

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 аналитических 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:

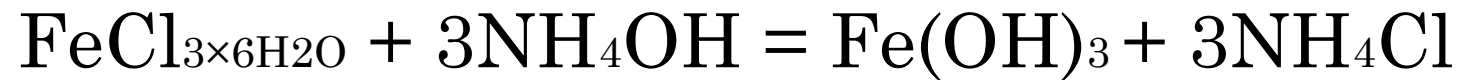
- Определение хлорид-ионов по ГОСТ 4245-72 методом осадительного титрования. (титрантом метода является нитрат серебра).
- Определение азотсодержащих веществ в коммунальной воде по ГОСТ 33045:
  - а) Фотометрический метод определения содержания аммиака и ионов аммония (суммарно) с использованием реактива 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:**

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

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

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



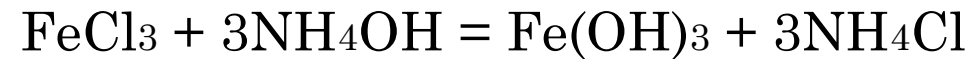
# Таблица с массами тиглей

	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.

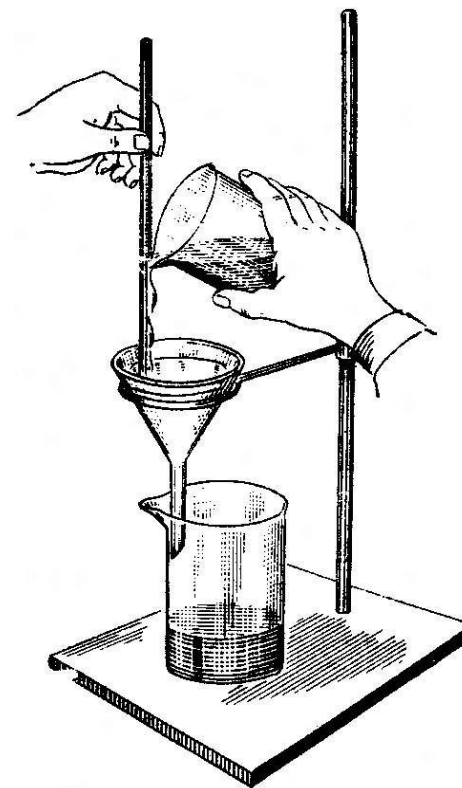
Осаждение ведется из горячих, разбавленных растворов.



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:

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

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 %.