201	196	192	188
3,3	183	179	175	171	167	163	160	156	152	149
3,4	146	142	139	136	133	130	127	124	121	118
3,5	116	113	110	108	105	103	101	98	96	94
3,6	91,9	89,8	87,7	85,8	83,8	81,9	80,0	78,2	76,4	74,7
3,7	73,0	71,3	69,7	68,1	66,6	65,0	63,6	62,1	60,7	59,3
3,8	58,0	56,7	55,4	54,1	52,9	51,7	50,5	49,3	48,2	47,1
3,9	46,1	45,0	44,0	43,0	42,0	41,0	40,1	39,2	38,3	37,4
4,0	36,6	35,7	34,9	34,1	33,4	32,6	31,9	31,1	30,4	29,7

Пример. ЭДС раствора 4—749, 3—809, 2—865 и 1—911, ЭДС пробы 815 мВ, что соответствует 2,74  $\rho_{\text{C}_{\text{NO}_2}}$ , далее по табл. I и II определяем концентрацию нитратов в исследуемой пробе. Если продуктом была морковь, то согласно табл. II концентрация составляет 654 мг/кг

Таблица II. Перевод величины  $\rho_{\text{C}_{\text{NO}_2}}$  в массовую долю нитрата при анализе картофеля, моркови, столовой свеклы, лука-репки

Сотые доли $\rho_{\text{C}_{\text{NO}_2}}$										
$\rho_{\text{C}_{\text{NO}_2}$	00	01	02	03	04	05	06	07	08	09
<i>Массовая доля нитрата, млн<sup>-1</sup> (мг/кг)</i>										
1,6	9033	8827	8626	8430	8238	8050	7867	7688	7513	7342
1,7	7175	7012	6852	6696	6544	6395	6249	6107	5968	5832
1,8	5699	5570	5443	5319	5198	5079	4964	4851	4740	4633
1,9	4527	4424	4323	4225	4129	4035	3943	3853	3765	3680
2,0	3596	3514	3434	3356	3280	3205	3132	3061	2991	2923
2,1	2856	2791	2728	2666	2605	2546	2488	2431	2376	2322
2,2	2269	2217	2167	2117	2069	2022	1976	1931	1887	1844
2,3	1802	1761	1721	1682	1644	1606	1570	1534	1499	1465
2,4	1432	1399	1367	1336	1306	1276	1247	1218	1191	1164
2,5	1137	1111	1086	1061	1037	1013	980	968	946	924
2,6	903	883	863	843	824	805	787	769	751	734
2,7	717	701	685	670	654	639	625	611	597	583
2,8	570	557	544	532	520	508	496	485	474	463
2,9	453	442	432	422	413	403	394	385	377	368
3,0	360	351	343	336	328	320	313	306	299	292
3,1	286	279	273	267	261	255	249	243	238	232
3,2	227	222	217	212	207	202	198	193	189	184
3,3	180	176	172	168	164	161	157	153	150	146
3,4	143	140	137	134	131	128	125	122	119	116
3,5	114	111	109	106	104	101	99	97	95	92
3,6	90,3	88,3	86,3	84,3	82,4	80,5	78,7	76,9	75,1	73,4
3,7	71,7	70,1	68,5	67,0	65,4	63,9	62,5	61,1	59,7	58,3
3,8	57,0	55,7	54,4	53,2	52,0	50,8	49,6	48,5	47,4	46,3
3,9	45,3	44,2	43,2	42,2	41,3	40,3	39,4	38,5	37,7	36,8
4,0	36,0	35,1	34,3	33,6	32,8	32,0	31,3	30,6	29,9	29,2

# СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие .....	3
Глава 1. Организация работы санитарно-гигиенической лаборатории.— <i>А. И. Громов, З. Ф. Лзевич</i> .....	4
1.1. Понятие о стандартизации и метрологическом обеспечении .....	6
Глава 2. Методы физико-химических исследований.— <i>А. А. Галич, Г. А. Зенина</i> .....	9
2.1. Фотометрический метод .....	10
2.2. Полярографический метод .....	17
2.3. Метод газовой хроматографии .....	19
2.4. Люминесцентный метод .....	21
Глава 3. Исследование физических свойств и отбор проб воздуха.— <i>Н. С. Своднова, Н. С. Пермякова</i> .....	24
3.1. Определение температуры .....	24
3.2. Определение влажности .....	26
3.3. Определение скорости движения .....	34
3.4. Определение атмосферного давления .....	40
3.5. Отбор проб воздуха .....	44
3.6. Определение вредного вещества в воздухе .....	59
Глава 4. Исследование воздуха населенных мест.— <i>А. А. Галич</i> .....	62
4.1. Определение оксида серы (IV) с парарозанилином .....	63
4.2. Определение свинца .....	67
4.3. Определение формальдегида .....	69
4.4. Определение сероводорода .....	71
4.5. Определение оксида углерода (IV) .....	74
4.6. Определение оксида углерода (II) с помощью газоанализатора ГМК-3 .....	76
4.7. Определение фенола .....	77
Глава 5. Исследование воздуха производственных помещений.— <i>Н. С. Пермякова</i> .....	80
5.1. Определение пыли в атмосферном воздухе и воздухе рабочей зоны .....	81
5.2. Определение хлороводорода .....	83
5.3. Определение паров ртути .....	84
5.4. Определение аммиака .....	86
5.5. Определение оксида серы (IV) .....	88
5.6. Определение оксидов азота .....	89
5.7. Определение ацетона .....	91
5.8. Экспресс-методы определения токсичных веществ .....	92
5.9. Определение уровня шума и вибрации .....	97
Глава 6. Исследование почвы.— <i>Н. С. Своднова</i> .....	100
6.1. Отбор проб почвы для физико-химического анализа .....	104
6.2. Определение механического состава .....	105
6.3. Определение показателей органического загрязнения ..	108
Глава 7. Исследование воды.— <i>Н. С. Своднова</i> .....	111
7.1. Отбор проб воды для физико-химического анализа .....	112
7.2. Хранение и транспортировка проб воды .....	113
7.3. Определение физических и органолептических свойств .....	114
7.4. Исследование химического состава .....	123
7.5. Коагуляция и хлорирование воды .....	153
7.6. Исследование сточных вод .....	163
Глава 8. Гигиеническая оценка жилища.— <i>Н. С. Своднова</i> .....	177
8.1. Гигиеническая оценка естественного и искусственного освещения .....	177

Глава 9. Исследование пищевых продуктов.— <i>Н. А. Орехова, Н. С. Своднова</i> .....	185
9.1 Стандартизация пищевых продуктов в СССР .....	185
9.2. Санитарная экспертиза пищевых продуктов .....	186
9.3. Оформление результатов лабораторных исследований образцов пищевых продуктов .....	187
9.4. Исследование мяса и мясных продуктов .....	188
9.5. Исследование колбасных изделий .....	197
9.6. Исследование рыбы .....	204
9.7. Исследование кулинарных изделий из рубленого мяса и рыбы .....	212
9.8. Исследование молока и молочных продуктов .....	219
9.9. Исследование пищевых жиров .....	232
9.10. Исследование муки .....	244
9.11. Исследование хлеба .....	250
9.12. Исследование баночных консервов .....	256
9.13. Исследование безалкогольных напитков .....	263
9.14. Гигиенический контроль за питанием в организованных коллективах .....	266
Глава 10. Определение ядохимикатов в пищевых продуктах.— <i>Н. А. Орехова</i> .....	283
10.1. Техника отбора проб сельскохозяйственной продукции и продуктов питания .....	284
10.2. Определение хлорорганических пестицидов в овощах и фруктах .....	288
Глава 11. Исследования полимеров.— <i>Г. А. Зенина</i> .....	291
11.1. Приготовление вытяжек мигрирующих веществ и проведение исследований .....	292
11.2. Исследование резин, контактирующих с продуктами питания опосредованно через воздушную среду .....	294
11.3. Органолептические исследования вытяжек из резины в воду и пищевые среды .....	295
11.4. Определение стирола в спиртовом растворе .....	296
<i>Приложение</i> .....	299

Учебное пособие

**Зинаида Федоровна Азевич,**

**Андрей Иванович Громов, Августина Алексеевна Галич и др.**

**Руководство к практическим занятиям по методам санитарно-гигиенических исследований**

Зав. редакцией — к. м. н. *О. В. Карева*

Редактор *И. В. Войтхова*

Мл. редактор *Л. М. Лекторская*. Худож. редактор *Т. К. Винокурова*

Технический редактор *З. А. Романова*. Корректор *Т. Г. Ганина*

ИБ № 5468

Сдано в набор 28.06.89. Подписано к печати 02.04.90. Т-03667. Формат бумаги 84×108<sup>1</sup>/<sub>32</sub>. Бумага кни-журн. Гарнитура литерат. Печать высокая. Усл. печ. л. 15,96. Усл. кр.-отт. 15,96. Уч.-изд. л. 16,23. Тираж 50 000 экз. Заказ № 37. Цена 80 к.

Ордена Трудового Красного Знамени издательство «Медицина» 101000 Москва, Петров-веригский пер., 6/8

Набрано в ордена Октябрьской Революции и ордена Трудового Красного Знамени МПО «Первая Образцовая типография» Государственного комитета СССР по печати. 113054, Москва, Валовая, 28

Отпечатано в московской типографии № 11 Государственного комитета СССР по печати. 113105, Москва, Нагатинская, 1

1957

МЕДИЦИНА. 1957

1957