



КОНКУРСНОЕ ЗАДАНИЕ

Чемпионат JuniorSkills 2018

КОМПЕТЕНЦИЯ

Лабораторный химический анализ 14+

Компетенция

«Лабораторный химический анализ»

Возрастная группа 14+

Конкурсное задание включает в себя следующие разделы:

1. Введение
2. Формы участия в чемпионате
3. Задание для чемпионата
4. Модули задания и необходимое время на их выполнение
5. Критерии оценки
6. Необходимые приложения

ВВЕДЕНИЕ

1.1. Название профессиональной компетенции:

Chemical Analysis Service. **Лабораторный химический анализ.**

1.2. Описание профессиональной компетенции.

Компетенция «Лабораторный химический анализ» (Chemical Analysis Service) включает в себя выполнение работ по химическому анализу продукции различных отраслей промышленности. Лаборант химического анализа осуществляет подготовку и отбор проб для выполнения аналитического контроля, выполняет анализ по методикам, готовит отчётную документацию по результатам испытаний.

1.3. Сопроводительная документация

Конкурсное задание содержит лишь информацию, относящуюся к характеристике объема задания и основным видам деятельности при его выполнении. Для подготовки участников к чемпионату по данной компетенции необходимо использовать следующие документы:

- Техническое описание компетенции «Лабораторный химический анализ»;
- Правила техники безопасности и охраны труда;
- Критерии оценки (файлы *.xls);
- Инфраструктурный лист.

2. ФОРМЫ УЧАСТИЯ В ЧЕМПИОНАТЕ

Чемпионат предполагает командное участие (команда состоит из двух человек), поэтому конкурсное задание рассчитано на командное выполнение.

3. ЗАДАНИЕ ДЛЯ ЧЕМПИОНАТА

Участники чемпионата получают текстовое описание задания, методики выполнения лабораторного эксперимента, объекты исследования, набор необходимого лабораторного оборудования (лабораторная посуда, нагревательные приборы, весы и т.п), реактивы, возможно использование специального оборудования (рН-метр, счётчик капель). Основным оборудованием является лабораторный стол, на котором проводится вся экспериментальная работа.

Задание. Проведение анализов проб воды для определения соответствия их количественных и качественных показателей установленным стандартам.

Конкурсное задание имеет несколько модулей, выполняемых последовательно. Каждый выполненный модуль оценивается отдельно.

Выполнение задания включает в себя:

- знакомство с методиками предлагаемого эксперимента;
- планирование эксперимента с соблюдением техники безопасности и правил проведения лабораторных испытаний;
- подбор необходимого оборудования;
- выполнение эксперимента согласно методикам;
- анализ полученных результатов;
- подготовка отчётной документации о соответствии продукции требованиям в нормативной документации.

Окончательные аспекты критериев оценки уточняются членами жюри. Оценка производится в соответствии с утвержденной экспертами схемой оценки. Если участник конкурса не выполняет требования техники безопасности, подвергает опасности себя или других конкурсантов, такой участник может быть отстранен от конкурса.

Во время выполнения эксперимента участники обязаны пользоваться халатом, перчатками, головным убором, очками (при необходимости).

Время и детали конкурсного задания в зависимости от конкурсных условий могут быть изменены членами жюри.

Конкурсное задание должно выполняться помодульно. Оценка осуществляется во время выполнения модуля.

В целях безопасности и сохранения здоровья участников во время соревнований допускается выполнение ряда операций проводимого эксперимента техническим экспертом площадки.

4. МОДУЛИ ЗАДАНИЯ И НЕОБХОДИМОЕ ВРЕМЯ

Модули и время сведены в таблицу 1

Таблица 1.

№ п/п	Наименование модуля	Время на задание
1	Модуль 1. Очистка сточных вод методом нейтрализации	4 часа
2	Модуль 2. Определение общей жесткости воды	2,5 часа
3	Модуль 3. Определение общей жесткости воды на автоматических титраторах (счётчиках капель)	1,5 часа
4	Модуль 4. Качественный анализ воды	2,5 часа
5	Модуль 5. Подготовка отчётной документации по результатам анализов	1,5 часа

Модуль 1. Очистка сточных вод методом нейтрализации.

Команде участников выдаются пробы воды различных источников, сопутствующие реактивы, методики (подготовка проб, приготовления растворов, титриметрического определения содержания веществ и элементов), журнал эксперимента. Необходимое оборудование располагается на конкурсной площадке.

Изучив методики проведения эксперимента участникам необходимо составить план проведения работ, провести подготовку проб, реактивов и растворов, фиксировать в журнале ход эксперимента.

На выполнение модуля отводится 4 часа. Перед началом выполнения модуля участники знакомятся с особенностями техники безопасности и правилами работы по выполнению конкурсного задания.

Модуль 2. Определение общей жесткости воды.

Команде участников выдается проба воды, сопутствующие реактивы, а также методика определения жесткости воды. Необходимое оборудование располагается на конкурсной площадке (лабораторная посуда, установка для титрования, весы и др.).

Команде необходимо провести комплексонометрический анализ общей жесткости воды по предложенной методике, фиксировать в журнале ход эксперимента. Не допускается не последовательное выполнение заданий модуля.

На выполнение модуля отводится 2,5 часа. Перед началом выполнения модуля участники знакомятся с особенностями техники безопасности и правилами работы по выполнению конкурсного задания.

Модуль 3. Определение общей жесткости воды на автоматических титраторах (счётчиках капель).

Для получения более достоверных результатов количественный анализ жесткости воды предлагается выполнить, используя цифровой высокоскоростной счётчик капель.

Команда участников использует подготовленные пробы воды, сопутствующие реактивы и растворы, методику количественного анализа содержания веществ и элементов титриметрическим методом на высокоскоростном счётчике капель (автоматический титратор) цифровой лаборатории PASCO. Необходимое дополнительное оборудование располагается на конкурсной площадке (лабораторная посуда, нагревательные приборы, весы и др.).

На выполнение модуля отводится 1,5 часа. Перед началом выполнения модуля участники знакомятся с особенностями техники безопасности и правилами работы по выполнению конкурсного задания. Возможно проведение ознакомительного мастер-класса по работе на цифровом оборудовании.

Модуль 4. Качественный анализ воды.

Команде участников выдаются образцы воды различных источников, содержащие неорганические соединения, а также методика определения катионов и анионов неорганических веществ. Необходимое оборудование располагается на конкурсной площадке (лабораторная посуда, электроплитка, спиртовка, весы и др.).

Команде необходимо провести качественный анализ воды, исходя из полученных результатов, сделать вывод о качестве представленных образцов. Допускается участниками не последовательное выполнение заданий модуля.

На выполнение модуля отводится 2,5 часа. Перед началом выполнения модуля участники знакомятся с особенностями техники безопасности и правилами работы по выполнению конкурсного задания.

Модуль 5. Подготовка отчётной документации по результатам анализов.

Участники, используя результаты предыдущих модулей, производят необходимые расчёты, работают с нормативной документацией, оформляют отчётную документацию.

На выполнение модуля отводится 1,5 часа.

1. Очистка сточных вод методом нейтрализации

Сточная вода – это вода, использованная на производственные или бытовые нужды и получившая загрязнения, которые изменили её свойства.

Методика проведения химической очистки сточных вод методом нейтрализации

Для проведения эксперимента необходимо подготовить несколько проб воды (не менее трех).

В пробе исследуемой воды объемом 20 мл определите водородный показатель (рН) с помощью бумажного индикатора. Сделайте вывод о характере среды (кислая, щелочная, нейтральная). К кислому раствору добавьте 2-3 капли индикатора фенолфталеина и нейтрализуйте раствор 0,1М раствором щёлочи до появления малиновой окраски. Определите рН с помощью бумажного индикатора. К щелочному раствору добавьте 2-3 капли индикатора метилоранжа и нейтрализуйте раствор 0,1М раствором кислоты до перехода жёлтой окраски в розовую. Определите рН с помощью бумажного индикатора.

Для более точных результатов анализ провести не менее трёх раз каждой пробы. Определить общую кислотность и щелочность растворов. По результатам анализа представить выводы.

Модуль 2. Определение общей жесткости воды

Методика определения общей жесткости воды

Установление коэффициента поправки к концентрации раствора трилона Б.

В мерную колбу на 100 мл вносят пипеткой 10 мл 0,05 Н раствора сернистого магния и доводят дистиллированной водой до 100 мл. Приготовленный раствор переливают в коническую колбу на 250 мл, прибавляют 5 мл аммиачного буферного раствора, 0,2 г сухой смеси индикатора эриохром черный Т и титруют раствором трилона Б до изменения окраски в эквивалентной точке от винно-красной (красно-фиолетовой) до синей (с зеленоватым оттенком). Раствор трилона Б в начале титрования добавляют довольно быстро при постоянном перемешивании. Затем, когда цвет раствора начинает меняться, раствор трилона Б добавляют медленно.

Произвести расчет коэффициента поправки к раствору трилона Б.

Определение жесткости питьевой воды

Выполняют два определения, для чего пробу анализируемой воды делят на две части.

В колбу вместимостью 250 см³ помещают первую часть аликвоты пробы анализируемой воды объемом 100 см³, 5 см³ буферного раствора, от 5 до 7 капель раствора индикатора или от 0,05 до 0,1 г сухой смеси индикатора и титруют раствором трилона Б.

Вторую часть аликвоты пробы объемом 100 см³ помещают в колбу вместимостью 250 см³, добавляют 5 см³ буферного раствора, от 5 до 7 капель раствора индикатора или от 0,05 до 0,1 г сухой смеси индикатора эриохром черный Т, добавляют раствор трилона Б, которого берут на 0,5 см³ меньше, чем пошло на первое титрование, быстро и тщательно перемешивают и титруют (дотитровывают).

Произвести расчет жесткости проб воды.

По результатам анализа представить выводы в соответствии с методикой по НД.

Модуль 3. Определение общей жесткости воды на автоматических титраторах (счётчиках капель)

Методика определения жесткости воды для количественного анализа на автоматическом титраторе (счётчике капель).

Коэффициент поправки к концентрации раствора трилона Б выполнен в модуле 2.

Методика подготовки прибора.

Калибровка датчика капель производится следующим образом:

1. Пластиковый шприц на 60 см³ заполняется титрантом (трилон Б).
2. Открываются оба крана на шприце, и с помощью верхнего крана скорость капания устанавливается примерно равной одной капле за секунду. Нижний кран закрывают, когда необходимая скорость достигнута.
3. Присоединяется высокочастотный счётчик капель таким образом, чтобы носик шприца попадал в открытую считывающую часть счётчика капель. Включают счётчик капель. Включают программу SPARKvue/SPARKSLS.
4. Снизу под счётчиком капель подставляют градуированный цилиндр на (минимум) 10 см³, таким образом, чтобы цилиндр стоял прямо под открытой частью счётчика капель.
5. При открытом в программе SPARKvue базовом рабочем окне (**Homescreen**), открывают нижний кран бюретки, позволяя титранту выливаться в цилиндр, проходя при этом через счётчик капель.
6. Когда в цилиндре набирается примерно 10 см³ трилона Б нижний кран закрывают.
7. Записывают точное значение объёма титранта в цилиндре.
8. Нажимают на кнопку «Инструменты» (**ExperimentTools**) в программе SPARKvue. Выбирают «Калибровать Сенсор» (**CalibrateSensor**).
9. В разделе «Сенсор» (**Sensor**) выбирают «Счётчик капель» (**DropCounter**) в выпадающем меню. В разделе «Измерение» (**Measurement**) выбирают вариант «Объём жидкости (мл)» (**FluidVolume (ml)**) в выпадающем меню. В разделе «Тип калибровки» выбирают вариант **1 point (AdjustSlopeOnly)** в выпадающем меню.
10. Нажимают на стрелочку **NEXT** внизу экрана – открывается экран калибровки сенсора (заголовок экрана: «**CalibrateSensor: EnterValues**»).
11. В поле CalibrationPoint 2 в разделе **StandardValue** ввести точный объём набранный в цилиндр.
12. В поле CalibrationPoint 2 так же нажать на кнопку **ReadFromSensor**.
13. Нажать **OK** в поле CalibrationPoint 2, и затем нажать **OK** ещё раз. Произойдёт калибровка датчика капель и выход из экрана **ExperimentTools**.

Методика определения точки эквивалентности

1. Подготовленную пробу препарата помещают в химическом стакане размещают под краном и датчиком счётчика капель.
2. Запустить софт для сбора данных.
3. Запустить перемешивание раствора с помощью магнитной мешалки.
4. Начать запись данных нажатием соответствующей виртуальной кнопки.
5. Открыть нижний краник таким образом, чтобы капли падали примерно по одной в секунду.
6. Наблюдать за записью на экране объёмом титранта и раствором в химическом стакане. После того как будет достигнута точка эквивалентности, закрыть нижний кран и остановить запись данных.
7. Определить объём титранта, который пошёл на достижение точки эквивалентности. Выписать этот объём.
8. Повторить эксперимент ещё два раза.
9. Произвести расчет жесткости проб воды.
10. По результатам анализа представить выводы в соответствии с методикой по НД.

Модуль 4. Качественный анализ воды

Для проведения эксперимента необходимо подготовить несколько проб воды (не менее трех).

Определение катионов свинца

В пробирку помещают 5 мл пробы воды, прибавляют 1 мл 10% раствора хромата калия.

Примечание: содержание катионов свинца определяется по цвету раствора.

Определение катионов меди

В фарфоровую чашку помещается 3 – 5 мл исследуемой воды, осторожно выпаривается досуха и на периферийную часть наносится капля концентрированного раствора аммиака.

Внимание! Раствор аммиака добавляет технический эксперт.

Примечание: появление интенсивно – синей или фиолетовой окраски свидетельствует о присутствии ионов меди.

Предельно допустимая концентрация меди в воде составляет 0,1 мг/л.

Определение катионов железа²⁺

К 5 мл исследуемой воды прибавляют 0,1 г калия сульфата и около 1 г красной кровяной соли ($K_3[Fe(CN)_6]$).

Примечание: в присутствии ионов двухвалентного железа появляется сине-зеленое окрашивание.

Определение катионов железа³⁺

К 5 мл природной воды добавляют 1-2 капли концентрированной соляной кислоты и 5 капель 10% раствора роданистого аммония NH_4CNS .

Примечание: при наличии ионов Fe^{3+} появляется красное окрашивание.

Определение сульфат-ионов

К 5 мл исследуемой воды приливают 4 капли 10% раствора HCl и столько же капель 5% раствора BaCl_2 . Содержимое пробирки нагревают на пламени спиртовки.

Примечание: в присутствии сульфат-иона выпадает осадок белого цвета или появляется муть.

Определение хлорид-ионов

К 5 мл исследуемой воды приливают три капли 10% раствора азотнокислого серебра, подкисленного азотной кислотой.

Примечание: появление осадка или мути указывает на наличие анионов хлора.

Определение сульфид-ионов

В пробирку прилить 5 мл исследуемой воды и закрыть отверстие пробирки кусочком фильтровальной бумаги, смоченной раствором $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$. Содержимое пробирки слегка подогревают.

Примечание: в присутствии сероводорода бумага чернеет.

Определение нитрит-ионов

Для анализа берут 5 мл исследуемой воды, к ней прибавляют две капли серной кислоты (конц. 1:3), 3 капли 3% раствора йодистого калия.

Примечание: образующийся при реакции йод выпадает в виде темно-серого осадка и окрашивает раствор в бурый цвет.

Для того, чтобы подтвердить наличие йода, к образовавшемуся бурому раствору прибавляют три капли свежеприготовленного раствора крахмала.

Раствор крахмала необходимо приготовить в химическом стакане из термостойкого стекла на 50 см^3 .

Внимание! При работе на электроплитке используйте термоперчатки. Нагретый химический стакан размещайте на корковой подставке.

1. В химическом стакане из термостойкого стекла на электроплитке вскипятите 25 мл воды, добавив в нее предварительно несколько кристалликов поваренной соли.
2. В фарфоровой чашке разотрите немного крахмала (0,5г) с небольшим объемом дистиллированной воды (5 мл) до получения однородной жидкой массы.
3. Полученную смесь вылейте в кипящий раствор соли и при перемешивании доведите его вновь до кипения. Смесь крахмала переливайте аккуратно по стеклянной палочке.
4. Когда жидкость станет прозрачной, добавьте в стакан еще 15 мл дистиллированной воды и охладите.

Внимание: соль в растворе увеличивает срок хранения раствора крахмала, который обычно быстро портится и плесневеет. Раствор крахмала используют как индикатор для обнаружения свободного йода

Примечание: при этом раствор окрашивается в интенсивный синий цвет вследствие образования адсорбированного соединения йода с крахмалом. При нагревании раствора окраска исчезает, а при охлаждении - появляется.

**Модуль 5. Подготовка отчётной документации по результатам анализов
Методика расчёта кислотности и щелочности растворов сточных вод**

Общую кислотность (в мг-экв/дм³) вычисляют по формуле:

$$K_{\text{общ}} = \frac{V_1 \cdot N \cdot 1000}{V_2},$$

где V_1 - объем 0,1 Н щелочи, пошедший на титрование, мл;

N - нормальность рабочего раствора щелочи;

V_2 — объем исследуемой пробы, мл.

Общую щелочность (в мг-экв/дм³) вычисляют по формуле:

$$\text{Щ}_{\text{общ}} = \frac{V_1 \cdot N \cdot 1000}{V_2},$$

где V_1 - объем 0,1 Н HCl, пошедший на титрование, мл;

N - нормальность раствора кислоты;

V_2 - объем воды, взятой для определения, мл.

Методика расчета коэффициента поправки к раствору трилона Б

Поправочный коэффициент к нормальности раствора трилона Б вычисляют по формуле:

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

где V - объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, см³

10 - объем раствора иона магния, см³

Методика расчёта жесткости воды

Жесткость воды рассчитывают по формуле:

$$Ж = \frac{M \cdot F \cdot K \cdot V_{\text{ТР}}}{V_{\text{ПР}}},$$

где M - коэффициент пересчета, равный $2C_{\text{ТР}}$, где $C_{\text{ТР}}$ - концентрация раствора трилона Б, моль/м³ (ммоль/дм³), (как правило $M = 50$);

F - множитель разбавления исходной пробы воды при консервировании (как правило $F = 1$);

K - коэффициент поправки к концентрации раствора трилона Б, рассчитанный по формуле;

$V_{\text{ТР}}$ - объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3 ;

$V_{\text{ПР}}$ - объем пробы воды, взятой для анализа, см^3 .

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Примерное содержание двухвалентного железа определяется по цвету раствора (табл.1).

Таблица 1. Шкала оценки содержания Fe^{2+}

Цвет раствора	Содержание Fe^{2+} , мг/л
Сине-зеленый	6,0 - 10,0
Синий	10,1 - 15,0
Темно-синий	15,1 - 30,0

Примерное содержание трехвалентного железа определяется по цвету раствора (табл. 2).

Таблица 2. Шкала оценки содержания Fe^{3+}

Цвет раствора	Содержание Fe^{3+} , мг/л
Желтовато-красный	0,4 - 1,0
Красный	1,1 - 3,0

Ярко-красный	3,1 -10,0
--------------	-----------

Примерное содержание сульфат-ионов определяется по шкале (табл. 3).

Таблица 3. Шкала оценки содержания SO_4^{2-}

Прозрачность раствора	Содержание SO_4^{2-} , мг/л
Слабая муть, проявляющаяся через несколько минут	1,0 - 10,0
Слабая муть, появляющаяся сразу	10,1 - 100,0
Сильная муть	100,1 -500,0
Большой осадок, быстро оседающий на дно пробирки	более 500,0

Появление осадка или мути указывает на наличие анионов хлора (табл. 4):

Таблица 4 Шкала оценки содержания Cl^-

Прозрачность раствора	Содержание Cl^- , мг/л
Слабая муть	1,0 - 10,0
Сильная муть	10,1 - 50,0
Хлопья осаждаются не сразу	50,1 -100,0
Белый объемистый осадок	более 100,0

Появление осадка или мути указывает на наличие катионов свинца (табл.5):

Таблица 5 Шкала оценки содержания Pb^{2+}

Прозрачность раствора	Содержание Pb^{2+} , мг/л
Опалесценция	0,1 - 20,0
Помутнение раствора	20,1 - 100,0
Желтый осадок	более 100,0

Приложение 2

ГОСТ 31954-2012 Вода питьевая. Методы определения жесткости
(распечатать всем командам)