

Министерство науки и высшего образования
Российской Федерации
ФГБОУ ВО «Бурятский государственный университет
Имени Доржи Банзарова»
Колледж
Химический факультет
Кафедра общей и аналитической химии

Отчёт о производственной практике
**Основы аналитической химии и физико-химических
методов анализа**

Руководитель: Мазур Людмила Владимировна

Выполнил: Паньков Максим Александрович

Группа 17F09

Место проведения производственной практики:

**Отдел санитарно-химических и токсико-
гигиенических исследований ФБУЗ «Центр
гигиены и эпидемиологии в РБ»**

и

**Химический факультет БГУ им. Доржи
Банзарова**

Цель и задачи производственной практики:

Ознакомится с приборно- инструментальным обеспечением аналитической лабораториями на предприятии.

Познакомится с коллективом

Закрепление навыков проведения анализа и постановке аналитической задачи.

Применение навыков проведения гравиметрического анализа.

План:

1. Лаборатория
гигиены питания, а
также и другие
лаборатории

2. Практическая
часть

Лаборатория гигиены питания

Лаборатория гигиены питания проводит исследования

:

продуктов питания,
продовольственного сырья,
продуктов детского питания,
алкогольной и безалкогольной продукции

```
graph TD; A([Проводит анализ на:]); B([Органолептические показатели]); C([Физико-химические показатели]); A --- B; A --- C;
```

Проводит анализ на:

Органолептические
показатели

Физико-химические
показатели

Проводит исследования:

Гистамин в рыбе и рыбных продуктах, нитраты в плодоовощной продукции, нитриты в мясе и мясопродуктах, микротоксины В1 и М1, зеараленон.

Рационов детского питания (калорийность), на термическую обработку витаминизацию, пищевой ценности готовых блюд.

А так же исследования йодированной соли школьных и дошкольных учреждений

Анализы проведенные в лаборатории ГИГИЕНЫ ПИТАНИЯ

1) Хлебобулочных изделий: хлеб белый, из муки высшего сорта.

- Пробоотбор и пробоподготовка
- Определение кислотности по ГОСТ 5670-96 методом кислотно- основного титрования.
- Определение пористости по ГОСТ 5669-96 физико- химическим методом (гравиметрия)
- Определение влажности по ГОСТ 21094-75 физико- химическим методом (гравиметрия)

2) проведение анализа молочной и молоко содержащей продукции. Молоко питьевое пастеризованное Фермерское "Литвинское" отборное 3,4- 4,5%. Производитель ООО МПО "Сморожка", Россия.

Определение массовой доли влаги и сухого вещества по ГОСТ 54668 гравиметрическим методом;

Определение массовой доли сухого обезжиренного молочного остатка по ГОСТ Р 54761 гравиметрическим методом;

Ознакомление с методом определения кислотности по ГОСТ 54669 (титрование в присутствии индикатора) ;

Ознакомление с методом определения жира по ГОСТ 5867-90 (кислотным методом);

Ознакомление с методом определения плотности по ГОСТ 54758 при помощи ареометра.

Физико- химическая лаборатория

Ознакомление с приборно- инструментальным обеспечением:

- КВАНТ.Z -атомно- адсорбционный спектрофотометр
- ПАН-As - анализатор мышьяка
- ДАЖ-2М - жидкостной дозатор
- ГРГ-114 - генератор ртутно- гидридный
- ЮЛИЯ 5К - анализатор ртути
- ЛЮМАХРОМ - жидкостной хроматограф
- ХРОМАТЭК- КРИСТАЛЛ - хроматограф
- ФЛЮОРАТ-02-2М - жидкостной анализатор



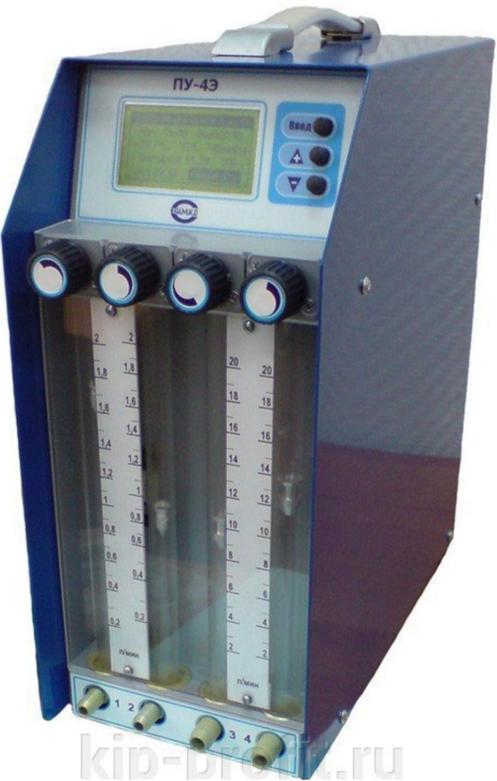
<http://www.nv-lab.ru>



Лаборатория воздушной среды

Ознакомление с приборно- инструментальным обеспечением лаборатории:

- АТМАС - анализатор пыли в закрытых помещениях
- МЕТЕОСКОП-М - измеритель микроклимата
- КОМЕТА-М - газоанализатор
- ПУ-4Э - прибор для забора воздуха
- АГП-01-2М - анализатор ртути
- ГАКК-4 - газоанализатор
- ЭКРОС-ПЭ-5400 УФ - Спектрофотометр
- Произвели забор атмосферного воздуха по ГОСТ 17.23 01-86. Забор производился на формальдегид и диоксид азота на соответствие СанПин 1.2. 3685-21.



Лаборатория коммунальной гигиены

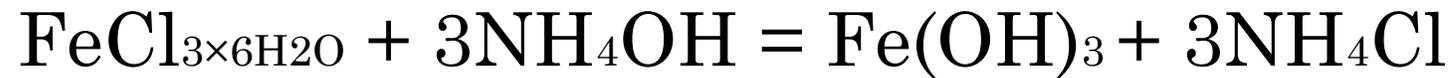
Анализ производился водосточной воды, неизвестного происхождения:

- Определение хлорид-ионов по ГОСТ 4245-72 методом осадительного титрования. (титрантом метода является нитрат серебра).
- Определение азотсодержащих веществ в коммунальной воде по ГОСТ 33045:
 - а) Фотометрический метод определения содержания аммиака и ионов аммония (суммарно) с использованием реактива Несслера (Метод А).
 - б) фотометрический метод определения содержания нитритов с использованием сульфаниловой кислоты (Метод Б).
- Определение фосфат ионов в воде по ПНД Ф 14.1:2:4.112-97
- При подготовке анализа производился не только пробоотбор, но и приготовление реактивов. Приготовление аскорбиновой кислоты и смешенного реактива (Серная кислота, молбдат аммония, аскорбиновая кислота и антимоилтартрат).

Практическая часть

**Определение алюминия в водном
растворе соли методом
гравиметрического анализа.**

В основе гравиметрического определения алюминия в водном растворе лежит реакция образования гидроксида алюминия:



А также реакция получения гравиметрической формы:



Этапы гравиметрического определения

- Подбор химической посуды **хлорида железа в водном растворе**
- Приготовление реактивов
- Взятие навески
- Прокаливание тиглей до постоянной массы
- Осаждение железа в виде гидроксида железа
- Отделение и промывание осадка
- Получение гравиметрической формы
- Обработка результатов анализа

Реактивы и оборудование:

Хлорид аммония, кристаллический;

Аммиак, раствор 10%;

Нитрат серебра, 1% раствор;

Нитрат аммония, 1% раствор;

Азотная кислота

Стаканы 250мл;

Воронки стеклянные, D= 10см;

Фильтры "красная лента";

Стеклянные палочки с резиновыми наконечниками;

Часовые стекла, 10см;

Тигли фарфоровые;

Эксикатор;

Приготовление реактивов

1) Приготовление водного раствора нитрата аммония 1%

1г кристаллического нитрата аммония растворяю в 50 г дистиллированной воды.

2) Приготовление раствора аммония 10%

50 мл концентрированного аммиака смешиваю с 50 мл дистиллированной воды.

3) Приготовление водного раствора нитрата серебра 1%

0,2 г кристаллического нитрата серебра растворяю в 20 г дистиллированной воды. После смешивания, готовый раствор подкисляю азотной кислотой.

Взятие навески хлорида железа

Расчет навески:

$$n(\text{Fe}_2\text{O}_3) = m/M = 0,1/102 = 0,00098 \text{ моль}$$

$$N(\text{FeCl}_3) = n(\text{Fe}_2\text{O}_3) * 2 = 0,00098 * 2 = 0,00196 \text{ моль}$$

$$M(\text{FeCl}_3 * 6\text{H}_2\text{O}) = n(\text{FeCl}_3) * M(\text{FeCl}_3 * 6\text{H}_2\text{O}) = 0,00196 * 241,5 = 0,4733 \text{ г}$$



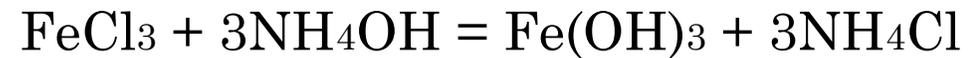
Таблица с массами тиглей

	Тигель № 2	Тигель № 14
Масса тигля после 1 прокаливания (m_1)	17,2770 г	16,9374 г
Масса тигля после 2 прокаливания (m_2)	17,2763 г	16,9366 г
Масса тигля после 3 прокаливания (m_3)	17,2761г	16,9365 г
Масса тигля с осадком после 1 прокаливания (m_4)	17,4667 г	17,1264 г
Масса тигля с осадком после 2 прокаливания (m_5)	17,4648 г	17,1244 г
Масса тигля после 3 прокаливания (m_6)	17,4647 г	17,1244 г

Осаждение Fe в виде гидроксида Железа

Массу осадителя в этом методе вычислять не нужно, так как количество осадителя контролируется индикатором.

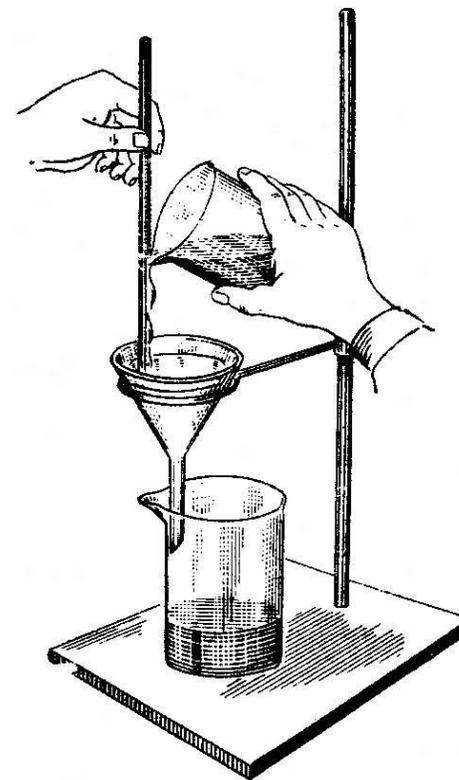
Осаждение ведется из горячих, разбавленных растворов.



Полноту осаждения контролируют раствором осадителя, приливая его по стенке стакана после отстаивания осадка.

Отделение и промывание осадка

- Отделяют осадок от раствора перенесением маточного раствора с осадком на фильтр "красная лента". После того как осадок полностью отделен от маточного раствора, его промывают раствором нитрата аммония. Полноту промывания контролируют раствором нитрата серебра.



Получение гравиметрической формы

- После промывания, осадок вместе с воронкой и фильтром перенося в сушильный шкаф и подсушивают фильтр при температуре 100- 110 С.
- Подсушив фильтр, его переносят в тигель, предварительно доведенного до постоянной массы.
- Далее фильтр озоляют при температуре 400 С около 60 минут. Затем осадок прокаляют при температуре 900 С в муфельной печи до постоянной массы. При этом химический состав осадка изменяется:



Вычисление массы гравиметрической формы

Расчет гравиметрического фактора:

$$F = (2M(\text{Fe})) / (M(\text{Fe}_2\text{O}_3)) = (2 \cdot 26,981) / 101,959 = 0,5292$$

Рассчитываю массу осадка:

$$M(\text{Fe}_2\text{O}_3) = m_6 - m_3 - m_0 = 17,4647 - 17,2761 - 0,0002 = 0,1884 \text{ г}$$

$$M(\text{Fe}_2\text{O}_3) = m_6 - m_3 - m_0 = 17,1244 - 16,9365 - 0,0002 = 0,1877 \text{ г}$$

Где: m_6 - масса бюкса с осадком доведенного до постоянной массы;

m_3 - масса бюкса доведенного до постоянной массы;

m_0 - масса озолённого фильтра;

Вычисление массы алюминия

•

$$M(\text{Fe}) = m(\text{осадка}) * F$$

$$M(\text{Fe}) = 0,1884 * 0,5292 = 0,0997 \text{ г}$$

$$M(\text{fe}) = 0,1877 * 0,5292 = 0,0993 \text{ г}$$

5. Вычисление погрешности:

Вычисление средней массы:

$$m(\text{средняя}) = (m_1 + m_2) / 2 = (0,0997 + 0,0993) / 2 = 0,0995 \text{ г}$$

$$\Delta m = m(\text{практ}) - m(\text{теор}) = 0,0995 - 0,1 = -0,0005$$

$$\Delta \% = (\Delta m / 0,1) * 100 = ([-0,0005] / 0,1) * 100 = 0,5\%$$

Вывод:

Методом гравиметрического определения алюминия в водном растворе соли было обнаружено содержание алюминия.

Погрешность определения составила 0,03%

При гравиметрическом методе анализа погрешность должна быть не более 0,2 %.