

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Методические указания

к лабораторным занятиям по дисциплине
«Обеспечение качества и сертификация химической продукции»
для направления подготовки 18.03.01 Химическая технология
направленность (профиль) Технология неорганических веществ

Невинномысск 2023

Методические указания составлены в соответствии с программой по дисциплине «Обеспечение качества и сертификация химической продукции». В методических указаниях приводятся теоретическое обоснование практических работ, указаны методики их выполнения, требования к оформлению отчета, приведены вопросы для защиты работы и примеры выполнения работ.

В приложении приведены статистические таблицы, необходимые для обработки данных и варианты заданий для выполнения работ.

Настоящие указания разработаны для направления подготовки 18.03.01 Химическая технология

Методические указания рассмотрены на заседании кафедры ХТМиАХП и рекомендованы к внутривузовскому изданию.

Составил старший преподаватель

E.B.Вернигорова

Рецензент доцент A.I. Свидченко

Введение

Дисциплина «Обеспечение качества и сертификация химической продукции» относится к дисциплине базовой части. Она направлена на формирование профессиональных компетенций обучающихся в процессе выполнения работ, определенных ФГОС ВО.

Методические указания составлены на современном научном уровне и рассчитаны на студентов, по направлению 18.03.01 Химическая технология.

Последовательность лабораторных работ соответствует логической структуре ее прохождения. Предлагаемые методические указания содержат материал, который рекомендуется использовать студентам при осуществлении лабораторных работ.

Лабораторная работа 1.Жидкие азотные удобрения

Цель: Получение жидких азотных удобрений – аммиакатов. Изучение растворимости системы $\text{NH}_4\text{NO}_3\text{-NH}_3\text{-nH}_2\text{O}$.

1. Организационная форма занятия

В последнее время наряду с твердыми удобрениями все шире применяются жидкие азотные удобрения, представляющие собой растворы аммиачной селитры, карбамида, кальциевой селитры и их смесей в жидким аммиаке или в концентрированной аммиачной воде – так называемые *аммиакаты*. В качестве жидких удобрений применяют также жидкий аммиак и аммиачную воду (22-25% NH_3). Аммиак и аммиакаты также усваиваются растениями и дают такой же эффект, как и обычные, твердые азотные удобрения, производство же их проще и дешевле, чем производство твердых удобрений. При растворении в аммиаке нитрата аммония и нитрата кальция или их смесей давление аммиака значительно снижается, и при определенной концентрации солей для обычной температуры оно близко к атмосферному.

Аммиакаты на основе нитрата аммония и карбамида применяют и для аммонизации суперфосфата и тукосмесей.

Жидкие удобрения можно изготавливать и без применения аммиака, например, из диаммонийфосфата, карбамида и хлорида калия. Эти вещества легко растворяются в воде, образуя почти нейтральный раствор ($\text{pH}=7,8$). Применение жидких азотных удобрений обеспечивает возможность полной механизации работ по погрузке, выгрузке и внесению удобрений. На их внесение (при условии допосевного внесения фосфорных и калийных удобрений) затрачивается в 2-3 раза меньше труда, чем на внесение твердых азотных удобрений. К тому же жидкие удобрения более равномерно

распределяются в почве. Некоторые виды жидких удобрений могут применяться для подкормки растений с самолетов и автомобилей.

Непосредственное использование аммиака и аммиачной воды в качестве жидких азотных удобрений обеспечивает возможность ускоренного строительства азотных заводов по «короткой» схеме, без цехов переработки аммиака в азотную кислоту и аммиачную селитру. При этом сокращается объем строительных работ по энергетическому, транспортному и складскому хозяйству, вспомогательным службам и жилью.

Значительно сокращаются также эксплуатационные затраты и, следовательно, удешевляются удобрения, так как себестоимость единицы азота в аммиаке примерно на 35% ниже, чем в самом дешевом твердом азотном удобрении – аммиачной селитре. Отпадает необходимость в таре – мешках, расход которых на упаковку продукции одного завода составляет много миллионов штук. Кроме того, жидкие азотные удобрения не обладают такими отрицательными свойствами твердых удобрений, как гигроскопичность, слеживаемость, сегрегация и т.п.

Наряду с преимуществами, в производстве и применении жидких азотных удобрений имеются известные трудности и недостатки. В жидких удобрениях – водных растворах солей – в случае большой их концентрации происходят высыливание, кристаллизация солей при понижении температуры. Применение же менее концентрированных растворов приводит к необходимости перевозить большие количества растворителя – воды. Поэтому стремятся найти такие композиции жидких удобрений, которые имели бы высокие концентрации и низкие температуры кристаллизации (замерзания). Требуется сооружение резервуаров большой емкости для хранения жидких удобрений, так как они расходуются в течение относительно короткого времени. Применение жидких удобрений требует капиталовложений на организацию распределительных пунктов вблизи районов потребления, создания специального оборудования для внесения удобрений в почву, а также парка цистерн (железнодорожных и

автомобильных) для их перевозки; применение безводного аммиака в качестве удобрения требует специального оборудования, рассчитанного на повышенное давление.

Существенным недостатком некоторых жидких удобрений является их корродирующее действие. В особенности это относится к растворам аммиакатов нитрата аммония, обладающим повышенными коррозионными свойствами по отношению к черным металлам. Это затрудняет производство, хранение, транспортировку и внесение удобрений в почву, так как связано с применением дорогостоящих материалов (нержавеющей стали, алюминия и др.).

Аммиакаты, аммиачную воду и особенно безводный аммиак во избежание потерь азота требуется вносить в почву на глубину не менее 12-15 см. Поверхностное внесение жидких удобрений типа аммиакатов недопустимо, так как при этом будут большие потери аммиака. Кроме того, возможны ожоги листьев и стеблей растений при попадании на них аммиака и аммиакатов. Поэтому для внесения в почву этих удобрений применяют специальные машины. Резервуары их должны быть рассчитаны на повышенное давление и снабжены аппаратурой для контроля давления и дозировки жидкости.

Физико-химические свойства

Жидкий аммиак содержит 82,3% N и является самым концентрированным азотным удобрением. Под атмосферным давлением аммиак кипит при -33,35°C и замерзает при -77,7°C. Абсолютное давление пара над жидким аммиаком:

Температура, °C	-30	-10	0	10	20	40	50
Давление, ат	1,18	2,87	4,24	6,08	8,46	15,34	27,06

Жидкий аммиак хранят и транспортируют в стальных цистернах, рассчитанных на давление 20-30 ат. Плотность газообразного аммиака при нормальных условиях 0,77 кг/м³. Согласно ГОСТу, жидкий аммиак высшего, 1- и 2-го сортов должен содержать соответственно не менее 99,95; 99,9; 99,6% NH₃ и не более 0,05; 0,1; 0,4% влаги.

Аммиак очень хорошо растворяется в воде: 1 объем воды при 0°C и при парциальном давлении NH₃, равном атмосферному, растворяет 1176 объемов аммиака (приведенных к нормальным условиям), а при 20°C – 702 объема. Под атмосферным давлением максимальная концентрация NH₃ в воде при 0°C равна 46,7%, при 50°C – 18,6%. С повышением давления растворимость NH₃ в воде увеличивается. Зависимость между растворимостью аммиака в воде, давлением его над раствором и температурой показана на рисунке 3.1.

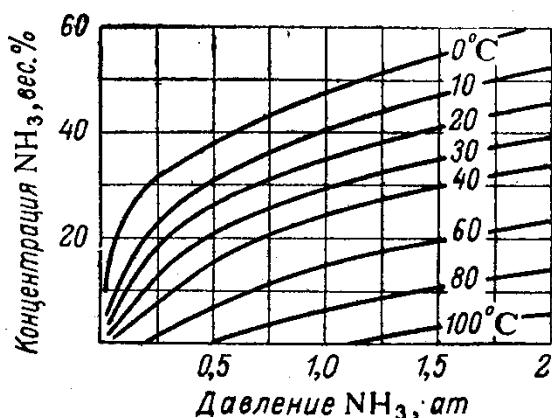


Рисунок 3.1 – Изотермы растворимости аммиака в воде

Аммиачную воду (аммиак водный технический) производят двух марок: А – для удобрения сельскохозяйственных культур и Б – для промышленности. Каждая марка имеет два сорта. Для первых сортов установлено содержание не менее 25%, а для вторых – не менее 22% NH₃. В продукте марки А ограничено содержание CO₂ (не более 8 г/дм³) и меди (0,01 г/дм³); в продукте марки Б ограничено содержание нелетучего остатка – не более 0,2% в 1-м сорте и 0,4% во 2-м сорте.

Вследствие относительно небольшого давления пара над аммиачной водой ее хранят и транспортируют в стальных закрытых цистернах или резервуарах, рассчитанных на давление 1,5-2 ат.

Присутствие аммиака в воздухе рабочих помещений приводит к раздражению верхних дыхательных путей и слизистой оболочки глаз. Порог восприятия запаха 37 мг/м³. Смеси аммиака с воздухом, содержащие 15-28 об.% NH₃, взрывоопасны. Жидкий аммиак при попадании на кожу вызывает ожог.

Твердые аммиакаты представляют собой комплексные кристаллические соединения, образующиеся при взаимодействии некоторых твердых солей (или их твердых растворов) с жидким или газообразным аммиаком. Состав аммиакатов, полученных на основе аммиачной селитры, соответствует формуле NH₄NO₃ · nNH₃ · mH₂O; аммиакаты на основе кальциевой и аммиачной селитры имеют следующий состав Ca(NO₃)₂ · xNH₄NO₃ · nNH₃ · mH₂O. Твердый нитрат аммония при температуре от -15 до +25°C энергично поглощает газообразный аммиак и переходит в жидкое состояние – образуется так называемая жидкость Дайверса. При -10°C ее состав отвечает формуле NH₄NO₃ · 2NH₃. С повышением температуры происходит выделение аммиака и при 28°C образуется твердая соль NH₄NO₃ · NH₃, которая легко теряет аммиак. Жидкие аммиакаты – светлые жидкости (допускается желтоватая окраска), плотность их зависит от состава и колеблется в пределах 0,9-1,25 г/см³. Давление пара над аммиакатами значительно ниже, чем над жидким аммиаком.

Растворимость некоторых азотокислых солей в воде и в жидком аммиаке приведена в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – Растворимость азотокислых солей

Соль	Температура, °C	Растворимость соли в г на 1000 г			
		воды	75%-ной аммиачной	85%-ной аммиачной	100%-ного жидкого аммиака
Ca(NO ₃) ₂	20	100	100	100	100

			воды	воды	
NaNO_3	0	733	736,9	828,7	1274
	25	927	—	—	986,7
$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$	0	702,9	759,3	719,3	821,7
	25	956,6	—	—	803,5
KNO_3	0	132,5	135,3	108,1	105,2
	25	382,5	—	—	103,4
NH_4NO_3	25	2090	—	—	3587

Растворимости аммиачной селитры и карбамида в аммиаке и аммиачной воде показаны на рисунках 3.2 и 3.3. Растворимость в системе $\text{CO}(\text{NH}_2)_2 - \text{NH}_4\text{NO}_3 - \text{NH}_3\text{-H}_2\text{O}$ при 0 и 30°C представлена на рисунке 3.4.

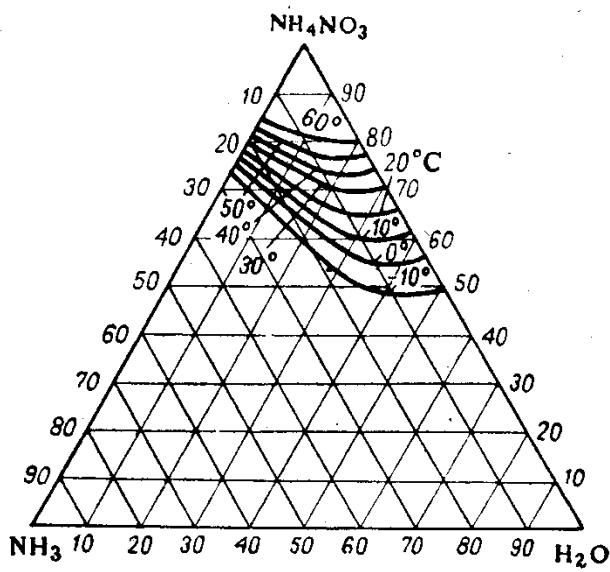


Рисунок 3.2 – Растворимость в системе $\text{NH}_4\text{NO}_3\text{-NH}_3\text{-H}_2\text{O}$

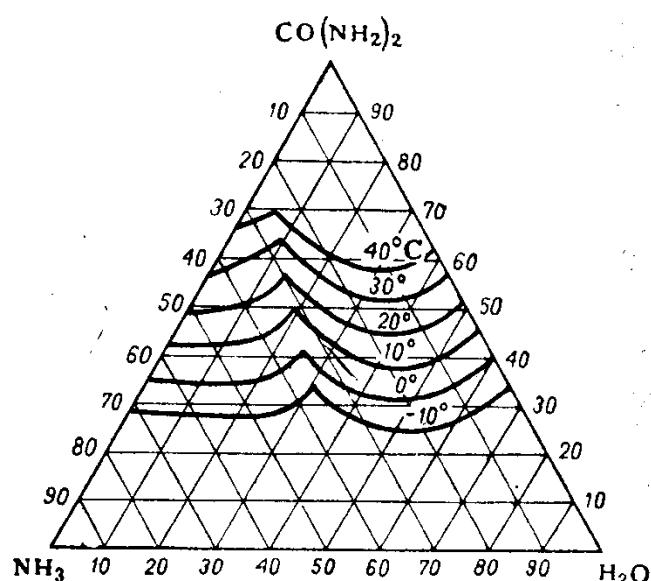


Рисунок 3.3 – Растворимость в системе $\text{CO}(\text{NH}_2)_2\text{-NH}_3\text{-H}_2\text{O}$

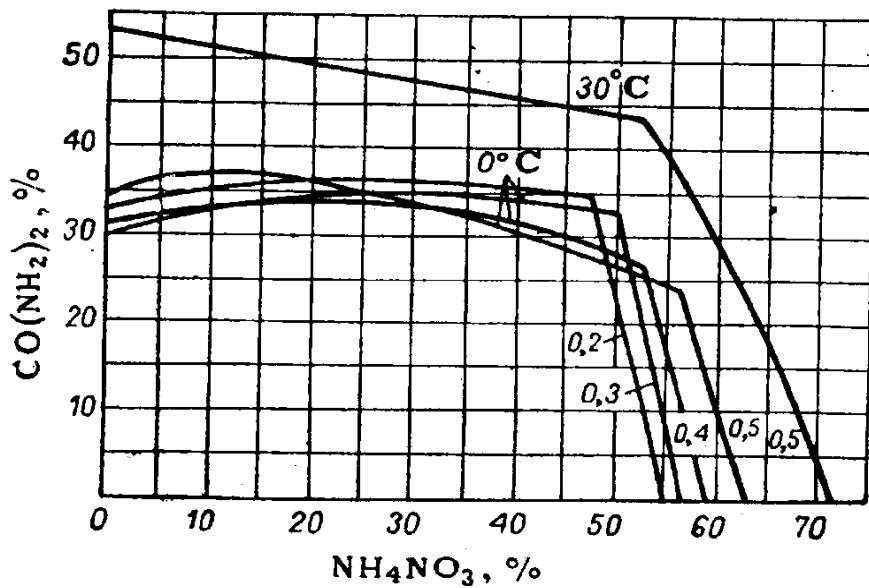


Рисунок 3.4 – Растворимость в системе $\text{CO}(\text{NH}_2)_2-\text{NH}_4\text{NO}_3-\text{NH}_3-\text{H}_2\text{O}$ при 0 и 30°C .

Числа на кривых – отношения $\frac{\text{NH}_3}{\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}}$

В этой системе при $\frac{\text{NH}_3}{\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}} = 0,4$ в твердой фазе образуется

комплекс $\text{CO}(\text{NH}_2)_2 \cdot 0,11\text{NH}_3$, а при соотношении $\frac{\text{NH}_3}{\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}} = 0,5$ комплекс имеет состав $\text{CO}(\text{NH}_2)_2 \cdot 0,25\text{NH}_3$

Температура высаливания аммиакатов понижается с увеличением содержания в них аммиака и уменьшением содержания воды. Аммиакат состава 55,14% NH_4NO_3 , 25,69% NH_3 и 18,97% H_2O имеет температуру высаливания $-27,5^\circ\text{C}$. Введение в аммиакат $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ или $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ также приводит к снижению температуры высаливания.

На рисунках 3.5 и 3.6 показана зависимость общего давления пара над аммиакатами от содержания соли, аммиака и воды в растворе.

В последнее время все шире применяют аммиакаты, содержащие карбамид и карбонат аммония. Их изготовление на заводах, производящих

карбамид, позволяет с наибольшей простотой утилизировать отходящие газы этого производства.

В США почти половину карбамида, расходуемого в качестве удобрения, используют в виде растворов, содержащих также свободный аммиак и нитрат аммония. Общее количество азота в них достигает 45%.

Рисунок 3.5 – Общее давление пара

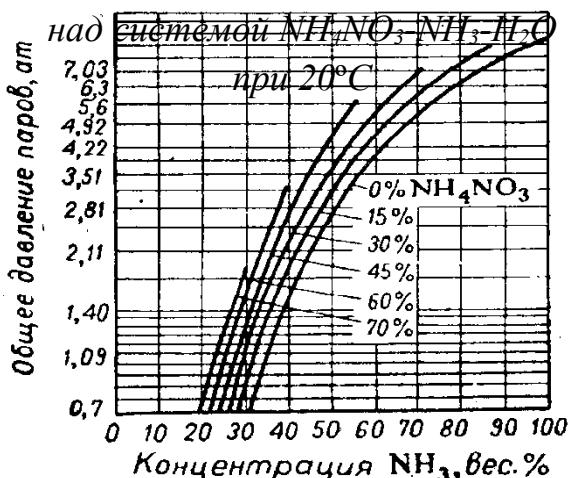
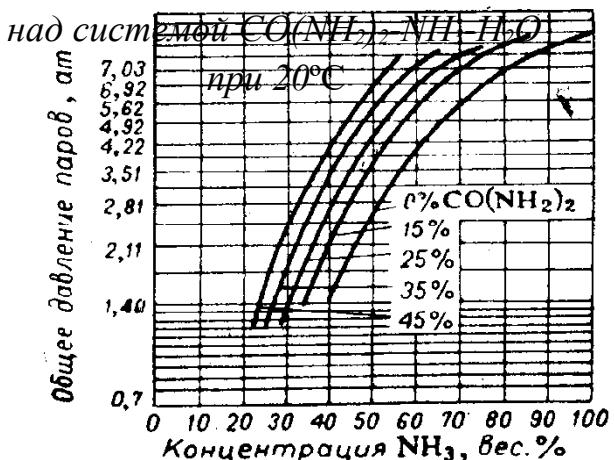


Рисунок 3.6. – Общее давление пара



2. Методические рекомендации

При совместном или раздельном растворении в аммиачной воде аммиачной селитры, кальциевой селитры, карбамида и некоторых других компонентов получаются растворы, называемые аммиакатами. Аммиакаты, как правило – светлые жидкости, плотность которых зависит от их состава и колеблется в пределах 0,9-1,25 т/м³. Давление паров над аммиакатами значительно ниже давления паров над жидким аммиаком. Состав аммиакатов, полученных на основе аммиачной селитры, соответствует формуле $NH_4NO_3-NH_3-nH_2O$.

В ходе работы получают аммиакаты на основе растворения аммиачной селитры в аммиачной воде, исследуют состав полученного удобрения.

Метод определения общего азота в аммиачной и амидной формах без отгонки аммиака

Сущность метода

Сущность метода заключается в минерализации азота серной кислотой до аммиачного азота с последующим взаимодействием его с формальдегидом и титрованием выделившейся кислоты гидроксидом натрия.

Приборы, реактивы и растворы

1. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 – 72.
2. Кислота серная по ГОСТ 4204 – 77, концентрированная и $C(1/2H_2SO_4)=0,5$ моль/дм³ раствор.
3. Натрия гидроксид по ГОСТ 4328 – 77, $C(NaOH) =0,5$ и 1 моль/дм³ растворы.
4. Метиловый красный (индикатор), готовят по ГОСТ 4919.1 – 77.
5. Спирт этиловый по ГОСТ 17299 – 78 или по ГОСТ 18300 – 72.
6. Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850 – 72, готовят по ГОСТ 4919.1 – 77.
7. Тимолфталеин (индикатор).
8. Индикатор смешанный pH 9,6; готовят следующим образом: в 100 см³ этилового спирта растворяют 0,5 г фенолфталеина и 0,5 г тимолфталеина.
9. Формалин технический по ГОСТ 1625 – 75, 25%-ный раствор, перед использованием нейтрализованный по фенолфталеину до слабо–розовой окраски.

Проведение анализа

1,0-2,5 г. удобрения, в зависимости от содержания азота, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и помещают в коническую колбу из термостойкого стекла вместимостью 250 см³ (при жидких удобрениях 25 см³ продукта помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят объем водой до метки, отбирают пипеткой 10 см³ раствора и помещают в колбу из термостойкого стекла), прибавляют 5-10 см³ концентрированной серной кислоты.

Содержимое колбы перемешивают и осторожно нагревают на колбонагревателе или электроплитке (с асбестовой сеткой) до прекращения

бурного выделения пузырьков углекислого газа. Затем нагрев увеличивают до кипения и кипятят до полного прекращения выделения отдельных пузырьков углекислого газа и появления белых паров серной кислоты, нагревают еще 10 минут, после этого содержимое колбы охлаждают. После охлаждения в колбу осторожно приливают 50 см³ воды, добавляют 1-2 капли индикатора метилового красного и нейтрализуют избыток кислоты раствором гидроксида натрия С(NaOH) = 5 моль/дм³ до перехода розовой окраски раствора в желтую, а затем по каплям добавляют 0,5 н. раствор серной кислоты до появления розового оттенка.

К нейтрализованному раствору прибавляют 20-40 см³ 25 %-ного раствора формалина, 5 капель смешанного индикатора с pH 9,6 и через 1-2 минуты титруют выделившуюся кислоту 0,5 н. или 1 н. раствором гидроксида натрия до появления малиновой окраски, не исчезающей в течение 1-1,5 минут.

Раствор после прибавления формалина приобретает розовую окраску. По мере титрования окраска раствора переходит вначале в желтый цвет, а затем в малиновый, что указывает на конец титрования.

Массу навески анализируемого удобрения, условия растворения и титрования указывают в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на удобрения.

Обработка результатов

Общую массовую долю азота (X'_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X'_1 = \frac{V \cdot K \cdot 100}{m} \quad (3.1)$$

Общую массовую долю азота в жидким удобрениях (X''_2) в процентах вычисляют по формуле:

$$X''_2 = \frac{V \cdot K \cdot 250 \cdot 100}{25 \cdot \rho \cdot 10} \quad (3.2)$$

где: V – объем точно С(NaOH)=1 или 0,5 моль/дм³ раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см³;

K – масса азота, соответствующая 1 см³ раствора гидроксида натрия (для 0,5 молярного раствора $K = 0,007$, для 1 молярного раствора $K = 0,014$), г;

m – масса навески, г;

ρ – плотность жидких удобрений при 20°C, определяемая в стандартах на жидкие удобрения, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2% при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Метод определения суммы аммиачного и нитратного азота (метод Деварда)

Сущность метода

Сущность метода заключается в восстановлении нитратного азота до аммиачного сплавом Деварда, с последующей отгонкой аммиака и его титрометрическим определением.

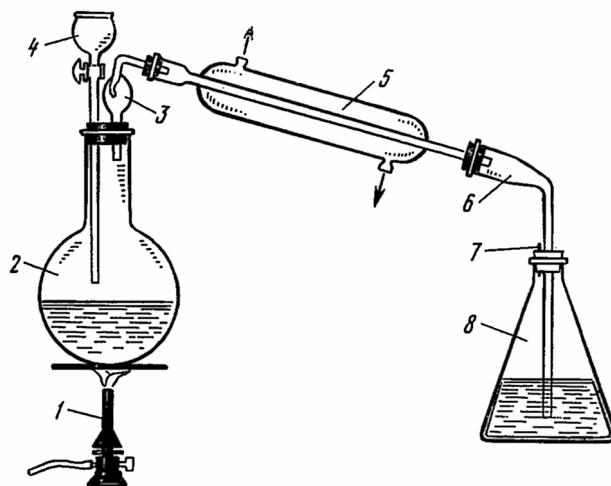
Применяемые приборы, реактивы и растворы

1. Прибор для отгонки аммиака.
2. Электрическая плитка по ГОСТ 14919 – 83 или колбонагреватель.
3. Натрия гидроксид по ГОСТ 4328 – 77, 40%-ный, $C(NaOH)=0,1$ или 0,5моль/дм³ растворы.
4. Сплав Деварда, растертый в металлической ступке до размера частиц приблизительно 1 мм.
5. Метиловый красный (индикатор).
6. Метиленовый голубой (индикатор).
7. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 – 72.
8. Кислота серная по ГОСТ 4204 – 77, $C(1/2H_2SO_4) = 0,5$ моль/дм³ и 0,1моль/дм³ растворы.
9. Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 – 78.

10. Индикатор смешанный, готовят следующим образом: 100 см³ 0,03%-ного раствора метилового красного в 70%-ном этиловом спирте смешивают с 15 см³ 0,1%-ного раствора метиленового голубого в воде.

Проведение анализа

1,5-2,0 г удобрения в зависимости от содержания азота взвешивают с погрешностью не более 0,002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Мутные растворы фильтруют через фильтр «синяя лента». Затем откалиброванной пипеткой отбирают 50 см³ раствора и переносят в реакционную колбу (см. рисунок 3.7). Навеска удобрения может быть внесена непосредственно в реакционную колбу, если удобрение полностью растворимо. Проба, вносимая в реакционную колбу, должна содержать не более 60 мг нитратного азота. После этого в колбу добавляют 2-3 г сплава Деварда и 100-300 см³ воды. Колбу соединяют через каплеуловитель с холодильником и приемником.



1 – газовая горелка (нагреватель); 2 – круглодонная термостойкая колба;
3 – каплеуловитель; 4 – капельная воронка;
5 – холодильник; 6 – аллонж;
7 – отвод; 8 – приемник

Рисунок 3.7 – Прибор для отгонки аммиака

Из бюретки в приемник наливают 25-50 см³ раствора кислоты С(1/2H₂SO₄) = 0,5 моль/дм³ или 0,1 моль/дм³, добавляют 3 капли смешанного индикатора и не большое количество воды для того, чтобы барбатер был закрыт жидкостью.

В круглодонную колбу из капельной воронки осторожно приливают от 40 см³ 40%-ного раствора гидроксида натрия. После прекращения бурной реакции колбу нагревают на электроплитке и кипятят раствор до тех пор, пока не отгонится^{2/3} жидкости из колбы. После этого проверяют отсутствие аммиака в конденсате, для этого отсоединяют приемник, обматывают конец барбатера, набирают в пробирку около 1 см³ конденсата и прибавляют несколько капель реагента Несслера.

При отсутствии аммиака не должно появляться желтой окраски. После окончания отгонки приемник с холодильником отсоединяют, промывают холодной водой, сливая промывные воды в приемник, и избыток кислоты титруют раствором гидроксида натрия С(NaOH)=0,1 или 0,5 моль/дм³.

в присутствии смешанного индикатора до изменения окраски от фиолетовой через серую до зеленой.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реагентов, но без анализируемого продукта.

Азот в контролльном опыте определяют ежедневно и при применении новых реагентов. Масса навески анализируемого удобрения, условия растворения и количество реагентов указывают в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на удобрение.

Обработка результатов

Массовую долю азота в удобрении (X₃) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 50} \quad (3.3)$$

где: V – объем точно раствора гидроксида натрия $C(NaOH)=0,1$ или $0,5\text{моль}/\text{дм}^3$, израсходованный на титрование избытка кислоты в контрольном опыте, см^3 ;

V_1 – объем точно $C(NaOH)=0,1$ или $0,5\text{моль}/\text{дм}^3$ раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование избытка кислоты в анализируемой пробе, см^3 ;

K – количество азота, соответствующее 1 см^3 раствора гидроксида натрия (для $0,5\text{моль}/\text{дм}^3$ раствора $K = 0,007$, для $0,1\text{моль}/\text{дм}^3$ раствора $K = 0,0014$), г;

m – масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать $0,3\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Метод определения амиачного азота в солях аммония (формальдегидный)

Сущность метода

Сущность метода заключается во взаимодействии амиачного азота с формальдегидом с образованием гексаметилентетрамина и эквивалентного количества кислоты, которую определяют титрометрическим методом.

Применяемые реагенты и растворы

1. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 – 72.
2. Натрия гидроксид по ГОСТ 4328 – 77, $C(NaOH) = 0,1$ или $0,25\text{моль}/\text{дм}^3$ растворы.
3. Индикатор смешанный: готовят смешиванием метилового красного и метиленового голубого по ГОСТ 4919.1 – 77.
4. Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850 – 72; готовят по ГОСТ 4919.1 – 77.
5. Формалин по ГОСТ 1625 – 75, 15 и 25%-ный растворы.
6. Метиловый красный (индикатор).

7. Метиленовый голубой (индикатор).

Проведение анализа

10 г удобрения взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в воде, доводят объем водой до метки и тщательно перемешивают. 25 см³ полученного раствора переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см³ и в присутствии смешанного индикатора нейтрализуют раствором гидроксида натрия C(NaOH) = 0,1моль/дм³

Затем в колбу приливают 25 см³ раствора формалина, предварительно нейтрализованного раствором гидроксида натрия в присутствии фенолфталеина, и через 1 минуту титруют раствором гидроксида натрия C(NaOH) = 0,1моль/дм³ в присутствии фенолфталеина до появления слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 1 минуты.

Обработка результатов

Массовую долю аммиачного азота (X₅) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_5 = \frac{V \cdot K \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 25} \quad (3.4)$$

где: V –объем точно C(NaOH) = 0,1 или 0,5моль/дм³ раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, см³;

K – количество азота, соответствующее 1 см³ раствора гидроксида натрия, г (для 0,1 моль/дм³ раствора K = 0,0014);

m – масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2% при доверительной вероятности P = 0,95.

Техника безопасности

1. К работе допускаются лица, прошедшие инструктаж по безопасной работе в химической лаборатории.

2. Работу выполнять с применением средств индивидуальной защиты.
3. Работать только на исправных электроприборах и оборудовании.
4. Стеклянная посуда должна быть целой, без трещин и изломов.
5. Перед работой вентиляция в лаборатории должна быть включена.
6. После работы все приборы должны быть обесточены, посуда вымыта, рабочее место убрано.

3. Вопросы для обсуждения

1. Охарактеризуйте свойства жидких азотных удобрений.
2. Какие удобрения называются аммиакатами?
3. Свойства аммиакатов.
4. Способы получения аммиакатов.
5. Особенности использования аммиакатов.
6. Дайте характеристику ЖАУ.
7. Марки и состав ЖАУ
8. Хранение ЖАУ.
9. Достоинства и недостатки ЖАУ, как удобрения.

Лабораторная работа 2. Анализ Карбамида. Карбамид-аммиачные смеси

Цель: Получение жидкых малолетучих удобрений – КАСов. Изучение состава удобрений.

1. Организационная форма занятия

Растворы КАС представляют собой смеси водных растворов карбамида и нитрата аммония с содержанием азота 28% (КАС–28), 30% (КАС–30), 32% (КАС–32). Все эти растворы содержат 0,5% свободного аммиака и 0,2% (в пересчете на P_2O_5) фосфата аммония – ингибиторов для подавления коррозии. Растворы КАС имеют ряд преимуществ перед другими жидкими азотными удобрениями. Основное из них – низкое содержание свободного аммиака. Это практически исключает потери азота из-за летучести свободного аммиака при погрузочных операциях, транспортировании и внесении КАС в почву, которые имеют в случае применения аммиакатов и жидкого аммиака.

Таблица 4.1 – Характеристика растворов КАС

Показатели	КАС – 28	КАС – 30	КАС – 32
NH_4NO_3	40,1	42,2	43,3
$CO(NH_2)_2$	30,0	32,7	35,4
H_2O	29,9	25,1	20,3
Плотность при $15,6^{\circ}C$, t/m^3	1,283	1,303	1,327
t кристал., $^{\circ}C$	-18	-10	-2

Существуют несколько способов получения КАС.

Первый способ заключается в том, что раствор карбамида концентрацией $\approx 70\%$ при температуре $\approx 117^{\circ}C$ непрерывно поступает из цеха карбамида в смеситель, куда одновременно из цеха аммиачной селитры

вводят концентрированный (85–91%-ный) горячий (129 –144°C) раствор аммиачной селитры. Из смесителя смесь, охлажденную в теплообменнике примерно от 119°C до температуры не выше 40°C, направляют в донейтрализатор, в который подают ингибитор коррозии (раствор фосфатов аммония, фосфорную кислоту или раствор ЖКУ) из расчета содержания в КАС 0,2% P₂O₅. Содержание свободного аммиака регулируют, вводя в донейтрализатор газообразный аммиак.

Существует также способ получения растворов КАС по так называемой интегральной схеме. По этой технологии используют непосредственно плав карбамида, а непрореагировавший аммиак нейтрализуют азотной кислотой на отдельной установке. Полученные плавы карбамида и нитрата аммония смешивают и к полученной смеси растворов добавляют ингибитор коррозии.

2. Методические рекомендации

В раствор карбамида концентрацией 70% (при температуре 117°C) вводят концентрированный 90% раствор аммиачной селитры (при температуре 130–140°C).

Необходимо точно соблюдать дозировку поступающих в реактор (в смеситель) растворов карбамида и нитрата аммония. Исследуют состав полученного удобрения.

Метод определения общего азота в аммиачной и амидной формах без отгонки аммиака

Сущность метода

Сущность метода заключается в минерализации азота серной кислотой до аммиачного азота с последующим взаимодействием его с формальдегидом и титрованием выделившейся кислоты гидроксидом натрия.

Приборы, реагенты и растворы

1. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 – 72.

2. Кислота серная по ГОСТ 4204 – 77, концентрированная и $C(1/2H_2SO_4) = 0,5$ моль/дм³ раствор.
3. Натрия гидроксид по ГОСТ 4328 – 77, $C(NaOH) = 5$ и 0,5моль/дм³. растворы.
4. Метиловый красный (индикатор), готовят по ГОСТ 4919.1 – 77.
5. Спирт этиловый по ГОСТ 17299 – 78 или по ГОСТ 18300 – 72.
6. Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850 – 72, готовят по ГОСТ 4919.1 – 77.
7. Тимолфталеин (индикатор).
8. Индикатор смешанный pH 9,6; готовят следующим образом: в 100 см³ этилового спирта растворяют 0,5 г фенолфталеина и 0,5 г тимолфталеина.
9. Формалин технический по ГОСТ 1625 – 75, 25%-ный раствор, перед использованием нейтрализованный по фенолфталеину до слабо–розовой окраски.

Проведение анализа

1,0-2,5 г. удобрения, в зависимости от содержания азота, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и помещают в коническую колбу из термостойкого стекла вместимостью 250 см³ (при жидких удобрениях 25 см³ продукта помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят объем водой до метки, отбирают пипеткой 10 см³ раствора и помещают в колбу из термостойкого стекла), прибавляют 5-10 см³ концентрированной серной кислоты.

Содержимое колбы перемешивают и осторожно нагревают на колбонагревателе или электроплитке (с асбестовой сеткой) до прекращения бурного выделения пузырьков углекислого газа. Затем нагрев увеличивают до кипения и кипятят до полного прекращения выделения отдельных пузырьков углекислого газа и появления белых паров серной кислоты, нагревают еще 10 минут, после этого содержимое колбы охлаждают. После охлаждения в колбу осторожно приливают 50 см³ воды, добавляют 1-2 капли индикатора

метилового красного и нейтрализуют избыток кислоты раствором гидроксида натрия $C(NaOH) = 5$ моль/дм³ до перехода розовой окраски раствора в желтую, а затем по каплям добавляют раствор серной кислоты $C(1/2H_2SO_4) = 0,5$ моль/дм³ до появления розового оттенка.

К нейтрализованному раствору прибавляют 20-40 см³ 25 %-ного раствора формалина, 5 капель смешанного индикатора с pH 9,6 и через 1-2 минуты титруют выделившуюся кислоту 0,5 моль/дм³ или 1 моль/дм³ раствором гидроксида натрия до появления малиновой окраски, не исчезающей в течение 1-1,5 минут.

Раствор после прибавления формалина приобретает розовую окраску. По мере титрования окраска раствора переходит вначале в желтый цвет, а затем в малиновый, что указывает на конец титрования.

Массу навески анализируемого удобрения, условия растворения и титрования указывают в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на удобрения.

Обработка результатов

Общую массовую долю азота (X'_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$X'_1 = \frac{V \cdot K \cdot 100}{m} \quad (4.1)$$

Общую массовую долю азота в жидкых удобрениях (X''_2) в процентах вычисляют по формуле:

$$X''_2 = \frac{V \cdot K \cdot 250 \cdot 100}{25 \cdot \rho \cdot 10} \quad (4.2)$$

где: V – объем точно 1 н. или 0,5 н. раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см³;

K – масса азота, соответствующая 1 см³ раствора гидроксида натрия (для 0,5 моль/дм³ раствора $K = 0,007$, для 0,1 моль/дм³ раствора $K = 0,0014$), г

m – масса навески, г;

ρ – плотность жидких удобрений при 20°C, определяемая в стандартах на жидкие удобрения, г/см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2% при доверительной вероятности Р = 0,95.

Метод определения суммы аммиачного и нитратного азота (метод Деварда)

Сущность метода

Сущность метода заключается в восстановлении нитратного азота до аммиачного сплавом Деварда, с последующей отгонкой аммиака и его титрометрическим определением.

Применяемые приборы, реактивы и растворы

1. Прибор для отгонки аммиака.
2. Электрическая плитка по ГОСТ 14919 – 83 или колбонагреватель.
3. Натрия гидроксид по ГОСТ 4328 – 77, 40%-ный, С(NaOH) = 0,1 или 0,5 моль/дм³ растворы.
4. Сплав Деварда, растертый в металлической ступке до размера частиц приблизительно 1 мм.
 1. Метиловый красный (индикатор).
 2. Метиленовый голубой (индикатор).
 3. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 – 72.
 8. Кислота серная по ГОСТ 4204 – 77, С(1/2H₂SO₄) = 0,5 моль/дм³ и 0,1 моль/дм³ растворы.
 9. Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 – 78.
10. Индикатор смешанный, готовят следующим образом: 100 см³ 0,03%-ного раствора метилового красного в 70%-ном этиловом спирте смешивают с 15 см³ 0,1%-ного раствора метиленового голубого в воде.

Проведение анализа

1,5-2,0 г удобрения в зависимости от содержания азота взвешивают с погрешностью не более 0,002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Мутные растворы фильтруют через фильтр «синяя лента». Затем откалиброванной пипеткой отбирают 50 см³ раствора и переносят в реакционную колбу (см. рисунок 3.7). Навеска удобрения может быть внесена непосредственно в реакционную колбу, если удобрение полностью растворимо. Проба, вносимая в реакционную колбу, должна содержать не более 60 мг нитратного азота. После этого в колбу добавляют 2-3 г сплава Деварда и 100-300 см³ воды. Колбу соединяют через каплеуловитель с холодильником и приемником.

Из бюретки в приемник наливают 25-50 см³ 0,5 моль/дм³ или 0,1 моль/дм³ раствора серной кислоты, добавляют 3 капли смешанного индикатора и не большое количество воды для того, чтобы барбатер был закрыт жидкостью.

В круглодонную колбу из капельной воронки осторожно приливают от 40 см³ 40%-ного раствора гидроксида натрия. После прекращения бурной реакции колбу нагревают на электроплитке и кипятят раствор до тех пор, пока не отгонится^{2/3} жидкости из колбы. После этого проверяют отсутствие аммиака в конденсате, для этого отсоединяют приемник, обматывают конец барбатера, набирают в пробирку около 1 см³ конденсата и прибавляют несколько капель реагента Несслера.

При отсутствии аммиака не должно появляться желтой окраски. После окончания отгонки приемник с холодильником отсоединяют, промывают холодной водой, сливая промывные воды в приемник, и избыток кислоты оттитровывают раствором гидроксида натрия С(NaOH) = 0,5 или 0,1 моль/дм³ в присутствии смешанного индикатора до изменения окраски от фиолетовой через серую до зеленой.

Одновременно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с тем же количеством реагентов, но без анализируемого продукта.

Азот в контрольном опыте определяют ежедневно и при применении новых реагентов. Масса навески анализируемого удобрения, условия растворения и количество реагентов указывают в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на удобрение.

Обработка результатов

Массовую долю азота в удобрении (X_3) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 50} \quad (4.3)$$

где: V – объем точно $C(NaOH)=0,1$ или $0,5\text{моль}/\text{дм}^3$ раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование избытка кислоты в контролльном опыте, см^3 ;

V_1 – объем точно $C(NaOH)=0,1$ или $0,5\text{моль}/\text{дм}^3$ раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование избытка кислоты в анализируемой пробе, см^3 ;

K – количество азота, соответствующее 1 см^3 раствора гидроксида натрия (для $0,5\text{моль}/\text{дм}^3$ раствора $K = 0,007$, для $0,1\text{моль}/\text{дм}^3$ раствора

$K = 0,0014$), г;

m – масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать $0,3\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Метод определения амиачного азота в солях аммония (формальдегидный)

Сущность метода

Сущность метода заключается во взаимодействии аммиачного азота с формальдегидом с образованием гексаметилентетрамина и эквивалентного количества кислоты, которую определяют тетраметрическим методом.

Применяемые реагенты и растворы

1. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 – 72.
2. Натрия гидроксид по ГОСТ 4328 – 77, $C(NaOH) = 0,1$ или $0,25\text{моль}/\text{дм}^3$ растворы.
3. Индикатор смешанный: готовят смещиванием метилового красного и метиленового голубого по ГОСТ 4919.1 – 77.
4. Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850 – 72; готовят по ГОСТ 4919.1 – 77.
5. Формалин по ГОСТ 1625 – 75, 15 и 25%-ный растворы.
6. Метиловый красный (индикатор).
7. Метиленовый голубой (индикатор).

Проведение анализа

10 г удобрения взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3 , растворяют в воде, доводят объем водой до метки и тщательно перемешивают. 25 см^3 полученного раствора переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и в присутствии смешанного индикатора нейтрализуют $C(NaOH) = 0,1\text{моль}/\text{дм}^3$ раствором гидроксида натрия.

Затем в колбу приливают 25 см^3 раствора формалина, предварительно нейтрализованного раствором гидроксида натрия в присутствии фенолфталеина, и через 1 минуту титруют $C(NaOH) = 0,1\text{моль}/\text{дм}^3$ раствором гидроксида натрия в присутствии фенолфталеина до появления слаборозовой окраски, устойчивой в течение 1 минуты.

Обработка результатов

Массовую долю аммиачного азота (X_5) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_5 = \frac{V \cdot K \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 25} \quad (4.4)$$

где: V – объем точно $C(NaOH) = 0,5\text{моль}/\text{дм}^3$ или $0,1\text{ моль}/\text{дм}^3$ раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, см^3 ;

K – количество азота, соответствующее 1 см^3 раствора гидроксида натрия, г (для $0,1\text{ моль}/\text{дм}^3$ раствора $K = 0,0014$);

m – масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать $0,2\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Техника безопасности

1. К работе допускаются лица, прошедшие инструктаж по безопасной работе в химической лаборатории.
2. Работу выполнять с применением средств индивидуальной защиты.
3. Работать только на исправных электроприборах и оборудовании.
4. Стеклянная посуда должна быть целой, без трещин и изломов.
5. Перед работой вентиляция в лаборатории должна быть включена.
6. После работы все приборы должны быть обесточены, посуда вымыта, рабочее место убрано.

3. Вопросы для обсуждения

1. Охарактеризуйте свойства КАС.
2. Какие удобрения называются КАСами?
3. Свойства и состав КАСов.
4. Способы получения КАСов.
5. Особенности транспортирования и хранения КАСов.
6. Дайте характеристику КАСам.
7. Марки и состав КАСов.

8. Интегральная схема получения КАСов.

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Методические указания

к практическим занятиям по дисциплине
«Обеспечение качества и сертификация химической продукции»
для направления подготовки 18.03.01 Химическая технология
направленность (профиль) Технология неорганических веществ

Невинномысск 2023

Практическое занятие №1

Закон Российской Федерации «О сертификации продукции и услуг»

- Цель занятия: Изучить основные положения закона. Показать область применения закона, его цели и правовые основы.

Закон устанавливает правовые основы обязательной и добровольной сертификации продукции, услуг и иных объектов в Российской Федерации, а также права, обязанности и ответственность участников сертификации.

Закон состоит из четырех разделов и двадцати статей. В статьях дается понятие сертификации, целей сертификации, обязательности сертификации, условий ввоза импортной продукции и др. В законе подчеркивается, что сертификат соответствия – документ, выданный по правилам системы сертификации для подтверждения соответствия сертифицированной продукции установленным требованиям. Организация и проведение работ по обязательной сертификации возлагаются на специально уполномоченный федеральный орган исполнительной власти в области сертификации. Закон определяет условия добровольной сертификации.

Виновные в нарушении закона – юридические, физические лица, а также федеральные органы исполнительной власти, виновные в нарушении правил обязательной сертификации, несут уголовную, административную либо гражданско-правовую ответственность.

Практическое занятие №2

Закон Российской Федерации «О стандартизации»

- Цель занятия: Изучить основные положения закона. Показать область применения закона, его цели и правовые основы.

Закон устанавливает правовые основы стандартизации в Российской Федерации. Закон обязателен для всех государственных органов управления, а также предприятий и предпринимателей, общественных объединений, определяет меры государственной защиты интересов потребителей и государства посредством разработки и применения нормативных документов по стандартизации.

Закон состоит из пяти разделов и шестнадцати статей. В статьях дается понятие стандартизации, целей стандартизации, обязанности соблюдения требований, устанавливаемых государственными стандартами для государственных органов управления и субъектов хозяйственной деятельности.

Нормативные документы по стандартизации должны применяться государственными органами управления, субъектами хозяйственной деятельности на стадиях разработки, подготовки продукции к производству, ее изготовления, реализации, использования, хранения, транспортирования и утилизации, при выполнении работ и оказании услуг, при разработке технической документации, в том числе технических условий на поставляемую продукцию.

Практическое занятие №3

Закон Российской Федерации «Об обеспечении единства измерений».

Цель занятия: Изучить основные положения Закона, его цели и правовые основы.

Закон устанавливает правовые основы обеспечения единства измерений в Российской Федерации, регулирует отношения государственных органов управления Российской Федерации с юридическими и физическими лицами по вопросам изготовления, выпуска, эксплуатации, ремонта, продажи и импорта средств измерений и направлен на защиту прав и законных интересов граждан, установленного правопорядка и экономики Российской Федерации от отрицательных последствий недостоверных результатов измерений.

Закон состоит из семи разделов и двадцати семи статей. В статьях дается понятие средствам измерений, метрологическому контролю и надзору, поверке и калибровке средств измерений и другим понятиям закона.

Государственное управление деятельностью по обеспечению единства измерений в Российской Федерации осуществляет Комитет Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации (Госстандарт России).

В соответствии с настоящим Законом и другими актами законодательства РФ Госстандарт России утверждает нормативные документы по обеспечению единства измерений, устанавливающие метрологические правила и нормы и имеющие обязательную силу на территории Российской Федерации.

Практическое занятие №4

Общие требования к испытательным лабораториям ГОСТ Р 51000.3-96.

Цель занятия: Изучить основные положения документа, показать область применения документа, его цели и задачи.

Настоящий стандарт устанавливает общие (основополагающие) требования, которым должна соответствовать испытательная лаборатория, чтобы быть признанной в качестве компетентной для выполнения испытаний в определенной области деятельности (области аккредитации). Стандарт распространяется на все

испытания, включая поверку и калибровку. Стандарт предназначен для применения:

- аккредитующим органом – при аккредитации испытательных лабораторий;
- испытательными лабораториями и другими организациями при подготовке к аккредитации и последующей деятельности в соответствии с областью аккредитации.

Практическое занятие №5

Общие требования к аккредитации испытательных лабораторий ГОСТ Р 51000.4-96.

Цель занятия: Изучить основные положения документа. Показать область применения документа, его цели и задачи. Настоящий стандарт устанавливает общие требования к порядку (процедуре) аккредитации (в том числе аттестации) испытательных и измерительных лабораторий (далее- испытательные лаборатории).

Стандарт предназначен для применения:

- аккредитующим органом – при проведении аккредитации испытательных лабораторий, включая инспекционный контроль за аккредитованными лабораториями;
- испытательной лабораторией – при ее создании, аккредитации и последующей деятельности в соответствии с областью аккредитации;
- требования настоящего стандарта могут быть дополнены при аккредитации испытательных лабораторий в конкретных отраслях.

Аккредитация (испытательной лаборатории) – официальное признание полномочным (авторитетным) органом компетентности (способности) лаборатории проводить конкретные испытания или конкретные виды испытаний в определенной области деятельности.

Аттестация (испытательной лаборатории) – проверка испытательной лаборатории с целью определения ее соответствия установленным требованиям (критериям аккредитации).

Аттестат аккредитации (испытательной лаборатории) – документ, выданный аккредитующим органом и регистрирующий факт официального признания компетентности испытательной лаборатории в определенной области деятельности (области аккредитации).

Вопросы для контроля

1. Качество – как экономическая категория и объект управления.
2. Эволюция подходов к менеджменту качества.
3. Метрологические основы управления качеством.
4. Выборочный контроль при исследовании надежности.
5. Сертификация продукции и систем качества.
6. Профилактика брака на производстве.
7. Сертификация в управлении качества продукции.
8. Контроль качества продукции на предприятиях.
9. Качество продукции – как объект управления
10. Стандартизация в управлении качеством продукции.
11. Оценка эффективности стандартизации.
12. Эволюция подходов к управлению качеством продукции.
13. Объективная необходимость повышения качества продукции.
14. Организация, виды, методы технического контроля качества продукции.
15. Сущность и содержание сертификации продукции.
16. Правовые основы сертификации.

17. Организационно-методические принципы сертификации.
18. Сущность и основные понятия метрологии.
19. Средства измерений.
20. Организационно-правовые основы метрологической деятельности.
21. Метрология в зарубежных странах.
22. Методы и инструменты государственного регулирования деятельности в области качества.
23. Понятия качества.
24. Планирование качества.
25. Контроль качества.
26. Понятие сертификации продукции.
27. Повышение качества - объективный закон развития производства.
28. Обязательная и добровольная сертификация продукции и услуг.
29. Основы обеспечения единства измерений.
30. Значение деятельности международных организаций по стандартизации.

Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

1. Перечень основной и дополнительной литературы, необходимой для освоения дисциплины (модуля)

1.1. Перечень основной литературы:

1. Аристов А. И., Карпов Л. И., Приходько В.М. Метрология, стандартизация и сертификация: учебник - М.: Академия, 2011. ISBN 978-5-7695-5776-7

1.2. Перечень дополнительной литературы:

1. Гончаров, А. А. Метрология, стандартизация и сертификация : учеб. пособие / А. А. Гончаров, В. Д. Копылов. - 6-е изд., стер. - М. : Академия, 2008. - 240 с. : ил. - (Высшее профессиональное образование). -Библиогр.: с. 236-237. - ISBN 978-5-7695-50560
2. Метрология, стандартизация и сертификация : учебник / [А. И. Аристов, Л. И. Карпов, В. М. Приходько, Т. М. Раковщик]. - 4-е изд., стер. - М. : Академия, 2008. - 384 с. : ил. - Прил.: с. 368-376. - Библиогр.: с. 377-379. - ISBN 978-5-7695-5776-7

2.Перечень учебно-методического обеспечения самостоятельной работы обучающихся по дисциплине (модулю)

1 МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ОРГАНИЗАЦИИ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ ПРИ ПОДГОТОВКЕ К ЗАНЯТИЯМ, ПРОВОДИМЫМ В ИНТЕРАКТИВНОЙ ФОРМЕ ОБУЧЕНИЯ по направлениям подготовки: 13.03.02 Электроэнергетика и электротехника, 18.03.01 Химическая технология 15.03.02 Технологические машины и оборудование, 15.03.04 Автоматизация технологических процессов и производств, 15.04.04 Автоматизация технологических процессов и производств (магистратура), 18.03.02 Энерго- и ресурсосберегающие процессы в химической технологии, нефтехимии и биотехнологии / сост.: М.В. Должикова, А.А. Евдокимов, Е.Н. Павленко, А.И. Колдаев, А.В. Пашковский, Т.С. Чередниченко. – Невинномысск: НТИ (филиал) СКФУ, 2022. – 45 с

3. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины (модуля)

- 1 <http://window.edu.ru/> – единое окно доступа к образовательным ресурсам
- 2 <http://biblioclub.ru/> — ЭБС «Университетская библиотека онлайн».
- 3 <http://catalog.ncstu.ru/> — электронный каталог ассоциации электронных библиотек учебных заведений и организаций СКФО
- 4 <http://www.iprbookshop.ru> — ЭБС.
- 5 <https://openedu.ru> – Открытое образование
- 6 <http://ecograde.bio.msu.ru> – Информационная система «Фундаментальные проблемы оценки состояния экосистем и экологического нормирования»

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Методические указания
по выполнению самостоятельной работы
по дисциплине «Обеспечение качества и сертификация химической
продукции»
для студентов направления подготовки 18.03.01 Химическая технология
направленность (профиль) Технология неорганических веществ

(ЭЛЕКТРОННЫЙ ДОКУМЕНТ)

СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	3
1 Общая характеристика самостоятельной работы студента при изучении дисциплины.....	5
2 План-график выполнения самостоятельной работы.....	7
3 Контрольные точки и виды отчетности по ним.....	8
4 Описание показателей и критериев оценивания компетенций на различных этапах их формирования, описание шкал оценивания.....	8
5 Тематический план дисциплины.....	9
6 Вопросы для собеседования.....	10
7 Методические рекомендации по изучению теоретического материала.....	12
8 Методические рекомендации по организации самостоятельной работы студентов.....	12
9 Методические рекомендации при работе над конспектом во время проведения лекции.....	12
10 Методические рекомендации по подготовке к практическим занятиям.....	13

Введение

Настоящее пособие разработано на основе:

- Федерального закона от 29 декабря 2012 г. № 273-ФЗ «Об образовании в Российской Федерации»;
- Федеральных государственных образовательных стандартов высшего образования (далее ФГОС ВО);
- нормативно-методических документов Минобрнауки России;
- Устава ФГАОУ ВО «Северо-Кавказский федеральный университет»;
- Приказом Минобрнауки России от 06.04.2021 N 245 «Об утверждении Порядка организации и осуществления образовательной деятельности по образовательным программам высшего образования - программам бакалавриата, программам специалитета, программам магистратуры» (Зарегистрировано в Минюсте России 13.08.2021 N 64644);
- локальных нормативных актов ФГАОУ ВО «Северо-Кавказский федеральный университет».

На современном рынке труда конкурентоспособным может стать только квалифицированный работник соответствующего уровня и профиля, компетентный, свободно владеющей своей профессией и ориентированный в смежных областях деятельности, способный к эффективной работе по специальности на уровне мировых стандартов и готовый к постоянному профессиональному росту.

Самостоятельная работа студента направлена на достижение целей подготовки специалистов-профессионалов, активное включение обучаемых в сознательное освоение содержания образования, обеспечение мотивации, творческое овладение основными способами будущей профессиональной деятельности. Чтобы подготовить и обучить такого профессионала, высшим учебным заведениям необходимо скорректировать свой подход к планированию и организации учебно-воспитательной работы. Это в равной степени относится к изменению содержания и характера учебного процесса. В современных реалиях задача преподавателя высшей школы заключается в организации и направлении познавательной деятельности студентов, эффективность которой во многом зависит от их самостоятельной работы. В свою очередь, самостоятельная работа студентов должна представлять собой не просто самоцель, а средство достижения прочных и глубоких знаний, инструмент формирования активности и самостоятельности студентов.

В связи с введением в образовательный процесс новых образовательных стандартов, с уменьшением количества аудиторных занятий по дисциплинам возрастает роль самостоятельной работы студентов. Возникает необходимость оптимизации самостоятельной работы студентов (далее - СРС). Появляется необходимость модернизации технологий обучения, что существенно меняет подходы к учебно-методическому и организационно-техническому обеспечению учебного процесса.

Данная методическая разработка содержит рекомендации по организации, управлению и обеспечению эффективности самостоятельной работы студентов в процессе обучения в целях формирования необходимых компетенций.

Самостоятельная работа студентов является обязательным компонентом учебного процесса для каждого студента и определяется учебным планом. Виды самостоятельной работы студентов определяются при разработке рабочих программ и учебных методических комплексов дисциплин содержанием учебной дисциплины. При определении содержания самостоятельной работы студентов следует учитывать их уровень самостоятельности и требования к уровню самостоятельности выпускников для того, чтобы за период обучения искомый уровень был достигнут. Так, удельный вес самостоятельной работы при обучении в очной форме составляет до 50% от количества

аудиторных часов, отведённых на изучение дисциплины, в заочной форме - количество часов, отведенных на освоение дисциплины, увеличивается до 90%.

Самостоятельная работа определяется как индивидуальная или коллективная учебная деятельность, осуществляемая без непосредственного руководства педагога, но по его заданиям и под его контролем.

Самостоятельная работа – это познавательная учебная деятельность, когда последовательность мышления студента, его умственных и практических операций и действий зависит и определяется самим студентом. Самостоятельная работа студентов способствует развитию самостоятельности, ответственности и организованности, творческого подхода к решению проблем учебного и профессионального уровня, что в итоге приводит к развитию навыка самостоятельного планирования и реализации деятельности.

Целью самостоятельной работы студентов является овладение необходимыми компетенциями по своему направлению подготовки, опытом творческой и исследовательской деятельности.

На основании компетентностного подхода к реализации профессиональных образовательных программ, видами заданий для самостоятельной работы являются:

- для овладения знаниями: чтение текста (учебника, первоисточника, дополнительной литературы), составление плана текста, графическое изображение структуры текста, конспектирование текста, выписки из текста, работа со словарями и справочниками, ознакомление с нормативными документами, учебно-исследовательская работа, использование аудио- и видеозаписей, компьютерной техники и информационно-телекоммуникационной сети Интернет и др.

- для закрепления и систематизации знаний: работа с конспектом лекции, обработка текста (учебника, первоисточника, дополнительной литературы, аудио и видеозаписей), повторная работа над учебным материалом, составление плана, составление таблиц для систематизации учебного материала, ответ на контрольные вопросы, заполнение рабочей тетради, аналитическая обработка текста (аннотирование, рецензирование, реферирование, конспект-анализ и др.), завершение аудиторных практических работ и оформление отчётов по ним, подготовка мультимедиа сообщений/докладов к выступлению на семинаре (конференции), материалов-презентаций, подготовка реферата, составление библиографии, тематических кроссвордов, тестирование и др.

- для формирования умений: решение задач и упражнений по образцу, решение вариативных задач, выполнение чертежей, схем, выполнение расчетов (графических работ), решение ситуационных (профессиональных) задач, подготовка к деловым играм, проектирование и моделирование разных видов и компонентов профессиональной деятельности, рефлексивный анализ профессиональных умений с использованием аудио- и видеотехники и др.

Самостоятельная работа может осуществляться индивидуально или группами студентов в зависимости от цели, объема, конкретной тематики самостоятельной работы, уровня сложности, уровня умений студентов.

Контроль результатов самостоятельной работы студентов может осуществляться в пределах времени, отведенного на обязательные учебные занятия по дисциплине и внеаудиторную самостоятельную работу студентов по дисциплине, может проходить в письменной, устной или смешанной форме.

Самостоятельная работа проводится в виде упражнений при изучении нового материала, упражнений в процессе закрепления и повторения, упражнений проверочных и контрольных работ, а также для самоконтроля.

Для организации самостоятельной работы необходимы следующие условия:

1. готовность студентов к самостоятельному труду;

2. наличие и доступность необходимого учебно-методического и справочного материала;

3. консультационная помощь.

Самостоятельная работа может проходить в лекционном кабинете, компьютерном зале, библиотеке, дома. Самостоятельная работа способствует формированию компетенций, тренирует волю, воспитывает работоспособность, внимание, дисциплину и ответственность.

1 Общая характеристика самостоятельной работы студента при изучении дисциплины

Дисциплина «Обеспечение качества и сертификация химической продукции» относится к дисциплине базовой части. Она направлена на формирование профессиональных компетенций обучающихся в процессе выполнения работ, определенных ФГОС ВО.

Наименование компетенций:

Код, формулировка компетенции	Код, формулировка индикатора	Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю), характеризующие этапы формирования компетенций, индикаторов
ПК-1 Способен организовать контроль качества продукции на всех стадиях производственного процесса	ИД-1 ПК-1 анализирует качество сырья и материалов, полуфабрикатов и комплектующих изделий на соответствие требованиям нормативной документации	Пороговый уровень Понимает: современную концепцию менеджмента качества; инструменты и методы управления качеством; техническое законодательство и нормативные документы по стандартизации, метрологии, сертификации и управлению качеством Повышенный уровень Понимает: порядок разработки, утверждения и внедрения стандартов, технических регламентов и другой нормативно-технической документации; организацию и техническую базу метрологического обеспечения предприятия, правила проведения метрологической экспертизы, методы и средства поверки и калибровки средств измерений; виды, участников, правила сертификации, схемы и порядок проведения сертификации продукции, услуг и производства
	ИД-2 ПК-1 осуществляет внедрение новых методов и средств технического контроля	Пороговый уровень Понимает: навыки разработки предложения по комплексному использованию сырья и утилизации отходов производства уровень Умеет: работать с нормативными

		документами по стандартизации, метрологии и сертификации, применять полученные знания в сфере биотехнологии
	ИД-3 ПК-1 осуществляет проведение испытаний новых и модернизированных образцов продукции	<p>Пороговый уровень Применяет: использовать методы и алгоритмы реализации инструментов управления качеством; оценивать затраты на менеджмент качества</p> <p>Повышенный уровень Владеет: навыками использования при решении поставленных задач инструментов и методов управления качеством;</p>

В рамках курса дисциплины «Обеспечение качества и сертификация химической продукции» самостоятельная работа студентов находит активное применение и включает в себя различные виды деятельности:

- подготовка к практическим занятиям, в том числе работа с методическими указаниями, средствами массовой информации;
- подготовка к лекциям, в том числе самостоятельное углубленное изучение теоретического курса по рекомендованной литературе;
- подготовка к промежуточной аттестации.

Цель самостоятельной работы студента при подготовке к лекциям заключается в получении новых знаний, приобретенных при более глубоком изучении литературы по дисциплине.

Задачи:

- доработка и повторение конспектов лекции;
- осмысление содержания лекции, логической структуры, выводов.

Цель самостоятельной работы студента при подготовке к практическим занятиям заключается в углублении, расширении, детализировании знаний, полученных на лекциях в обобщенной форме.

Задачи:

- развить способность применять полученные знания на практике при решении конкретных задач;
- проверить знания студентов, полученные на лекциях и при самостоятельном изучении литературы.

2 План-график выполнения самостоятельной работы

Таблица 1 – Виды самостоятельной работы для очной формы обучения

Коды реализуемых компетенций, индикатора (ов)	Вид деятельности студентов	Средства и технологии оценки	Объем часов, в том числе				
			CPC	Контактна я работа с преподава телем	Всего		
Очная форма обучения							
7 семестр							
ПК-1 ИД-1 ПК-1 ИД-2 ПК-1 ИД-3	Подготовка к практическим занятиям	Собеседование	2,779	0,146	2,925		
	Подготовка к лабораторным занятиям	Собеседование	1,1466	0,0234	1,17		
	Самостоятельное изучение литературы	Собеседование	51,685	2,72	54,405		
Итого за 8 семестр			55,6106	2,8894	58,5		

3 Контрольные точки и виды отчетности по ним

В рамках рейтинговой системы успеваемость студентов по каждой дисциплине оценивается в ходе текущего контроля и промежуточной аттестации.

4 Описание показателей и критериев оценивания компетенций на различных этапах их формирования, описание шкал оценивания

Уровни сформированности компетенци(ий), индикатора (ов)	Дескрипторы			
	Минимальный уровень не достигнут (Неудовлетворительно) 2 балла	Минимальный уровень (удовлетворительно) 3 балла	Средний уровень (хорошо) 4 балла	Высокий уровень (отлично) 5 баллов
<i>Компетенция: ПК-1 Способен организовать контроль качества продукции на всех стадиях производственного процесса</i>				
ИД-1 ПК-1 анализирует качество сырья и материалов, полуфабрикатов и комплектующих изделий на соответствие требованиям нормативной документации	не в достаточном объеме понимает современную концепцию менеджмента качества; инструменты и методы управления качеством; техническое законодательство и нормативные документы по стандартизации, метрологии, сертификации и управлению качеством	имеет общее представление о современной концепции менеджмента качества; инструменты и методы управления качеством; техническое законодательство и нормативные документы по стандартизации, метрологии, сертификации и управлению качеством	знает современную концепцию менеджмента качества; инструменты и методы управления качеством; техническое законодательство и нормативные документы по стандартизации, метрологии, сертификации и управлению качеством	Понимает порядок разработки, утверждения и внедрения стандартов, технических регламентов и другой нормативно-технической документации; организацию и техническую базу метрологического обеспечения предприятия, правила проведения метрологической экспертизы, методы и средства поверки и калибровки средств измерений; виды, участников, правила сертификации, схемы и порядок проведения сертификации продукции, услуг и

				производства
ИД-2	ПК-1 осуществляет внедрение новых методов и средств технического контроля	Не в достаточном объеме знает навыки разработки предложения по комплексному использованию сырья и утилизации отходов производства	Имеет общее представление о навыках разработок предложения по комплексному использованию сырья и утилизации отходов производства	Знает навыки разработки предложения по комплексному использованию сырья и утилизации отходов производства
ИД-3	ПК-1 осуществляет проведение испытаний новых и модернизированных образцов продукции	Не в достаточном объеме знает как использовать методы и алгоритмы реализации инструментов управления качеством; оценивать затраты на менеджмент качества	Имеет общее представление об использовании методов и алгоритмов реализации инструментов управления качеством; оценивать затраты на менеджмент качества	Знает методы и алгоритмы реализации инструментов управления качеством; оценивать затраты на менеджмент качества

5 Тематический план ДИСЦИПЛИНЫ

№	Раздел (тема) дисциплины	Реализуемые компетенции, индикаторы	Контактная работа обучающихся с преподавателем, часов				Самостоятельная работа, часов
			Лекции	Практические занятия	Лабораторные работы	Групповые консультации	

Очная форма обучения

8 семестр

1	Введение.	ПК-1 ИД-1 ПК-1 ИД-2 ПК-1 ИД-3	1,5				11
2	Международные организации, занимающиеся системой качества	ПК-1 ИД-1 ПК-1 ИД-2 ПК-1 ИД-3	1,5				12
3	Потребительские и эксплуатационные свойства продуктов.	ПК-1 ИД-1 ПК-1 ИД-2 ПК-1 ИД-3	1,5	7,5			11
4	Проверка и	ПК-1 ИД-1	1,5		7,5		12

	оценка систем качества.	ПК-1 ИД-2 ПК-1 ИД-3					
5	Порядок сертификации продукции.	ПК-1 ИД-1 ПК-1 ИД-2 ПК-1 ИД-3	1,5				12,5
	ИТОГО за 8 семестр		7,5	7,5	7,5		58,5
	ИТОГО		7,5	7,5	7,5		58,5

№ Темы дисциплины	Наименование тем дисциплины, их краткое содержание	Объем часов	Из них практическая подготовка, часов
1	Введение 1. Предмет и задачи курса. 2. Качество - объективный закон развития современного мирового сообщества. 3. Условия развития современного производства, профессиональная мобильность людей, стиль управления и организация производства.	1,5	1,5
2	Международные организации, занимающиеся системой качества. 1. Стандарты серии ISO, их предназначение и квалификация. 2. Цели и задачи международного сотрудничества в области стандартизации.	1,5	
3	. Потребительские и эксплуатационные свойства продуктов. 1. Методы и стандартные методики определения основных физико-химических свойств продуктов. 2. Система качества; направление деятельности в области качества - подсистемы качества. 3. Условия функционирования системы качества. 4. Основные группы системы сертификации; Госстандарт России - главный орган, формирующий и реализующий государственную политику в области стандартизации	1,5	
4	Проверка и оценка систем качества. 1. Этапы сертификации и инспектирования системы качества. 2. Основные процедуры и документация подготовительного этапа сертификации системы качества. 3. Цели проверки системы качества. 4. Паспорт качества продукции химических производств	1,5	1,5
5	Порядок сертификации продукции. 1. Нормативные документы на соответствие, которым проводится сертификация. 2. Системы сертификации ГОСТ. 3. Схемы сертификации, состав схем сертификации.	1,5	
	Итого за 8 семестр	7,5	3
	Итого	7,5	3

6 Вопросы для собеседования

1. Качество – как экономическая категория и объект управления.
2. Эволюция подходов к менеджменту качества.
3. Метрологические основы управления качеством.
4. Выборочный контроль при исследовании надежности.
5. Сертификация продукции и систем качества.
6. Профилактика брака на производстве.
7. Сертификация в управлении качества продукции.
8. Контроль качества продукции на предприятиях.
9. Качество продукции – как объект управления
10. Стандартизация в управлении качеством продукции.
11. Оценка эффективности стандартизации.
12. Эволюция подходов к управлению качеством продукции.
13. Объективная необходимость повышения качества продукции.
14. Организация, виды, методы технического контроля качества продукции.
15. Сущность и содержание сертификации продукции.
16. Правовые основы сертификации.
17. Организационно-методические принципы сертификации.
18. Сущность и основные понятия метрологии.
19. Средства измерений.
20. Организационно-правовые основы метрологической деятельности.
21. Метрология в зарубежных странах.
22. Методы и инструменты государственного регулирования деятельности в области качества.
23. Понятия качества.
24. Планирование качества.
25. Контроль качества.
26. Понятие сертификации продукции.
27. Повышение качества - объективный закон развития производства.
28. Обязательная и добровольная сертификация продукции и услуг.
29. Основы обеспечения единства измерений.
30. Значение деятельности международных организаций по стандартизации.

7 Методические рекомендации по изучению теоретического материала

Самостоятельная работа студента в ходе **лекционных занятий** включает изучение вопросов теории, вынесенных на самостоятельное изучение в соответствии с рабочей программой дисциплины, проработку лекционных материалов для подготовки к контролю знаний на лекционных занятиях (опрос) и подготовку вопросов для обсуждения при консультации с преподавателем.

Работа с лекционным материалом не завершается по окончании лекции. На 2 часа лекции необходимо затратить около часа на работу с конспектом. За это время необходимо перечитать записи, пополнить их данными, которые удалось запомнить из речи преподавателя, но не удалось записать. Работая с конспектом, нужно отметить непонятные вопросы для выяснения которых у преподавателя на консультации. Отдельно следует выделить связанные с темой лекции вопросы, которые преподаватель поручил проработать самостоятельно.

Активно проработанный в течение семестра конспект лекций в дальнейшем служит основой для подготовки к экзамену.

Вопросы для самостоятельного изучения представлены в п. 5.

Самостоятельная работа в ходе **практикума** включает выполнение заданий к практическим занятиям, в частности решение задач различного уровня сложности. Задачи приведены в методических указаниях к практическим занятиям и фондах оценочных средств.

Зная тему практического занятия, необходимо готовиться к нему заранее. Для эффективной подготовки к практическому занятию необходимо иметь методическое руководство к практическому занятию.

Критерии оценивания практических занятий представлены в фонде оценочных средств.

При проверке практического задания, оцениваются: последовательность и рациональность изложения материала; полнота и достаточный объем ответа; научность в оперировании основными понятиями; использование и изучение дополнительных литературных источников

Критерии оценивания результатов самостоятельной работы: вопросы для собеседования и экзамена приведены в фонде оценочных средств по дисциплине

8 Методические рекомендации по организации самостоятельной работы студентов

Самостоятельная работа является одним из видов учебной деятельности обучающихся, способствует развитию самостоятельности, ответственности и организованности, творческого подхода к решению проблем учебного и профессионального уровня.

Аудиторная самостоятельная работа по учебной дисциплине осуществляется на учебных занятиях под непосредственным руководством преподавателя и по его заданию.

Внеаудиторная самостоятельная работа выполняется по заданию преподавателя без его непосредственного участия.

Виды заданий для внеаудиторной самостоятельной работы, их содержание и характер могут иметь вариативный и дифференцированный характер, учитывать специфику изучаемой учебной дисциплины, индивидуальные особенности обучающегося.

Контроль самостоятельной работы и оценка ее результатов организуется как единство двух форм:

1. самоконтроль и самооценка обучающегося;
2. контроль и оценка со стороны преподавателя.

9 Методические рекомендации при работе над конспектом во время проведения лекции

В ходе лекционных занятий вести конспектирование учебного материала. Обращать внимание на категории, формулировки, раскрывающие содержание тех или иных явлений и процессов, научные выводы и практические рекомендации, положительный опыт в ораторском искусстве. Желательно оставить в рабочих конспектах поля, на которых делать пометки из рекомендованной литературы, дополняющие материал прослушанной лекции, а также подчеркивающие особую важность тех или иных теоретических положений. Задавать преподавателю уточняющие вопросы с целью уяснения теоретических положений, разрешения спорных ситуаций.

В ходе подготовки к семинарам изучить основную литературу, ознакомиться с дополнительной литературой, новыми публикациями в периодических изданиях: журналах, газетах и т.д. При этом учесть рекомендации преподавателя и требования учебной программы. Дорабатывать свой конспект лекции, делая в нем соответствующие записи из литературы, рекомендованной преподавателем и предусмотренной учебной программой. Подготовить тезисы для выступлений по всем учебным вопросам, выносимым на семинар. Готовясь к докладу или реферативному сообщению, обращаться за методической помощью к преподавателю. Составить план-конспект своего выступления. Продумать примеры с целью обеспечения тесной связи изучаемой теории с реальной жизнью. Своевременное и качественное выполнение самостоятельной работы базируется на соблюдении настоящих рекомендаций и изучении рекомендованной литературы. Студент может дополнить список использованной литературы современными источниками, не представленными в списке рекомендованной литературы, и в дальнейшем использовать собственные подготовленные учебные материалы при написании работ.

10 Методические рекомендации по подготовке к практическим занятиям

Практическое занятие – один из самых эффективных видов учебных занятий, на которых студенты учатся творчески работать, аргументировать и отстаивать свою позицию, правильно и доходчиво излагать свои мысли перед аудиторией. Основное в подготовке и проведении практических занятий – это самостоятельная работа студента над изучением темы. Студент обязан точно знать план занятия либо конкретное задание к нему. На занятии обсуждаются узловые вопросы темы, однако там могут быть и такие, которые не были предметом рассмотрения на лекции. Могут быть и специальные задания к той или иной теме.

Готовиться к лабораторному занятию следует заранее. Необходимо внимательно ознакомиться с планом и другими материалами, уяснить вопросы, выносимые на обсуждение. Затем нужно подобрать литературу и другой необходимый, в т.ч. рекомендованный, материал (через библиотеку, учебно-методический кабинет кафедры и др.). Но прежде всего, следует обратиться к своим конспектам лекций и соответствующему разделу учебника. Изучение всех источников должно идти под углом зрения поиска ответов на выносимые на практико-ориентированные занятия вопросы.

Завершающий этап подготовки к занятиям состоит в выполнении индивидуальных заданий.

В случае пропуска занятия студент обязан подготовить материал и отчитаться по нему перед преподавателем в обусловленное время. Может быть предложено отдельным бакалаврам, ввиду их слабой подготовки, более глубоко освоить материал и прийти на индивидуальное собеседование.

Студент не допускается к зачету, если у него есть задолженность по практическим занятиям.