

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ
БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ МЕДИЦИНСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
КАФЕДРА ФАРМАЦЕВТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

В. Н. БЕЛЯЦКИЙ, Р. И. ЛУКАШОВ

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Практикум для студентов фармацевтического факультета

В двух частях

Часть 2



Минск БГМУ 2024

УДК 543(076.5)(075.8)
ББК 24.4я73
Б44

Рекомендовано Научно-методическим советом университета
в качестве практикума 17.01.2024 г., протокол № 13

Р е ц е н з е н т ы: канд. фармацевт. наук, зам. гл. технолога РУП «Белмедпрепараты»
Л. В. Дьячкова; каф. фармацевтической технологии Белорусского государственного медицин-
ского университета

Беляцкий, В. Н.

Б44 Аналитическая химия : практикум для студентов фармацевтического факультета.
В 2 ч. Ч. 2 / В. Н. Беляцкий, Р. И. Лукашов. – Минск : БГМУ, 2024. – 58 с.

ISBN 978-985-21-1366-3.

Включены методические рекомендации к лабораторным занятиям по аналитической химии. Содержатся вопросы для подготовки к занятиям, основные формулы, примеры решения задач, литература и алгоритмы выполнения лабораторных работ к каждому занятию.

Предназначен для студентов 2-го курса фармацевтического факультета.

УДК 543(076.5)(075.8)
ББК 24.4я73

ISBN 978-985-21-1366-3 (Ч. 2)
ISBN 978-985-21-1365-6

© Беляцкий В. Н., Лукашов Р. И., 2024
© УО «Белорусский государственный
медицинский университет», 2024

УЧЕБНО-УЧЕТНАЯ КАРТА

Студент гр. № _____ фармацевтического факультета _____

ФИО _____

Учебная неделя	Тема занятия	Дата	От- метка	Подпись препо- давателя
20	Общая характеристика методов окислительно-восстановительного титрования. Йодометрическое титрование. Хлорйодометрическое титрование. Лабораторная работа «Йодометрическое определение аскорбиновой кислоты и меди (II) сульфата»			
21	Йодатометрическое титрование. Нитритометрическое титрование. Дихроматометрическое титрование. Лабораторная работа «Нитритометрическое определение новокаина гидрохлорида. Дихроматометрическое определение солей железа»			
22	Перманганатометрическое титрование. Броматометрическое титрование. Цериметрическое титрование. Лабораторная работа «Перманганатометрическое определение пероксида водорода. Броматометрическое определение фенола»			
23	Итоговое занятие по темам «Окислительно-восстановительные равновесия и титрования». Лабораторная работа «Броматометрическое определение резорцина».			
<i>Модуль 3. Инструментальные методы анализа</i>				
24	Общая характеристика инструментальных методов анализа. Основной закон поглощения электромагнитного излучения. Методы расчета концентрации вещества по величине аналитического сигнала. Лабораторная работа «Фотометрическое определение железа (III)»			
25	Атомно-абсорбционная спектрометрия. Инфракрасная спектрометрия. Лабораторная работа «Интерпретация ИК-спектров. Спектрометрическое определение веществ»			
26	Молекулярная абсорбционная спектрометрия в ультрафиолетовой и видимой области. Лабораторная работа «Фотометрическое определение цианокобаламина и нитрофурала»			
27	Атомно-эмиссионная спектрометрия. Люминесцентная спектрометрия. Лабораторная работа «Флуориметрическое определение солей хинина и алюминия в комплексе с морином»			

Учебная неделя	Тема занятия	Дата	От- метка	Подпись препо- давателя
28	Оптические методы, не связанные с поглощением или испусканием излучения. Лабораторная работа «Рефрактометрическое определение концентрации веществ»			
29	Итоговое занятие по темам «Спектрометрические методы анализа». Лабораторная работа «Поляриметрическое изучение растворов сахаров»			
30	Общая характеристика и теоретические основы хроматографических методов анализа. Лабораторная работа «Идентификация катионов металлов методом бумажной хроматографии»			
31	Газовая хроматография. Лабораторная работа «Газохроматографический анализ органических веществ. Обработка хроматограмм. Токослойная хроматография»			
32	Жидкостная хроматография: тонкослойная хроматография, колоночная и ВЭЖХ. Лабораторная работа «Идентификация органических веществ методом тонкослойной хроматографии. Обработка ВЭЖХ-хроматограмм»			
33	Жидкостная хроматография: другие виды хроматографии. Лабораторная работа «Разделение пигментов методом колоночной хроматографии»			
34	Общая характеристика и классификация электрохимических методов анализа. Кондуктометрия. Кулонометрия. Лабораторная работа «Кондуктометрическое определение электропроводности»			
35	Потенциометрический метод анализа. Вольтамперометрия. Лабораторная работа «Потенциометрическое определение рН. Потенциометрическое титрование растворов кислот»			
36	Радиометрические методы анализа. Итоговое занятие по темам «Хроматографические и электрохимические методы анализа»			
37	Итоговое занятие по лабораторным работам (сдача практических навыков)			

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 20
Тема: ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДОВ
ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНОГО ТИТРОВАНИЯ.
ЙОДОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ. ХЛОРИДОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ

Цель занятия:

сформировать знания: 1) об общей характеристике и классификации методов окислительно-восстановительного титрования; 2) о требованиях к используемым реакциям и способах обнаружения конечной точки титрования; 3) о характеристике и принципах действия окислительно-восстановительных индикаторов; 4) о титрантах и стандартных веществах, условиях выполнения и практического применения йодометрического и хлоридометрического титрования;

приобрести навыки: 1) построения кривых окислительно-восстановительного титрования; 2) приготовления и стандартизации раствора тиосульфата натрия; 3) проведению йодометрического определения аскорбиновой кислоты; 4) йодометрического определения меди сульфата.

Литература (список литературы см. на с. 56)

[1] С. 473–506; [2] С. 272–285; [5] С. 70–74; [12] С. 203–220.

Вопросы для подготовки к занятию:

1. Общая характеристика и классификация методов окислительно-восстановительного титрования.
2. Кривая окислительно-восстановительного титрования.
3. Скачок титрования окислительно-восстановительного титрования и факторы, влияющие на его величину.
4. Способы обнаружения конечной точки окислительно-восстановительного титрования.
5. Окислительно-восстановительные индикаторы, систематические индикаторные погрешности окислительно-восстановительного титрования.
6. Йодометрическое титрование. Принцип метода, стандартизация раствора титранта. Обнаружение конечной точки титрования.
7. Практическое применение йодометрического титрования: определение воды методом Карла Фишера, определение активного хлора.
8. Хлоридометрическое титрование. Принцип метода. Обнаружение конечной точки титрования. Получение и стандартизация титранта. Практическое применение хлоридометрического титрования: определение йодного числа.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

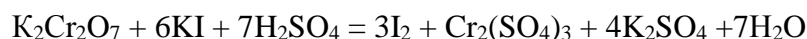
ЙОДОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ И МЕДИ (II) СУЛЬФАТА

Цель работы: определить содержание аскорбиновой кислоты и меди (II) сульфата в анализируемом образце методом йодометрического титрования.

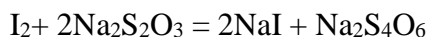
Порядок выполнения работы

Стандартизация раствора тиосульфата натрия

Стандартный раствор тиосульфата натрия является вторичным. В качестве первичного стандартного вещества используется дихромат калия. Протекание реакции $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ с $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ зависит от различных факторов и протекает через ряд промежуточных стадий. Поэтому используется заместительное титрование йода тиосульфатом натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, который образуется по реакции $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ с KI в кислой среде:



Выделившийся йод оттитровывают тиосульфатом натрия в соответствии с уравнением реакции



Из фиксанала (стандарт-титра), в котором масса $K_2Cr_2O_7$ составляет 4,900 г, готовят 1 л 0,0167 М раствора, который является первичным стандартным раствором. Или отвешивают точную навеску дихромата калия массой 2,94 г. Переносят навеску в мерную колбу на 100 мл, растворяют в небольшом количестве воды и доводят до метки. Концентрация полученного раствора будет равна:

$$C_{K_2Cr_2O_7} = \frac{g}{M_{K_2Cr_2O_7} \cdot 0,100}$$

где $M(K_2Cr_2O_7) = 294$ г/моль; g — масса навески $K_2Cr_2O_7$, г; 0,100 — объем раствора $K_2Cr_2O_7$, приготовленный в мерной колбе на 100 мл с точностью до 3 значащих цифр.

Расчеты:

Пипеткой Мора отбирают 20 мл полученного раствора и разбавляют в мерной колбе до 200 мл. Тогда концентрация раствора дихромата калия станет равной:

$$C_2 = C_1 \cdot \frac{V_{ал}}{V_{мерн. колбы}}$$

где C_2 — концентрация раствора $K_2Cr_2O_7$ после разбавления; C_1 — концентрация раствора $K_2Cr_2O_7$ до разбавления; $V_{ал}$ — объем аликвоты раствора, взятого на разбавление; $V_{мерн. колбы}$ — объем мерной колбы, в которой производилось разбавление раствора.

Расчеты:

κ _____

Из стандарт-титра $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ готовят 1 л 0,1 М раствора.

Затем в 3 конических колбы вносят по 10,0 мл полученного после разбавления 0,01 М раствора $K_2Cr_2O_7$, прибавляют по 1 мл 20 % раствора H_2SO_4 и по 0,5 мл 10 % раствора KI . Колбы прикрывают часовым стеклом и оставляют стоять 3–5 минут в *защищенном от света месте* во избежание образования дополнительного количества I_2 в результате фотохимического разложения KI . Затем оттитровывают выделившийся йод стандартизируемым раствором $Na_2S_2O_3$. Вначале титрование проводят без добавления индикатора. Когда окраска раствора станет светло-желтой, к нему добавляют около 0,5 мл раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синего окрашивания йодкрахмального комплекса (окраска раствора при этом будет бледно-зеленой, что вызвано появлением ионов Cr^{3+} в ходе проведения реакции).

Расчет проводят по формуле:

$$C_{Na_2S_2O_3} = \frac{6 \cdot V_{K_2Cr_2O_7} \cdot C_{K_2Cr_2O_7}}{V_{Na_2S_2O_3}} =$$

Расчеты:

Расчет κ _____

Стандартизация раствора йода

Из фиксанала йода готовят 1 л раствора, в ампуле наряду с I_2 содержится необходимое количество KI для растворения титранта. С учетом возможных погрешностей при приготовлении раствора I_2 полученный раствор стандартизируют раствором натрия тиосульфата, приготовленного в предыдущей части лабораторной работы.

Отмеривают в коническую колбу 20,0 мл раствора йода, добавляют 1 мл кислоты уксусной разведенной и 30 мл воды и титрируют стандартизированным раствором тиосульфата натрия. Когда бурая окраска жидкости сменится соломенно-желтой, приливают 2 мл крахмала и продолжают титровать, пока появившееся синее окрашивание не обесцветится от одной избыточной капли тиосульфата. Титрование повторяют еще дважды.

Вычисляют концентрацию раствора йода:

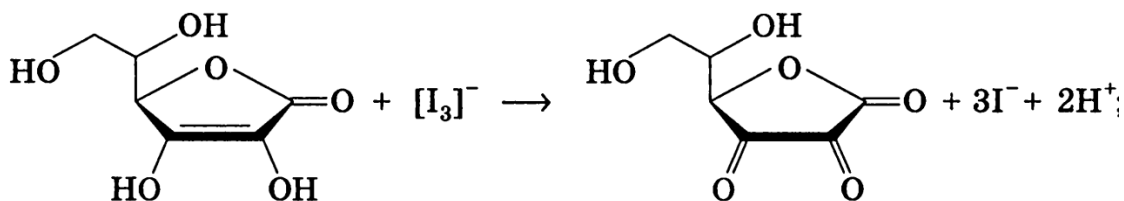
$$C_{I_2} = \frac{C_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{Na_2S_2O_3}}{2 \cdot V_{I_2}}$$

Расчеты:

Расчет k _____

Количественное определение аскорбиновой кислоты

В основе определения лежит реакция окисления ен-диольной группировки аскорбиновой кислоты $C_6H_8O_6$ ($M=176,1$ г/моль):



0,150 г испытуемого образца растворяют в смеси из 10 мл кислоты серной разведенной и 80 мл воды, свободной от углерода диоксида, прибавляют 1 мл раствора крахмала и титруют 0,05 М ($k = _$) раствором йода до получения устойчивого фиолетово-синего окрашивания.

1 мл 0,05 М раствора йода соответствует 8,81 мг $C_6H_8O_6$.

Титрование повторяют еще дважды.

Содержание: не менее 99,0 % и не более 100,5 %.

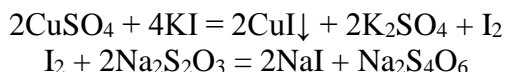
Проведите необходимые расчеты через титр соответствия и сравните с фармакопейной нормой.

Расчеты:

Вывод: _____

Количественное определение меди (II) сульфата (в форме пентагидрата)

В основе определения лежат следующие окислительно-восстановительные реакции:



$M(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 249,68$ г/моль

0,200 г испытуемого образца растворяют в 50 мл воды, прибавляют 2 мл кислоты серной, 3 г калия йодида и титруют 0,1 М ($\kappa = ___$) раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл раствора крахмала, который прибавляют в конце титрования.

1 мл 0,1 м раствора натрия тиосульфата соответствует 24,97 мг $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Титрование повторяют еще дважды.

Содержание: не менее 99,0 % и не более 101,0 %.

Проведите необходимые расчеты через титр соответствия и сравните с фармакопейной нормой.

Расчеты:

Вывод: _____

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 21

Тема: НИТРИТОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ. ДИХРОМАТОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ. ЙОДАТОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ

Цель занятия:

сформировать знания: сформировать систему знаний о методах йодатометрического титрования, броматометрического титрования, нитритометрического титрования; общей характеристике титрантов и стандартных веществ, условиях выполнения титрования, практическом применении броматометрического, йодатометрического и нитритометрического титрования;

приобрести навыки: стандартизации раствора нитрита натрия; проведения количественного определения прокаина методом нитритометрического титрования; дихроматометрического определения солей железа.

Литература

[1] С. 507–516; [2] С. 286–296; [5] 70–74; [10] С.758; [11] С. 838; [12] С.221–226.

Вопросы для подготовки к занятию:

1. Йодатометрическое титрование. Условия проведения. Титранты и стандартные вещества. Особенности обнаружения конечной точки титрования. Применение йодатометрического титрования в фармацевтическом анализе.

2. Нитритометрическое титрование. Стандартные растворы и индикаторы данного метода количественного определения. Его использование для определения ароматических аминов.

3. Броматометрическое титрование. Принцип метода. Условия проведения титрования. Титранты и стандартные вещества. Обнаружение конечной точки титрования. Практическое применение.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА
НИТРИТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НОВОКАИНА.
ДИХРОМАТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОЛЕЙ ЖЕЛЕЗА

Цель работы: определение лекарственных средств — производных первичных ароматических аминов методом нитритометрического титрования и определение солей железа при помощи дихроматометрического титрования.

Порядок выполнения работы

Приготовление и стандартизация 0,1 М NaNO₂

Стандартный раствор нитрита натрия является вторичным. Для его стандартизации используют сульфаниловую (4-аминобензол-сульфоновую) кислоту — C₆H₇NO₃S с молярной массой $M = 173,19$ г/моль.

Навеску NaNO₂ (7,5 г) помещают в мерную колбу объемом 1000 мл, растворяют в 600–700 мл воды и доводят раствор в колбе до метки водой.

В каждую из 3 конических колб для титрования помещают точную навеску сульфаниловой кислоты (около 0,2 г), прибавляют 60 мл воды, 10 мл 2 М HCl, 1 г KBr, 4 капли раствора тропеолина 00 и 2 капли раствора метиленового синего и медленно титруют раствором NaNO₂ до перехода окраски раствора от красно-фиолетовой к голубой.

В конечной точке титрования окраска тропеолина 00 изменяется из красной с бледно-желтую, поэтому окраска раствора после точки эквивалентности будет определяться цветом индикатора метиленового синего, окраска которого маскировалась тропеолином 00. Для более четкого фиксирования точки эквивалентности количество метиленового синего должно быть небольшим по сравнению с количеством тропеолина 00.

Молярную концентрацию NaNO₂ в стандартизируемом растворе приводят по формуле:

$$C_{NaNO_2} = \frac{m(C_6H_7NO_3S)}{M(C_6H_7NO_3S)V_{NaNO_2} \cdot 10^{-3}} \cdot$$

Расчеты:

Расчет к _____

Количественное определение прокаина (новокаина) гидрохлорида

Новокаин (прокаин) гидрохлорид является лекарственным средством местноанестезирующего действия и представляет собой сложный эфир п-аминобензойной кислоты и 2-(диэтиламино)-этанола — или 2-(диэтиламино)этил-4-аминобензоат.

0,400 г испытуемого образца растворяют в 50 мл кислоты хлористоводородной разведенной и проводят определение аминного азота в соединениях, которые содержат первичную ароматическую аминогруппу (в качестве индикатора используют раствор тропеолина 00 в смеси с метиленовым синим (0,2 мл раствора тропеолина 00 и 0,1 мл раствора метиленового синего) — титруют 0,1 М ($\kappa = _$) раствором натрия нитрита до перехода окраски от красно-фиолетовой до голубой). Охлаждают в воде со льдом и медленно титруют при постоянном перемешивании, поддерживая температуру раствора 15 °С.

Предварительно раствор определяемого вещества охлаждают до ~5 °С, потому что при более высоких температурах может происходить разрушение солей диазония, а при более низких — уменьшение скорости взаимодействия титранта с определяемым веществом.

1 мл 0,1 М раствора натрия нитрита соответствует 27,28 мг C₁₃H₂₀N₂O₂ · HCl.

Титрование повторяют еще дважды.

Содержание: не менее 99,0 % и не более 101,0 %.

Массовую долю новокаина в испытуемом образце рассчитывают по формуле:

$$\omega(C_{13}H_{22}ClN_3O) = \frac{C_{NaNO_2} \cdot V_{NaNO_2} \cdot 10^{-3} \cdot M(C_{13}H_{22}ClN_3O) \cdot 100}{g}$$

где молярная масса новокаина $M(C_{13}H_{22}ClN_3O) = 271,8$ г/моль.

Расчеты:

Проведите необходимые расчеты через титр соответствия и сравните с фармакопейной нормой:

Расчеты:

Вывод: _____

Приготовление 0,1 М $K_2Cr_2O_7$

Дихромат-ион в кислой среде обладает свойствами окислителя; $E^\circ_{Cr_2O_7^{2-}/Cr^{3+}} = 1,33В$. Дихромат калия используют в качестве титранта для количественного определения многих восстановителей. Растворы $K_2Cr_2O_7$ не требуют стандартизации, так как они устойчивы при хранении. Для фиксации точки эквивалентности применяют редокс-индикаторы. Для приготовления первичных растворов используют х. ч. $K_2Cr_2O_7$.

$M(K_2Cr_2O_7) = 49,03$ г/моль.

Рассчитанную точную навеску $K_2Cr_2O_7$, необходимую для приготовления 1000 мл 0,0167 М раствора $K_2Cr_2O_7$, взвешивают и растворяют в мерной колбе в 500–600 мл воды, доводят до метки водой и хорошо перемешивают.

Расчеты:

Расчет κ _____

Дихроматометрическое определение сульфата железа (II) методом прямого титрования

Рассчитанную точную навеску $FeSO_4$ взвешивают, пересыпают в мерную колбу вместимостью 200 мл, прибавляют предварительно 25 мл 5%-ного раствора H_2SO_4 и немного воды. После полного растворения вещества, раствор в колбе доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

В колбу для титрования отмеривают 10,0 мл приготовленного раствора $FeSO_4$, добавляют 10 мл 5%-ного раствора H_2SO_4 , 10 см³ 5%-ного раствора H_3PO_4 , 1–2 капли раствора дифениламина и быстро титруют 0,1 М ($\kappa = \underline{\quad}$) $K_2Cr_2O_7$ до фиолетово-синего окрашивания.

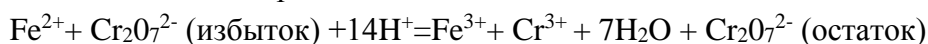
Фосфорную кислоту прибавляют для связывания Fe^{3+} в бесцветный комплекс $\text{H}_3[\text{Fe}(\text{PO}_4)_2]$, что значительно понижает электродный потенциал пары $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$, что делает возможным применять дифениламин в этом случае.

Расчитывают массовую долю сульфата железа (II) в выданном образце (в %).

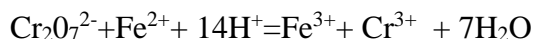
Расчеты:

Определение сульфата железа (II) методом обратного дихроматометрического титрования

К 10 мл раствора, содержащего соль Fe^{2+} и H_2SO_4 (из прошлого опыта), прибавляют точно известное количество раствора дихромата калия. Раствор берется в $\sim 1,5$ х кратном избытке по отношению к предполагаемому количеству железа, которое устанавливается в ходе предварительных экспериментов. Раствор оставляют до полного протекания реакции приблизительно на 15 минут. Непрореагировавший дихромат калия оттитровывают стандартным раствором соли железа или соли Мора.



Не вступивший в реакцию дихромат оттитровывают в соответствии с уравнением реакции:



Содержание железа в пробе рассчитывают по формулам для обратного титрования. Студентам предлагается сделать схему расчета самостоятельно.

Расчеты:

Сравнение результатов, полученных в двух методах _____

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 22

Тема: ПЕРМАНГАНОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ. БРОМАТОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ. ЦЕРИМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ

Цели занятия:

сформировать знания: 1) об общей характеристике, титрантах и стандартных веществах изучаемых видов титрования; 2) условиях выполнения и практическом применении перманганатометрического титрования; 3) условиях выполнения и практическом применении дихроматометрического титрования; 4) условиях выполнения и практическом применении цериметрического титрования;

приобрести умения: 1) проведения стандартизации раствора перманганата калия и бромата калия; 2) выполнения перманганатометрического определения пероксида водорода и броматометрического определения фенола.

Литература

[1] С. 517–529; [2] С. 297–309; [5] С. 70–74; [12] С. 227–232.

Вопросы для подготовки к занятию:

1. Перманганатометрическое титрование. Принцип метода. Условия проведения титрования. Титранты и стандартные вещества. Обнаружение конечной точки титрования. Практическое применение.
2. Дихроматометрическое титрование. Принцип метода. Условия проведения титрования. Титранты и стандартные вещества. Обнаружение конечной точки титрования. Практическое применение.
3. Цериметрическое титрование. Принцип метода. Условия проведения титрования. Титранты и стандартные вещества. Обнаружение конечной точки титрования. Практическое применение.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

ПЕРМАНГАНАТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРОКСИДА ВОДОРОДА.

БРОМАТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА

Цель работы: провести количественное определение пероксида водорода перманганатометрическим методом и фенола броматометрическим методом.

Порядок выполнения работы

Приготовление и стандартизация 0,02 М КМnO₄

Стандартный раствор перманганата калия является вторичным. В качестве первичного стандарта для стандартизации раствора КМnO₄ используют Na₂C₂O₄, H₂C₂O₄·2H₂O, Fe и другие вещества. Например:



Реакция взаимодействия между перманганат- и оксалат-ионами, несмотря на большое значение ЭДС, протекает медленно, поэтому ее проводят при нагревании (около 70 °С). Данная реакция является автокаталитической — роль катализатора выполняют ионы Mn²⁺, образующиеся в ходе реакции.

Приготовление раствора 0,02 М КМnO₄ имеет ряд особенностей. Свежеприготовленный раствор кипятят в течение 10 минут, а затем выдерживают несколько дней для того, чтобы прошли процессы окисления органических веществ, которые могут содержаться в воде. Образовавшийся осадок MnO₂ следует обязательно удалить, так как данное вещество катализирует восстановление перманганат-ионов. Диоксид марганца отфильтровывают с помощью стеклянного фильтра. Стандартные растворы КМnO₄ следует хранить в сосудах темного стекла с притертыми пробками. Стандартизацию растворов следует проводить каждый раз перед его применением.

В 3 колбы для титрования вносят по 10,0 мл 0,02500 М H₂C₂O₄, прибавляют в каждую колбу по 10 мл 20 % H₂SO₄, нагревают до температуры примерно 70 °С и медленно титруют стандартизуемым раствором перманганата калия до слабо-розового окрашивания, устойчивого в течение не менее 15 секунд.

Молярную концентрацию КМnO₄ в стандартизуемом растворе рассчитывают по формуле:

$$C_{\text{KMnO}_4} = \frac{2 \cdot c_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}}{5 \cdot V_{\text{KMnO}_4}}.$$

Расчеты:

Расчет к _____

Количественное определение раствора пероксида водорода 3 %

Определение пероксида водорода основано на реакции:



10,0 г испытуемого образца доводят водой до объема 100,0 мл. К 10,0 мл полученного раствора прибавляют 20 мл кислоты серной разведенной и титруют 0,02 М ($\kappa = ___$) раствором калия перманганата до появления розового окрашивания.

1 мл 0,02 М раствора калия перманганата соответствует 1,701 мг H_2O_2 , или 0,56 мл кислорода.

Содержание не менее 2,5% (мм) и не более 3,5% (м/м) H_2O_2 .

Титрование повторяют дважды. Молярную концентрацию пероксида водорода в анализируемом растворе (мг/мл) рассчитывают по формуле:

$$\rho^* = \frac{5 \cdot c_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4} \cdot 10^{-3} \cdot M(\text{H}_2\text{O}_2) \cdot V_k}{2 \cdot V_n \cdot V_{\text{пробы}} \cdot 10^{-3}},$$

где $M(\text{H}_2\text{O}_2) = 34,015$ г/моль, $V_k = 100,0$ мл, $V_n = 10,00$ мл, $V_{\text{пробы}} = 5,00$ мл.

Расчеты:

Титр 0,01000 М KMnO_4 по H_2O_2 равен $0,01000 \cdot 5/2 \cdot 34,015 \cdot 10^{-3} = 8,504 \cdot 10^{-4}$ г/мл.
Расчетная формула имеет вид, если поправочный коэффициент равен единице

$$\rho^* = \frac{8,504 \cdot 10^{-4} \cdot V_{\text{KMnO}_4} \cdot 100,0}{10,00 \cdot 5,00 \cdot 10^{-3}} = 0,8504 \cdot V_{\text{KMnO}_4} \cdot 2,00.$$

Проведите необходимые расчеты через титр соответствия и сравните с фармакопейной нормой.

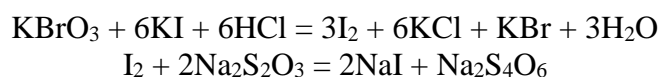
Расчеты:

Вывод: _____

Стандартизация 0,0167 М KBrO_3

Стандартизацию проводят йодометрическим методом по способу замещения.

20,00 мл приготовленного раствора калия бромата пипеткой переносят в колбу с притертой пробкой, прибавляют 100 мл воды дистиллированной, 5 мл кислоты хлористоводородной разбавленной, 10 мл раствора калия йодида. Закрывают пробкой, взбалтывают и оставляют на 5 минут в защищенном от света месте для завершения реакции. Выделившийся йод титруют стандартным раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски, затем прибавляют 2–3 мл раствора крахмала и синий раствор титруют до обесцвечивания. Титрование повторяют до получения воспроизводимых результатов.



Вычисляют молярную концентрацию раствора калия бромата и поправочный коэффициент.

Расчеты:

Расчет k _____

Количественное определение фенола

2,000 г испытуемого образца растворяют в воде и доводят до объема 1000,0 мл этим же растворителем. 25,0 мл полученного раствора помещают в колбу с притертой стеклянной пробкой, прибавляют 50,0 мл 0,0167 М ($k = ___$) раствора бромид-бромата и 5 мл кислоты хлористоводородной. Колбу закрывают пробкой, выдерживают в течение 30 мин при периодическом перемешивании и еще 15 мин без перемешивания. Прибавляют 5 мл раствора 200 г/л калия йодида, встряхивают и титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата до бледно-желтого окрашивания. Прибавляют 0,5 мл раствора крахмала, 10 мл хлороформа и продолжают титровать при интенсивном встряхивании.

Параллельно проводят контрольный опыт.

1 мл 0,0167 М раствора бромид-бромата соответствует 1,569 мг C_6H_6O .

Содержание: не менее 99,0 % и не более 100,5 %.

Проведите необходимые расчеты через титр соответствия и сравните с фармакопейной нормой.

Расчеты:

Вывод: _____

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 23

Тема: ИТОГОВОЕ ЗАНЯТИЕ ПО ТЕМАМ

«ОКИСЛИТЕЛЬНО-ВОССТАНОВИТЕЛЬНЫЕ РАВНОВЕСИЯ И ТИТРОВАНИЯ»

Цель занятия:

закрепить знания о методах окислительно-восстановительного титрования и окислительно-восстановительном равновесии;

приобрести навыки проведения броматометрическое титрование резорцина.

Литература

См. литературу к занятиям №№ 18, 20–22.

Вопросы для подготовки к итоговому занятию:

1. Общая характеристика окислительно-восстановительных равновесий.
2. Количественная оценка окислительно-восстановительной способности веществ. Электродный потенциал. Стандартный электродный потенциал полуреакции. ЭДС реакции. Уравнение Нернста. Формальный электродный потенциал.
3. Константа равновесия окислительно-восстановительной реакции.

4. Влияние различных факторов (температура, посторонние ионы, рН, побочные реакции) на протекание окислительно-восстановительных реакций.
5. Методы окислительно-восстановительного титрования. Йодометрическое титрование. Титранты, стандартные вещества, примеры определений.
6. Первичные и вторичные стандартные вещества в йодометрическом титровании. Йодо- и йодиметрическое титрование. Условия протекания реакции тиосульфата натрия с йодом.
7. Методы окислительно-восстановительного титрования. Хлорйодометрическое титрование. Титранты, стандартные вещества, примеры определений.
8. Методы окислительно-восстановительного титрования. Йодатометрическое титрование. Титранты, стандартные вещества, примеры определений.
9. Методы окислительно-восстановительного титрования. Нитритометрическое титрование. Титранты, стандартные вещества, примеры определений.
10. Методы окислительно-восстановительного титрования. Броматометрическое титрование. Титранты, стандартные вещества, примеры определений.
11. Методы окислительно-восстановительного титрования. Перманганатометрическое титрование. Титранты, стандартные вещества, примеры определений.
12. Методы окислительно-восстановительного титрования. Дихроматометрическое титрование. Титранты, стандартные вещества, примеры определений.
13. Методы окислительно-восстановительного титрования. Цериметрическое титрование. Титранты, стандартные вещества, примеры определений.
14. Использование окислительно-восстановительных реакций в аналитической химии и фармацевтическом анализе.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА БРОМАТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЕЗОРЦИНА

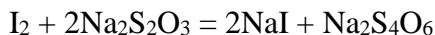
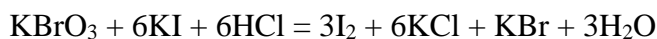
Цель работы: определение резорцина в испытуемом образце методом броматометрического титрования.

Порядок выполнения работы

Стандартизация 0,0167 М KBrO₃

Стандартизацию проводят йодометрическим методом по способу замещения.

20,00 мл приготовленного раствора калия бромата пипеткой переносят в колбу с притертой пробкой, прибавляют 100 мл воды дистиллированной, 5 мл кислоты хлористоводородной разбавленной, 10 мл раствора калия йодида. Закрывают пробкой, взбалтывают и оставляют на 5 минут в защищенном от света месте для завершения реакции. Выделившийся йод титруют стандартным раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски, затем прибавляют 2–3 мл раствора крахмала и синий раствор титруют до обесцвечивания. Титрование повторяют до получения воспроизводимых результатов.

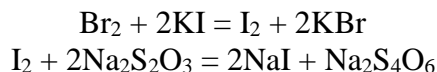
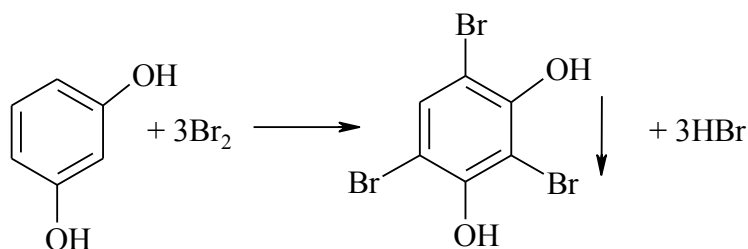
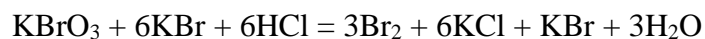


Вычисляют молярную концентрацию раствора калия бромата и поправочный коэффициент и сравнивают с фармакопейной нормой.

Расчеты:

Расчет k _____

Количественное определение резорцина



$$M(C_6H_6O_2) = 110,11 \text{ г/моль}$$

0,500 г испытуемого образца растворяют в воде и доводят до объема 250 мл этим же растворителем. 25,0 мл полученного раствора помещают в колбу со шлифом, прибавляют 1,0 г калия бромида, 50,0 мл 0,0167 М ($\kappa = \text{---}$) раствора калия бромата, 15 мл хлороформа, 15 мл кислоты хлористоводородной, закрывают пробкой, встряхивают и выдерживают в защищенном от света месте в течение 15 мин при периодическом встряхивании. Прибавляют 10 мл раствора 100 г/л калия йодида, тщательно встряхивают, выдерживают в течение 5 мин и титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл раствора крахмала.

1 мл 0,0167 М раствора бромид-бромата соответствует 1,835 мг $C_6H_6O_2$.

Содержание: не менее 98,5 % и не более 101,0 %.

Проведите необходимые расчеты через титр соответствия и сравните с фармакопейной нормой:

Расчеты:

Вывод: _____

Модуль 3. ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Физико-химические методы анализа основаны либо на проведении химических реакций, конец которых определяется с помощью приборов, либо на изучении физических свойств химических систем, что позволяет делать выводы о качественном и количественном составе изучаемых объектов. Поскольку данные исследования проводятся с помощью физических приборов, они также называются инструментальными.

Основные приемы, используемые в физико-химических методах анализа — это метод прямых измерений и метод титрования (косвенный метод). В прямых методах используется зависимость физико-химического свойства вещества, называемого аналитическим сигналом, от природы анализируемого вещества и его концентрации.

Важнейшими физико-химическими методами анализа являются: 1) спектральные и другие оптические методы; 2) хроматографические методы; 3) электрохимические методы; 4) радиохимические и некоторые другие методы.

Наиболее обширной является группа спектральных и других оптических методов анализа, включающая методы абсорбционной спектроскопии, эмиссионной спектроскопии, люминесценции, рефрактометрии и др. Оптические методы используют связь между анализируемым веществом и его оптическими свойствами.

Хроматография — это метод разделения сложных смесей, основанный на распределении веществ между двумя фазами, одна из которых неподвижна, а другая — поток, движущийся через неподвижную фазу, в который вводится анализируемая смесь веществ. Хроматография основана на многократном повторении актов сорбции-десорбции веществ при их перемещении в потоке подвижной фазы вдоль неподвижного сорбента. В группу хроматографических методов анализа входят методы газовой и газожидкостной хроматографии, жидкостной хроматографии и др.

Электрохимические методы анализа основаны на существовании зависимости между составом анализируемого вещества и его электрохимическими свойствами. Электрохимические методы анализа, основанные на измерении электрической проводимости, потенциалов и других свойств, включают методы кондуктометрии, потенциометрии, полярографии, кулонометрии и др.

Радиометрические методы основаны на использовании радиоактивных изотопов и измерении радиоактивного излучения.

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 24

Тема: ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА. ОСНОВНОЙ ЗАКОН ПОГЛОЩЕНИЯ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ. МЕТОДЫ РАСЧЕТА КОНЦЕНТРАЦИИ ВЕЩЕСТВА ПО ВЕЛИЧИНЕ АНАЛИТИЧЕСКОГО СИГНАЛА

Цели занятия:

сформировать знания: 1) об общей характеристике и классификации инструментальных методов анализа; 2) о способах расчета концентрации в инструментальных методах анализа; 3) использовании основного закона поглощения электромагнитного излучения;

приобрести навыки: проведения фотометрического определения железа (III), основанного на реакции получения тиоцианатных комплексов.

Литература

[1] С. 21–28; [2] С. 314–326; [3] С.11–25; [5] С. 101–105; [12] С. 108–113, 239–242; [13] С. 4–10.

Вопросы для подготовки к занятию:

1. Общая характеристика и классификация инструментальных методов анализа.
2. Понятие об аналитическом сигнале. Эталонные и безэталонные методы количественного анализа.
3. Стандартные вещества и стандартные образцы.
4. Способы расчета концентрации вещества по величине аналитического сигнала (метод градуировочного графика, метод стандартов, метод добавок).
5. Природа и свойства электромагнитного излучения. Классификация спектрометрических методов анализа. Какие методы анализа относят к спектрометрическим (спектроскопическим)? Что означает слово «спектр»? Почему масс-спектрометрию нельзя считать спектрометрическим методом анализа? Какие спектрометрические методы анализа называют также оптическими?
6. Использование основного закона поглощения электромагнитного излучения в аналитической химии.
7. Пропускание и оптическая плотность. Молярный и удельный коэффициенты поглощения. Закон аддитивности оптических плотностей.
8. Отклонение от основного закона светопоглощения.

Основные расчетные формулы, необходимые при подготовке к занятию

Для энергетических характеристик излучения

Энергия кванта излучения, называемого фотоном, связана с частотой уравнением Планка:

$$E = h\nu,$$

где E — энергия фотона; h — постоянная Планка, равная $6,62 \cdot 10^{-34}$ Дж·с = $6,62 \cdot 10^{-27}$ Эрг·с; ν — частота излучения, с^{-1} .

Между частотой электромагнитного излучения и его длиной волны существует взаимосвязь:

$$\lambda = \frac{c}{\nu}.$$

В методе ИК-спектроскопии используется такая характеристика излучения, как волновое число $\bar{\nu}$, которое обычно выражают в см^{-1} :

$$\bar{\nu} = \frac{1}{\lambda}.$$

Для скорости распространения электромагнитной волны:

$$c = \frac{c_0}{n},$$

где c — скорость света в данной среде, c_0 — скорость света в вакууме ($c_0 = 2,99792 \cdot 10^8$ м/с), n — показатель преломления среды.

Основные расчетные формулы, необходимые при подготовке к занятию

Для методов молекулярной абсорбционной спектрометрии

Оптическая плотность раствора:

$$A = \varepsilon l C = A_{1\text{ см}}^{1\%} l C^*$$

где A — оптическая плотность раствора; ε — молярный коэффициент поглощения; C — молярная концентрация растворенного вещества, моль/л, l — длина поглощающего слоя раствора (длина кюветы), $A_{1\text{ см}}^{1\%}$ — удельный коэффициент поглощения, массо-объемная концентрация растворенного вещества, г/100 мл раствора.

Взаимосвязь между молярным и удельным коэффициентами поглощения (погашения):

$$\varepsilon = \frac{A_{1\text{ см}}^{1\%} \cdot M}{10}$$

Пример решения типовой задачи

Условие задачи. Полоса поглощения валентных колебаний связи О–Н в спиртах равна 3330 см^{-1} (широкая полоса при $3300\text{--}3500 \text{ см}^{-1}$). Определить, к какому диапазону электромагнитного спектра относится указанная величина, какой физической величиной она выражается. Рассчитать длину волны, частоту, энергию кванта электромагнитного излучения.

Решение. Исходя из размерности величины и описания физического процесса, указанная величина относится к ИК-диапазону электромагнитного излучения и выражена волновым числом $\bar{\nu}$.

Длина волны, соответствующая такому излучению равна:

$$\lambda = \frac{1}{\bar{\nu}} = \frac{1}{3,33 \cdot 10^3 \text{ см}^{-1}} = 3 \cdot 10^{-4} \text{ см} = 3 \cdot 10^{-6} \text{ м или } 3 \text{ мкм}.$$

Частота такого излучения будет равна:

$$\nu = \frac{c}{\lambda} = \frac{3,0 \cdot 10^8 \text{ м/с}}{3 \cdot 10^{-6} \text{ м}} = 10^{14} \text{ с}^{-1} = 10^{14} \text{ Гц}.$$

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕЛЕЗА (III) В ВИДЕ ТИОЦИАНАТНОГО КОМПЛЕКСА

Цель работы: определить содержание железа (III) в растворе фотометрическим методом.

Порядок выполнения работы

Максимальное поглощение тиоцианатных комплексов железа (III) наблюдается в интервале длин волн 470–485 нм, величина полуширины полосы поглощения составляет примерно 140 нм (410–550 нм), для координационных чисел по SCN^- от 1 до 6, что позволяет не учитывать влияние среднего лигандного числа в зависимости от концентрации ионов Fe^{3+} . Оптимальным светофильтром для измерения оптической плотности для данного случая является светофильтр с максимумом пропускания при 490 нм (490 ± 10 нм).

Порядок измерения оптической плотности на фотоэлектроколориметре зависит от марки прибора и производится в соответствии с техническим описанием прибора.

Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50,0 мл последовательно вносят 0,50; 1,00; 1,50; 2,00; 2,50 и 3,00 мл стандартного раствора железа с концентрацией Fe(III) 100,0 мкг/мл. В каждую колбу прибавляют по 5 мл 10% раствора KSCN , доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. Затем измеряют оптическую плотность каждого раствора на фотоэлектроколориметре при светофильтре с максимумом пропускания 490 нм в кювете с толщиной слоя 1,00 см. Полученные результаты представляют в виде таблицы.

Таблица. Данные для получения градуировочной зависимости.

V , мл	0,50	1,00	1,50	2,00	2,50	3,00
$C_{\text{Fe}^{3+}}$, мкг/мл	1,00	2,00	3,00	4,00	5,00	6,00
A						

По полученным данным методом наименьших квадратов рассчитывают уравнение зависимости $C = f(A)$ (обратное уравнение градуировочного графика). Расчет уравнения и графическую интерпретацию полученных данных рекомендуется проводить под руководством преподавателя с помощью электронных таблиц Excel или аналогичной компьютерной программы.

Расчеты:

Определение массы железа (III) в пробе

Полученную пробу количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50,0 мл, прибавляют 5 мл 10% раствора KSCN , доводят водой до метки и перемешивают. Измеряют оптическую плотность полученного раствора в условиях, описанных выше. По рассчитанному обратному уравнению градуировочного графика определяют концентрацию Fe(III) в растворе (C_x , мкг/мл), а массу Fe(III) в анализируемой пробе затем по формуле:

$$m = C \cdot 50,0.$$

Расчеты:

Вывод: _____

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 25
Тема: АТОМНО-АБСОРБЦИОННАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ.
ИНФРАКРАСНАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ

Цели занятия:

сформировать знания: 1) о физических основах метода инфракрасной спектроскопии; 2) о типах колебаний функциональных групп в методе ИК-спектроскопии: валентные и деформационные колебания; 3) об устройстве ИК-спектрометров и ИК-спектрометра с Фурье преобразованием спектров; 4) об основах методов атомно-абсорбционных и молекулярных абсорбционных методов анализа; 5) о физических основах метода атомно-абсорбционной спектроскопии;

приобрести навыки: 1) интерпретации ИК-спектров; 2) спектрометрического определения веществ.

Литература

[2] С. 314–340; [3] С. 26–35, 58–71; [5] С. 101–105; [12] С. 244–247, 259–264; [13] С. 11–27.

Вопросы для подготовки к занятию:

1. Абсорбционные спектрометрические методы анализа, основные понятия и классификация. Принцип метода.
2. Атомно-абсорбционная спектроскопия: процессы, приводящие к возникновению аналитического сигнала, атомные спектры поглощения.
3. Устройство и принцип работы атомно-абсорбционных спектрометров. Возможности, достоинства и недостатки метода.
4. Факторы, влияющие на точность и воспроизводимость. Спектральные и физико-химические помехи и методы их устранения.
5. Практическое применение в фармацевтическом анализе.
6. Инфракрасная спектроскопия: процессы, приводящие к возникновению аналитического сигнала, общая характеристика ИК-спектров. Принцип метода.
7. Классификация и устройство ИК-спектрометров. ИК-спектроскопия с Фурье преобразованием.
8. Спектроскопия в ближней ИК-области.
9. Практическое применение инфракрасная спектроскопия
10. Понятие о ядерном магнитном резонансе, протонном магнитном резонансе, электронном парамагнитном резонансе.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

ИНТЕРПРЕТАЦИЯ ИК-СПЕКТРОВ. СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЕЩЕСТВ

Цель работы: приобретение навыков по интерпретации ИК-спектров и спектроскопического определения веществ.

Порядок выполнения работы

Интерпретация ИК-спектров

Получите у преподавателя ИК-спектры для анализа. Пользуясь таблицей, найдите характеристичные частоты для функциональных групп на представленных спектрах и с их помощью предположите, какое спектр какого вещества приведен.

В отчет о проделанной работе входят спектры исследуемых соединений, их формулы и характеристичные частоты функциональных групп, по которым проводилась идентификация соединений.

Проверить правильность полученной информации у преподавателя.

Вывод: _____

Спектрометрическое определение веществ

Новокаин (прокаина гидрохлорид) обладает достаточно интенсивным поглощением в ближней УФ области, поэтому его можно определить спектрофотометрически по величине собственного поглощения. Раствор новокаина в воде имеет максимум поглощения в воде при $\lambda = 290$ нм. В кислой среде 0,1 М HCl происходит ионизация первичной ароматической аминогруппы, что сопровождается гипсохромным смещением область с $\lambda = 230$ нм и гипсохромным эффектом. Поэтому определение проводят в нейтральной среде, контролируя pH раствора.

Построение калибровочного графика. В мерные колбы вместимостью 50 мл последовательно вносят стандартный раствор новокаина (100 мкг/мл) в объемах, указанных в таблице, доводят водой до метки и перемешивают, измеряют оптическую плотность каждого раствора при $\lambda = 290$ нм в кювете с толщиной слоя 1 см. Компенсационный раствор — вода. Полученные результаты заносят в таблицу.

V, мл	0,50	1,00	2,00	3,00	4,00	5,00
C, мкг/мл	1,00	2,00	4,00	6,00	8,00	10,00
A						

По полученным данным методом наименьших квадратов рассчитывают уравнение зависимости, а также с помощью электронных таблиц Excel строят калибровочный график.

Расчеты:

Определение массы новокаина в пробе

Полученную пробу количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл, доводят до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность при $\lambda = 290$ нм в кювете с толщиной слоя 1 см. Компенсационный раствор — вода.

По полученному уравнению калибровочного графика находят концентрацию новокаина в растворе после разбавления пробы до 50,0 мл, а затем по формуле массу новокаина в полученной пробе:

$$m = 50 \cdot C_{\text{новокаина}}$$

Отклонение от массы не должно превышать 15 % от указанной на этикетке.

Расчеты:

Вывод: _____

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 26

**Тема: МОЛЕКУЛЯРНАЯ АБСОРБЦИОННАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ
В УЛЬТРАФИОЛЕТОВОЙ И ВИДИМОЙ ОБЛАСТИ**

Цели занятия:

сформировать знания: 1) об основных принципах молекулярного абсорбционного спектроскопического метода анализа; 2) об аппаратуре, используемой для данного метода анализа; 3) о практическом применении данного метода анализа;

приобрести навыки: количественного определения цианокобаламина и нитрофурала в растворах.

Литература

[2] С. 327–339; [3] С. 36–57; [5] С. 101–105; [12] С. 248–252.

Вопросы для подготовки к занятию:

1. Молекулярная абсорбционная спектрометрия в ультрафиолетовой и видимой области: процессы, приводящие к возникновению аналитического сигнала, молекулярные спектры поглощения. Принцип метода.

2. Измерение аналитического сигнала, классификация и устройство приборов для измерения светопоглощения в УФ и видимой области спектра.

3. Практическое применение метода. Методы определения концентрации.

4. Основные приемы, используемые в спектрофотометрическом анализе: прямая, разностная, производная и многоволновая спектрофотометрия, фотометрические реакции, экстракционная фотометрия, фотометрическое титрование. Примеры практического применения.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА
ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИАНОКОБАЛАМИНА И НИТРОФУРАЛА

Цель работы: определить содержание цианокобаламина и нитрофурана в растворе фотометрическим методом.

Порядок выполнения работы

Количественное определение цианокобаламина в растворе

Содержимое ампулы с раствором цианокобаламина для инъекций в объеме 1,00 мл переносят в мерную колбу вместимостью 10 мл и доводят водой до метки. Оптическую плотность полученного раствора измеряют при длине волны 361 нм с толщиной слоя 1 см. В качестве компенсационного раствора используют воду.

Содержание цианокобаламина в миллиграммах в 1 мл лекарственного препарата рассчитывают, используя удельный показатель поглощения, который равен 207:

$$C_x, \text{ мг/мл} = \frac{A \cdot 10 \cdot V_1}{207 \cdot V}$$

где A — оптическая плотность испытуемого раствора; 207 — удельный показатель поглощения цианокобаламина безводного при длине волны 361 нм; V — объем пробы, взятый для разведения, мл; V_1 — конечный объем раствора, мл.

Содержание не должно отличаться более, чем на 15 % от указанного на этикетке.

Расчеты:

Вывод: _____

Количественное определение нитрофураля

В мерную колбу вместимостью 50 мл помещают 1,00 мл стандартного раствора с содержанием лекарственного средства 0,15 мг/мл, 10 мл 0,1 М раствора NaOH и доводят до метки водой. Раствор выдерживают 20 мин, фотометрируют в кювете с $l = 1$ см со всеми светофильтрами и выбирают светофильтр, соответствующий максимальному поглощению.

К 1,00 мл исследуемого раствора в мерной колбе вместимостью 50 мл прибавляют 10 мл 0,1 М раствора NaOH, перемешивают и доводят водой до метки. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора (A) в такой же кювете с выбранным светофильтром.

Концентрацию в растворе C_x (в мг/мл) вычисляют по формуле:

$$A_x = \quad \quad \quad A_{ст} =$$
$$C_x, \text{ мг/мл} = \frac{A_x \cdot C_{ст}}{A_{ст}}$$

Содержание не должно отличаться более, чем на 15 % от указанного на этикетке.

Расчеты:

Вывод: _____

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 27
Тема: АТОМНО-ЭМИССИОННАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ.
ЛЮМИНЕСЦЕНТНАЯ СПЕКТРОМЕТРИЯ

Цели занятия:

сформировать знания: 1) об общих принципах атомной и молекулярной эмиссионной спектроскопии, 2) об эмиссионных физико-химических методах анализа, об эмиссионной спектроскопии; 3) об использовании явлений флуоресценции для определения качественного и количественного состава веществ;

приобрести умения: 1) поиска необходимых аналитических методик на примере эмиссионных спектроскопических методов; 2) идентификации солей хинина по характерной флуоресценции; 3) определению алюминия в комплексе с морином.

Литература

[2] С. 341–352; [3] С. 72–95; [5] С. 101–105; [13] С. 28–38.

Вопросы для подготовки к занятию:

1. Атомно-эмиссионная спектроскопия: процессы, приводящие к возникновению аналитического сигнала, атомные спектры испускания. Принцип метода.
2. Устройство атомно-эмиссионных спектрометров.
3. Атомно-эмиссионная спектроскопия с индуктивно связанной плазмой. Возможности, достоинства и недостатки метода.
4. Спектральные и физико-химические помехи и методы их устранения.
5. Практическое применение в фармацевтическом анализе.
6. Классификация, основные характеристики и закономерности люминесценции. Закон Стокса-Ломеля. Закон Вавилова. Правило Каши. Правило Левшина. Закон Ломакина-Шайбе.
7. Флуоресценция и фосфоресценция. Диаграмма Яблонского. Эффект Шпольского. Уравнение Штерна-Фольмера.
8. Влияние различных факторов на интенсивность флуоресценции растворов.
9. Устройство и принцип работы приборов, применяемых для измерения флуоресценции. Основные приемы, используемые в люминесцентных методах анализа. Тушение флуоресценции. Люминесцентные индикаторы.
10. Понятие о рентгено-флуоресцентной спектроскопии. Рентгеновская дифракция.

Основные расчетные формулы, необходимые при подготовке к занятию

Расчет неизвестной концентрации определяемого вещества по методу одного стандарта:

$$C_x = C_0 \frac{I_x}{I_0}.$$

Расчет неизвестной концентрации определяемого вещества по методу добавок без учета разбавления раствора:

$$C_x = C_{\text{доб}} \frac{A_x}{A_{\text{доб}} - A_x}.$$

Расчет неизвестной концентрации определяемого вещества по методу двух стандартов:

$$C_x = C_1 + \frac{(C_2 - C_1) \cdot (A_x - A_1)}{(A_2 - A_1)}.$$

Пример решения типовой задачи

Условие задачи. Образец сыворотки крови анализируют на содержание катиона калия методом пламенной эмиссионной спектроскопии с применением добавки стандарта КСl. Для этого к двум одинаковым образцам пробы (аликвотам) объемом по 0,50 мл добавили

по 9,50 мл воды. К одной из проб добавили 10,0 мкл 0,0500 М раствора KCl. После компьютерного интегрирования (определения площади) полученных сигналов площади пиков составили $32,1 \cdot 10^6$ имп·сек и $58,6 \cdot 10^6$ имп·сек соответственно. Рассчитать содержание калия (ммоль/мл) в сыворотке крови.

Решение. Количество добавленного стандарта в ммоль составило:

$$n = C \cdot V = 10,0 \cdot 10^{-6} \text{ л} \cdot 0,0500 \text{ моль/л} \cdot 10^3 \text{ ммоль/моль} = 5,00 \cdot 10^{-4} \text{ ммоль.}$$

Учитывая, что объем добавки 10,0 мкл практически не изменит суммарный объем пробы

$$V = 0,50 \text{ мл} + 9,50 \text{ мл} = 10,0 \text{ мл,}$$

можно рассчитать концентрацию добавки в растворе:

$$C_{\text{доб}} = \frac{n_{\text{доб}}}{V} = \frac{5,00 \cdot 10^{-4} \text{ ммоль}}{10 \cdot 10^{-3} \text{ л}} = 5,00 \cdot 10^{-2} \text{ ммоль/л} = 5,00 \cdot 10^{-5} \text{ моль/л.}$$

По расчетной формуле для метода добавок вычислим неизвестную концентрацию:

$$C_x = C_{\text{доб}} \frac{I_x}{I_{\text{доб}} - I_x} = 5,00 \cdot 10^{-5} \cdot \frac{32,1 \cdot 10^6}{58,6 \cdot 10^6 - 32,1 \cdot 10^6} = 6,06 \cdot 10^{-5} \text{ моль/л.}$$

где $C_{\text{доб}}$ — та концентрация, которую создаст введенная добавка в растворе; $I_{\text{доб}} - I_x$ — то увеличение аналитического сигнала, которое создаст введенная в раствор добавка.

С учетом того, что исходный раствор 0,50 мл разбавили до 10 мл, количество калия в образце сыворотки крови составит:

$$C_x^0 = C_x \frac{V_{\text{р-ра}}}{V_{\text{пробы}}} = 6,06 \cdot 10^{-5} \cdot \frac{10}{0,5} = 1,21 \cdot 10^{-3} \text{ моль/л.}$$

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА ФЛУОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОЛЕЙ ХИНИНА И АЛЮМИНИЯ В КОМПЛЕКСЕ С МОРИНОМ

Цель работы: идентифицировать соли хинина в растворе по характерной флуоресценции и определить алюминий (III) в комплексе с морином.

Порядок выполнения работы

Первичный светофильтр должен пропускать ту часть спектра, которую поглощает определяемое вещество. На основании данных спектрофотометрии поглощения УФ излучения предложена длина волны возбуждения поглощения 353 нм (ультрафиолетовый диапазон). Вторичный светофильтр должен пропускать ту часть спектра, которую испускает определяемое вещество в результате флуоресценции, для сернокислых растворов хинина максимум длины излучения 452 нм (фиолетовая флуоресценция).

Флуоресценция кислых растворов хинина

Взвешивают 0,1 г хинина и высыпают ее в колбу на 100 мл, растворяют в 3 мл кислоты серной разведенной 9,8 % (0,01 М) и доводят объем водой до метки. Водные растворы солей хинина в присутствии серной кислоты характеризуются голубой флуоресценцией.

Проверяют на содержание хинина напитки Schweppes Bitte Lemon, Schweppes Indian Tonic (Кока-Кола, США), Sprite (Кока-Кола, США) и др. Пробоподготовка исследуемых напитков заключается в предварительной дегазации (интенсивное перемешивание). Полученные растворы просматривают в УФ-свете при длине волны 365 нм.

Наблюдения:

Таллейохинная проба

Данная реакция является специфической для определения хинина и основана на окислении метоксильной группы хинолинового ядра бромной водой с образованием продуктов окисления — 5,6-ортохинона и 5,6,7-тригидроксопроизводного. При последующем действии аммиака происходит конденсация этих соединений с образованием таллейохина (5,6-дииминопроизводного), окрашенного в изумрудно-зеленый цвет.

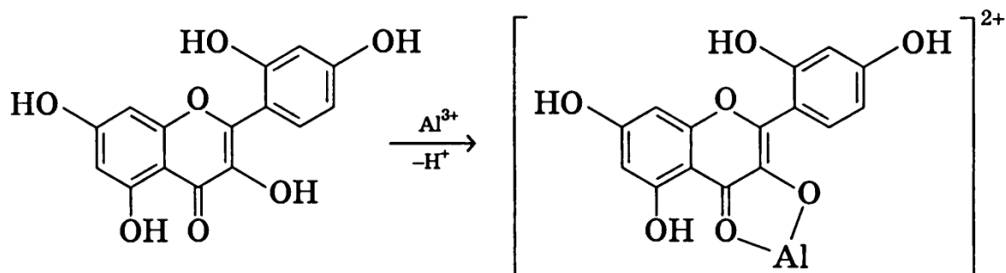
К 5 мл 0,05% раствора хинина в воде прибавляют 1 мл разбавленной (1:4) бромной воды и добавляют по каплям раствор аммиака. Появляется зеленое окрашивание.

Наблюдения (аналитический эффект):

Вывод: _____

Определение алюминия (III) с морином

Морин при взаимодействии с ионами алюминия в нейтральном или уксуснокислом растворе при pH 3÷6 образует соединение зеленого цвета, обладающее интенсивной флуоресценцией при облучении $\lambda = 510\div 530$ нм



В мерные колбы на 10 мл последовательно вносят по 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 стандартного раствора алюминия хлорида (10 мкг/мл), 2 мл этилового спирта, 2 мл ацетатного буферного раствора (pH 4), 1 мл 0,01 % раствора морины в этаноле и доводят водой до метки. Через 10 мин достигается максимальная флуоресценция, флуоресцирующие растворы оставляют для визуального сравнения интенсивности свечения. Проводят контрольный опыт.

Затем проводят определение алюминия в предложенной пробе. 2,00 мл полученного у преподавателя раствора соли алюминия вносят в мерную колбу на 10 мл, прибавляют 2 мл этилового спирта, 2 мл ацетатного буферного раствора (pH 4), 1 мл 0,01 % раствора морины в этиловом спирте, доводят объем раствора до 10 мл водой.

Визуально сравнивают интенсивности флуоресценции в колбах с известными концентрациями соли алюминия и результат определения в контрольном опыте.

Визуально сравнивают интенсивность флуоресценции испытуемого раствора с линейкой раствора стандартного образца, приблизительно определяя концентрацию.

Результат:

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 28

Тема: ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ, НЕ СВЯЗАННЫЕ С ПОГЛОЩЕНИЕМ ИЛИ ИСПУСКАНИЕМ ИЗЛУЧЕНИЯ

Цели занятия:

сформировать знания: 1) об общих принципах методов анализа, не связанных с поглощением или излучением электромагнитного излучения; 2) об характеристике рефрактометрии и поляриметрии;

приобрести навыки: 1) поиска необходимых аналитических методик на примере методов анализа, не связанных с поглощением или излучением электромагнитного излучения, 2) определения концентрации глюкозы и хлорида кальция рефрактометрическим методом.

Литература

[6] С. 586–590; [10] С. 586–590; [11] С. 795–798, 800–804; [15] С. 291–305, 328–333; [16] С. 370–381.

Вопросы для подготовки к занятию:

1. Показатель преломления чистых веществ и растворов. Определение показателей преломления жидкостей (рефрактометрия).

2. Виды поляризации поляризованного света. Вращение плоскости поляризации растворами оптически активных соединений. Методы поляриметрии и кругового дихроизма.

3. Методы определения концентрации веществ в дисперсных системах. Турбидиметрия и нефелометрия. Особенности аппаратного оформления методов турбидиметрии и нефелометрии.

4. Комбинационное рассеяние света. Сравнение методов комбинационного рассеяния и ИК-спектроскопии. Перспективы практического применения.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ВЕЩЕСТВ

Цель работы: определение концентрации веществ в анализируемом образце при помощи рефрактометра.

Порядок выполнения работы

Количественное определение глюкозы методом рефрактометрии

Количественное определение глюкозы с использованием метода рефрактометрии рассчитывать двумя способами:

1. По значению показателя преломления раствора глюкозы калибровочного графика (с использованием рефрактометрической таблицы (см. табл.)).

2. По рефрактометрическому фактору (для растворов глюкозы в диапазоне концентраций 1–10 % он составляет 0,00142). Расчет производят по формуле:

$$c = \frac{n - n_0}{F},$$

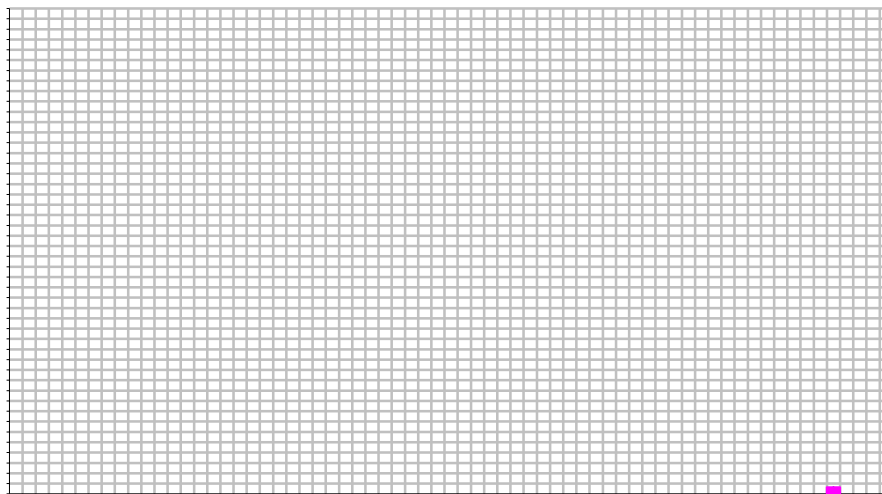
где n — показатель преломления исследуемого раствора; n_0 — показатель преломления растворителя (воды очищенной); F — рефрактометрический фактор, равный величине прироста показателя преломления при увеличении концентрации на 1 %.

Таблица

Показатели преломления растворов с массо-объемной концентрацией глюкозы безводной ω (м/л)

n	1,3340	1,3350	1,3360	1,3370	1,3380	1,3390	1,3400	1,3410	1,3420	1,3430	1,3440
ω	0,70	1,40	2,10	2,80	3,50	4,20	4,90	5,60	6,30	7,00	7,70

По данным таблицы строят калибровочный график в координатах n и $f(\omega)$



Получают у преподавателя раствор с неизвестной концентрацией глюкозы и определяют ее концентрацию по калибровочному графику и по расчетной формуле. Сравнить результаты. Отклонение от заданного содержания не должно превышать 15 %.

Расчеты:

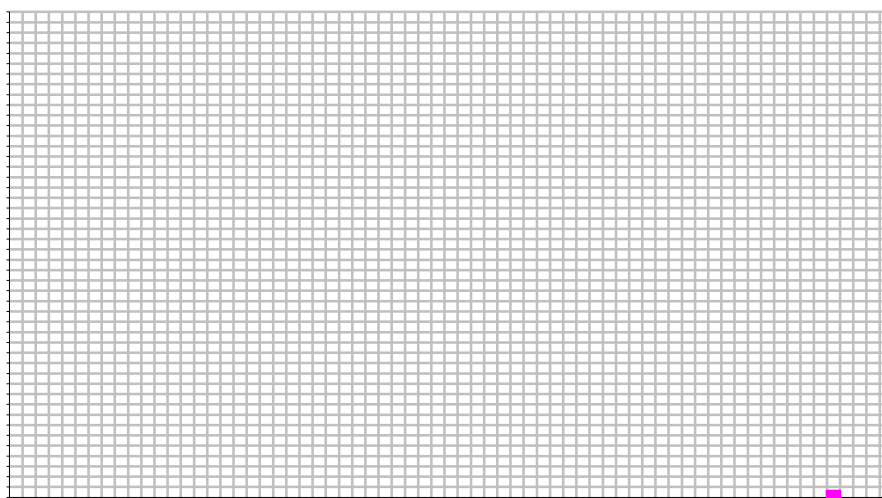
Вывод: _____

Количественное определение хлорида кальция методом рефрактометрии

Показатели преломления растворов с массо-объемной концентрацией хлорида кальция ω (m/v)

n	1,3340	1,3350	1,3360	1,3370	1,3390	1,3390	1,3400	1,3420	1,3440	1,3490	1,3530
ω	0,80	1,60	2,40	3,20	3,50	5,00	5,80	7,40	9,20	13,80	17,50

По данным таблицы строят калибровочный график в координатах n и $f(\omega)$



Получают у преподавателя раствор с неизвестной концентрацией хлорида кальция и определяют его концентрацию по калибровочному графику. Отклонение от заданного содержания не должно превышать 15 %.

Расчеты:

Вывод: _____

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 29
Тема: ИТОГОВОЕ ЗАНЯТИЕ ПО ТЕМАМ
«СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА»

Цель занятия:

закрепить знания о спектрометрических методах анализа;
приобрести навыки определения сахаров методом поляриметрии.

Литература

См. литературу к занятиям №№ 24–28.

Вопросы для подготовки к занятию:

1. Общая характеристика и классификация спектроскопических методов анализа. Природа и свойства электромагнитного излучения.
2. Абсорбционные спектроскопические методы анализа. Основной закон поглощения электромагнитного излучения. Пропускание и оптическая плотность. Молярный и удельный коэффициент светопоглощения.
3. Отклонения от основного закона светопоглощения.
4. Атомно-абсорбционная спектроскопия. Процессы, приводящие к возникновению аналитического сигнала. Измерение аналитического сигнала. Практическое применение.
5. Молекулярная абсорбционная спектроскопия в УФ- и видимой области (спектрофотометрия, фотометрия). Процессы, приводящие к возникновению аналитического сигнала. Измерение аналитического сигнала.
6. Основные приемы, используемые в спектрофотометрическом анализе: прямая спектрофотометрия, фотометрические реакции, экстракционная фотометрия, фотометрическое титрование, разностная, производная и многоволновая спектрофотометрия.
7. ИК-спектроскопия. Процессы, приводящие к возникновению аналитического сигнала. Измерение аналитического сигнала. Практическое применение.
8. Атомно-эмиссионная спектроскопия. Процессы, приводящие к возникновению аналитического сигнала. Измерение аналитического сигнала. Практическое применение.
9. Люминесцентные методы анализа. Классификация, причина возникновения, основные характеристики и закономерности люминесценции. Влияние различных факторов на интенсивность флуоресценции растворов.
10. Устройство и принцип работы приборов, применяемых для измерения флуоресценции. Основные приемы, используемые в люминесцентных методах анализа.
11. Оптические методы, не связанные с поглощением или испусканием излучения.
12. Понятие об аналитическом сигнале. Эталонные и безэталонные методы количественного анализа. Стандартные вещества и стандартные образцы.
13. Способы расчета концентрации вещества по величине аналитического сигнала.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА
ПОЛЯРИМЕТРИЧЕСКОЕ ИЗУЧЕНИЕ РАСТВОРОВ САХАРОВ

Цель работы: определение веществ в анализируемом образце при помощи поляриметра.

Порядок выполнения работы

Поляриметрическое определение раствора глюкозы

Объем лекарственного средства, эквивалентный 5 г глюкозы безводной переносят в мерную колбу на 100,0 мл, прибавляют 0,2 мл раствора аммиака разбавленного и доводят водой до метки. Полученный раствор выдерживают в течение 30 минут и измеряют угол оптического вращения в поляриметрической трубке длиной 2 дм. Полученное значение угла вращения (α), в градусах, умноженное на 0,9477, соответствует количеству глюкозы безводной ($C_6H_{12}O_6$), в граммах, в объеме, взятом для количественного определения.

Рассчитывают содержание $C_6H_{12}O_6$ в 1 мл, в миллиграммах.

Содержание должно быть в диапазоне: от 4,25 г до 5,75 г в 100 мл раствора.

Расчеты:

Вывод: _____

Поляриметрическое определение раствора сахарозы

6,5 г испытуемого образца растворяют в воде и доводят до объема 25,0 мл этим же растворителем. Измеряют угол оптического вращения при помощи поляриметра.

Необходимо рассчитать удельное оптическое вращение, которое используется в ГФ РБ как показатель качества сахарозы в разделе «Испытания» и сравнить с фармакопейной нормой.

Удельное оптическое вращение: от +66,3 до +67,0.

Расчеты:

Вывод: _____

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 30

**Тема: ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА И ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА**

Цели занятия:

сформировать знания: 1) о характеристике и сущности хроматографии; 2) о принципах хроматографического разделения и причинах размывания хроматографических пиков; 3) теориях хроматографического разделения — хроматографических тарелок и кинетической теории (уравнение Ван-Деемтера);

приобрести навыки: 1) проведения разделения и идентификации смеси катионов методом бумажной хроматографии; 2) выполнения расчетов, связанных с хроматографическими методами анализа.

Литература

[2] С. 353–377; [3] С. 97–118; [4] С. 9–26; [5] С. 109–117.

Вопросы для подготовки к занятию:

1. Хроматография. Принцип метода. Классификация хроматографических методов.
2. Параметры удерживания и разделения в хроматографии. Основные характеристики внешней хроматограммы.
3. Способы получения хроматограмм. Параметры хроматографического пика.
4. Приемы количественного определения в хроматографии (методы внутреннего стандарта, внешнего стандарта, внутренней нормализации, метод градуировки).
5. Теории хроматографического разделения. Теория хроматографических тарелок. Кинетическая теория (теория Ван-Деемтера).
6. Историческое развитие хроматографических методов анализа.

Основные расчетные формулы, необходимые при подготовке к занятию

Число теоретических тарелок хроматографической колонки:

$$N = 16 \left(\frac{t'_R}{w} \right)^2 \qquad N = 5,5 \left(\frac{t'_R}{w_{0,5}} \right)^2$$

где N — число теоретических тарелок; t'_R — исправленное время удерживания компонента; w — ширина пика у основания; $w_{0,5}$ — полная ширина пика на половине высоты.

Высота, эквивалентная теоретической тарелке (ВЭТТ):

$$ВЭТТ = \frac{L}{N},$$

где L — длина хроматографической колонки; N — общее число теоретических тарелок.

Разрешение двух хроматографических пиков R_S :

$$R_S = \frac{2(t_2 - t_1)}{w_1 + w_2}.$$

Подвижность или коэффициент удерживания R_f (в бумажной и тонкослойной хроматографии):

$$R_f = \frac{L_i}{L_o},$$

где R_f — подвижность, или коэффициент удерживания; L_i — расстояние, пройденное определяемым соединением (ионом) до центра пятна; L_o — расстояние, пройденное фронтом растворителя.

Пример решения типовой задачи

Условие задачи. Определение содержания эллаговой кислоты и гиперозида в Ольхи черной листьях (*Alni glutinosae folia*, Black Alder leaf) проводили методом жидкостной хроматографии. Для этого собранные в течение лета, высушенные и обмолоченные листья в количестве 1,01 г поместили в круглодонную колбу на 250 мл, прибавили 60 мл спирта (60 %, об/об) кипятили на водяной бане в течение 40 мин, довели массу до первоначального объема спиртом (60 %, об/об). Надосадочную жидкость отфильтровали через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм и центрифугировали. Анализ проводили на хроматографической колонке длиной 0,150 м и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненной силикагелем октадецилсилильным для хроматографии с размером частиц 5 мкм. Расчет проводили по методу внешнего стандарта, содержащего 0,1 мг/мл и 0,2 мг/мл для гиперозида и эллаговой кислоты соответственно.

Площади пиков на хроматограмме составили соответственно:

S_1 — площадь пика гиперозида на хроматограмме испытуемого образца составили 100,0;

S_2 — площадь пика гиперозида на хроматограмме раствора сравнения составили 100,0;
 S_3 — площадь пика эллаговой кислоты на хроматограмме испытуемого образца составили 100,0;

S_4 — площадь пика эллаговой кислоты на хроматограмме раствора сравнения составили 100,0.

Определить, соответствует ли собранное растительное сырье требованиям ГФ РБ, если оно должно содержать не менее 0,5 % эллаговой кислоты ($C_{14}H_6O_8$, М. м. 302,2) и не менее 0,3 % гиперозида ($C_{21}H_{20}O_{12}$, М. м. 464,4).

Решение. Общий объем экстракта составляет 60 мл, концентрация вещества в стандарте приведена в мг/мл, тогда, из соотношения площадей пиков стандарта и раствора сравнения по методу одного стандарта можно рассчитать процентное содержание компонентов в пересчете на сухое сырье:

Процентное содержание гиперозида (ω_g) составит:

$$\omega_g = \frac{S_1 \cdot C \cdot 6 \cdot 100\% \cdot 10^{-3}}{S_2 \cdot m} = \frac{S_1 \cdot C \cdot 6}{S_2 \cdot m} = \frac{50,8 \cdot 0,1 \cdot 6}{98,5 \cdot 1,01} = 0,31\%.$$

Процентное содержание эллаговой кислоты ($\omega_{эк}$) составит:

$$\omega_{эк} = \frac{S_3 \cdot C \cdot 6}{S_4 \cdot m} = \frac{138,7 \cdot 0,1 \cdot 6}{155,5 \cdot 1,01} = 0,53\%.$$

Сравнивая полученные значения с теми минимальными значениями по содержанию гиперозида и эллаговой кислоты, которые приведены в Государственной фармакопее Республики Беларусь, можно сделать вывод о том, что растительное сырье «Ольхи черной листья» соответствуют предъявляемым требованиям.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

РАЗДЕЛЕНИЕ ИОНОВ ЖЕЛЕЗА И МЕДИ МЕТОДОМ БУМАЖНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Цель работы: провести разделение ионов железа и меди методом бумажной хроматографии и проанализировать.

Порядок выполнения работы

Приготовление рабочих растворов. В качестве растворителя используется смесь, для приготовления 100 мл которой берут уксус, воду и концентрированную хлористоводородную кислоту в соотношении 7 : 5 : 8 (по объему). В качестве рабочих растворов используют: 1) 0,1 М растворы Fe^{3+} ($FeCl_3$) и Cu^{2+} ($CuSO_4$); 2) смесь $FeCl_3$ и $CuSO_4$.

Материалы и оборудование. Хроматографическое разделение катионов железа и меди проводится методом круговой бумажной хроматографии, в качестве хроматографической ванны используется эксикатор (который при необходимости может быть заменен чашками Петри), а для разделения катионов применяется специальная хроматографическая бумага, либо, в ее отсутствие, фильтровальная бумага из фильтра «белая лента». Фитиль, по которому поднимается растворитель, представляет собой полоску фильтровальной бумаги (длиной около 5 см и шириной 1 см, которая согнута по длине пополам). Растворитель, нанесенный на дно хроматографической ванны, поднимается по фитилю вверх на круглый фильтр, в котором для лучшего контакта в центре делается отверстие. Для создания равновесного давления паров растворителя систему закрывают крышкой.

На расстоянии 1,5 см от центра бумаги наносят карандашом окружность, которая является стартовой линией. Делают на ней 4 метки и пронумеровывают. При помощи тонкого стеклянного капилляра или мерной пипетки наносят на метки по 0,02 мл каждого раствора и смеси растворов. Высушивают бумагу. Затем небольшое количество растворителя помещают в хроматографическую ванну. Возможно внесение растворителя в количестве 25 мл в стакан, который помещают на дно эксикатора.

Проведение хроматографического анализа. Меченую бумагу помещают на кромку эксикатора. Опускают бумажный фитиль в растворитель и плотно закрывают эксикатор. Капиллярными силами растворитель поднимается вверх по фитилю и бумаге. Скорость процесса зависит от ширины фитиля и расстояния между поверхностями жидкости и бумаги. После перемещения фронта растворителя на 3–4 см от стартовой линии бумагу вынимают и высушивают. Для проявления пятен бумагу выдерживают некоторое время в парах концентрированного раствора аммиака, затем опускают в раствор $K_4[Fe(CN)_6]$. Отмечают цвет каждого пятна и рассчитывают R_f . Работу можно проводить в кристаллизаторе или чашке Петри.

Обнаружение исследуемых ионов. Линейкой определяют расстояние, пройденное каждым ионом от стартовой линии до центра соответствующего пятна (X_n), а также расстояние пройденное фронтом растворителя (X_f). Далее рассчитывают основную характеристику хроматографического разделения в бумажной хроматографии — подвижность или коэффициент удерживания (R_f) по формуле:

$$R_f = \frac{X_n}{X_f}.$$

Зарисуйте полученную хроматограмму.

Расчеты:

Вывод: _____

Существует второй вариант данного разделения.

Приготовление. В качестве подвижной фазы используется смесь этанола и 5 М HCl (9:1). Внутри хроматографической камеры помещают подвижную фазу, т.е. смесь этанола и 5 М HCl (9:1). Кислоту добавляют к органическому растворителю, чтобы предотвратить адсорбцию ионов бумагой. Для разделения катионов применяется специальная хроматографическая бумага, либо, в ее отсутствие, фильтровальная бумага из фильтра «белая лента». Из *фильтровальной бумаги* вырезают прямоугольник и простым карандашом намечают линии старта и линии финиша. В качестве рабочих растворов используют: 0,1 М растворы Fe^{3+} ($FeCl_3$), Cu^{2+} ($CuSO_4$). Получают у преподавателя смесь растворов Fe^{3+} и Cu^{2+} в произвольном соотношении.

Нанесение пробы и стандартов на фильтровальную бумагу. На линию старта *фильтровальной бумаги* с помощью капилляра наносят раствор разделяемой смеси, раствор соли Fe^{3+} и раствор соли Cu^{2+} на расстоянии 1 см друг от друга. При этом необходимо прижать капилляр к бумаге, т.е. раствор следует наносить так, чтобы капля не расплывалась (чем меньше диаметр капли, тем более четкой будет хроматограмма). Диаметр пятна обычно составляет 2–3 мм. Высушивают. Эту операцию проводят 2–3 раза.

Полоску хроматографической бумаги с нанесенной каплей анализируемого раствора опускают вертикально в цилиндр так, чтобы ее конец был погружен в растворитель не более, чем на 0,5 см. Пятно не должно погружаться в растворитель, а бумажная полоска не должна касаться стенок цилиндра, и закрывают крышкой.

Когда фронт подвижной фазы достигнет линии финиша, фильтровальную бумагу вынимают и высушивают в токе теплого воздуха.

Проявление зон локализации ионов Fe^{3+} и Cu^{2+} : фильтровальную бумагу опрыскивают раствором $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ из пульверизатора. В результате на хроматограмме проявляется синее пятно $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ и коричневое пятно $\text{Cu}_2[\text{Fe}(\text{CN})_6]$.

Рассчитывают для обоих катионов значения относительного фронта R_f
Зарисуйте полученную хроматограмму.

Расчеты:

Вывод: _____

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 31

Тема: ГАЗОВАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

Цели занятия:

сформировать знания: 1) об общей характеристике, классификации и области практического применения методов газовой хроматографии; 2) о назначении основных узлов и принцип работы газового хроматографа; 3) способы идентификации и количественного определения веществ, используемые в газовой хроматографии;

приобрести навыки: 1) выполнения расчетов, связанных с результатами газохроматографических методов анализа; 2) проведения хроматографического определения смеси «ацетон-гексан-бензол».

Литература

[2] С. 365–377; [3] С. 119–136; [4] С. 27–61; [5] С. 109–117; [12] С. 291–299.

Вопросы для подготовки к занятию:

1. Общая характеристика и классификация метода газовой хроматографии.
2. Устройство и принцип работы газового хроматографа. Ввод пробы.
3. Особенности газотвердофазной и газожидкостной хроматографии.
4. Детекторы газовой хроматографии.
5. Характеристика подвижных фаз, неподвижных фаз и носителей.
6. Индексы удерживания Ковача. Методы количественной обработки хроматограмм.
7. Практическое применение газовой хроматографии в фармакопейном анализе.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА
АНАЛИЗ СМЕСИ «ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ.
ОБРАБОТКА ХРОМАТОГРАММ»

Цель работы: провести анализ газовых хроматограмм.

Порядок выполнения работы

Сначала хроматографируют стандартные вещества с использованием хроматографического шприца на 1 мкл (10^{-6} л). В испаритель хроматографа вводят 1,0 мкл бензола и получают хроматограмму, на которой имеется один пик бензола. Определяют время удерживания и высоту (площадь) пика бензола. Аналогично получают данные для остальных хроматографируемых соединений. Полученные данные заносят в таблицу.

Затем в тех же условиях хроматографируют полученную задачу, содержащую несколько веществ путем ввода в испаритель хроматографа 1 мкл смеси. Преподаватель может варьировать перечень анализируемых веществ.

По времени удерживания судят о природе веществ, находящихся в смеси. Используя метод одного стандарта для каждого из компонентов смеси, рассчитывают их содержание в смеси. Полученные результаты заносят в таблицу и сверяют с данными, имеющимися у преподавателя.

Данные для стандартных веществ.

Наименование	Время удержания, сек	Высота (площадь) пика

Данные для смеси веществ.

Время удержания, сек	Наименование	Высота (площадь) пика

Расчеты:

Расчет степени разделения близкородственных веществ:

Расчет эффективности колонки:

на основании времен выхода каждого из компонентов (сек) и ширины пика у основания рассчитывают число теоретических тарелок колонки и высоту, эквивалентную теоретической тарелке (ВЭТТ):

Получите у преподавателя образец внешней хроматографии анализа смеси, полученную методом газожидкостной хроматографии, и образцы хроматограмм стандартных образцов. Проанализируйте их.

Вывод: _____

ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

Цель работы: выполнить ТСХ извлечения из лекарственного растительного сырья в сравнение со стандартными веществами.

Порядок выполнения работы

Получить испытуемый раствор (1,0 г измельченного сырья цветков бессмертника прибавляют 10 мл метанола, нагревают при перемешивании в водяной бане при 60 °С в течение 5 мин, охлаждают и фильтруют).

Раствор сравнения. 2 мг *хлорогеновой кислоты Р* и 5 мг *кверцетина дигидрата Р* растворяют в *метаноле Р* и доводят до объема 20 мл этим же растворителем.

Пластинка: *ТСХ пластинка со слоем подходящего силикагеля Р*.

Подвижная фаза: *кислота муравьиная безводная – кислота уксусная ледяная – вода – этилацетат (11:11:27:100, об/об/об/об)*.

Наносимый объем пробы: 30 мкл испытуемого раствора и 10 мкл раствора сравнения в виде полос.

Фронт подвижной фазы: не менее 10 см от линии старта.

Высушивание: при температуре от 100 °С до 105 °С.

Проявление: пластинку опрыскивают раствором 10 г/л дифенилборной кислоты аминоэтилового эфира в метаноле и затем раствором 50 г/л макрогола 400 в метаноле. Высушивают на воздухе в течение 30 мин и просматривают в ультрафиолетовом свете при 365 нм.

Зарисуйте полученную хроматограмму и сравните с фармакопейным результатом.

Вывод: _____

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 32
Тема: ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ:
ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ, КОЛОНОЧНАЯ И ВЭЖХ

Цели занятия:

сформировать знания: 1) о характеристике и сущности жидкостной хроматографии; 2) об основных принципах плоскостной жидкостной хроматографии и применении ее в анализе; 3) об основных принципах высокоэффективной жидкостной хроматографии и ее отличии от классической жидкостной хроматографии; 4) об устройстве и принципе работы жидкостного хроматографа;

приобрести навыки: 1) проведения анализа лекарственных средств методом тонкослойной хроматографии; 2) выполнения расчетов, связанных с результатами тонкослойной хроматографии.

Литература

[2] С. 378–389; [3] С. 137–152, 171–175; [4] С. 62–88, 114–137; [5] С. 109–138; [12] С. 300–308.

Вопросы для подготовки к занятию:

1. Общая характеристика и классификация методов жидкостной хроматографии.
2. Планарная (плоскостная): бумажная и тонкослойная хроматография: характеристика подвижных и неподвижных фаз, методика получения плоскостной хроматограммы.
3. Качественный и количественный анализ плоскостной хроматограммы. Разрешение хроматографических зон.
4. Практическое применение бумажной и тонкослойной хроматографии. Денситометрия и видеоденситометрия.
5. Общая характеристика и классификация колоночной жидкостной хроматографии. Классическая колоночная хроматография.
6. Высокоэффективная (ВЭЖХ) и сверхвысокоэффективная жидкостная хроматография.
7. Практическое применение ВЭЖХ в фармацевтическом анализе.

Основные расчетные формулы, необходимые при подготовке к занятию

Разрешение двух хроматографических пиков R_s :

П

где X — расстояние от центра пятна соответствующего вещества до линии старта, Y — диаметр соответствующего пятна; 1, 2 индексы, относящиеся к первому и второму пятну соответственно.

Подвижность или коэффициент удерживания R_f (в бумажной и тонкослойной хроматографии):

$$R_f = \frac{L_i}{L_o},$$

где R_f — подвижность соответствующего вещества; L_i , L_o — путь, пройденный веществом и фронтом растворителя;

$$R_{f(\text{отн})} = \frac{R_f^x}{R_f^{\text{ст}}},$$

где $R_{f(\text{отн})}$ — относительная подвижность соответствующего вещества, R_f^x , $R_f^{\text{ст}}$ — подвижности анализируемого вещества и стандарта, соответственно.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

ИДЕНТИФИКАЦИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ. ОБРАБОТКА ВЭЖХ-ХРОМАТОГРАММ

Цель работы: разделить и идентифицировать смесь аминокислот методом тонкослойной хроматографии.

Одним из простых и доступных методов разделения смеси аминокислот является тонкослойная хроматография. Сущность метода заключается в перемещении аминокислот под действием органического растворителя по пластинке, с нанесенным на нее адсорбционным материалом. Различные аминокислоты передвигаются с разной скоростью, зависящей от строения вещества и используемого элюента. В качестве проявляющего реагента применяют нингидрин.

Важным показателем в хроматографии является величина R_f — коэффициент подвижности. R_f — это отношение расстояния от центра пятна к расстоянию, пройденному растворителем. Измерение расстояний проводят от линии старта. Величина R_f характеризует природу определяемого соединения и зависит от условий хроматографирования.

Порядок выполнения работы

Реактивы и оборудование. Смесь аминокислот, «свидетели» — чистые аминокислоты (стандартные вещества): например, гистидин, треонин, аланин, лейцин;

Подвижные фазы: смесь пропанола и воды (7:3 по объему).

Проявляющий реагент: 0,3%-й раствор нингидрина (1,2,3-трикетогидринден) в бутаноле, содержащем 3 % ледяной уксусной кислоты (или 0,1 % раствор нингидрина в ацетоне).

Хроматографическое оборудование: пластинки для ТСХ, распылитель (для опрыскивания раствором проявляющего реагента), хроматографическая камера, микропипетка, сушильный шкаф.

Ход работы.

Получите у преподавателя для анализа раствор смеси аминокислот, содержащий приблизительно по 1 мг каждой аминокислоты в 1 мл раствора.

От края пластинки на расстоянии 1–2 см карандашом отметьте стартовую линию.

Нанесите 1 мкл раствора смеси аминокислот в виде пятнышка на хроматографическую пластинку. Чтобы отличить аминокислоты, содержащиеся в пробе, от других с близкими значениями R_f , одновременно с пробой проведите хроматографирование некоторых растворов чистых аминокислот (преподаватель укажет вам, каких именно). На стартовую линию в точки 1, 2, 3, 4 капиллярной палочкой нанесите растворы аминокислот «свидетелей», а в точку 5 — смесь этих аминокислот. Подсушите на воздухе пластинку с нанесенными растворами аминокислот, чтобы растворитель полностью испарился.

Поместите пластинку в хроматографическую камеру, чтобы ее нижний край (со стороны стартовой линии) погружался одну из двух подвижных фаз на 0,5–0,8 см. Пластинки устанавливают в камере в наклонном положении. Закройте герметично камеру.

После того как растворитель поднимется на 10–12 см, достаньте пластинку осторожно из камеры и подсушите ее на воздухе.

Обработайте пластинку раствором нингидрина, используя пульверизатор (опрыскивание необходимо проводить в вытяжном шкафу! В камере для опрыскивания).

Поместите пластинку, обработанную нингидрином, в сушильный шкаф с температурой 105 °С на 5 мин.

Определите состав контрольной смеси. Для этого проведите сопоставлением R_f цветных пятен, полученных на хроматограмме контрольного раствора, с окраской и R_f пятен свидетелей.

Зарисуйте полученную хроматограмму

Расчеты:

Вывод: _____

ОБРАБОТКА ВЭЖХ-ХРОМАТОГРАММ

Цель работы: провести анализ ВЭЖХ-хроматограмм.

Порядок выполнения работы

Сначала хроматографируют стандартные вещества. Определяют их времена удерживания и площади пиков. Полученные данные заносят в таблицу.

Данные для стандартных веществ.

Наименование	Время удержания, сек	Площадь пика

Затем в тех же условиях хроматографируют полученную задачу, содержащую несколько веществ или извлечение из природного объекта. Преподаватель может варьировать перечень анализируемых веществ.

По времени удерживания судят о природе веществ, находящихся в смеси. Используя метод одного стандарта для каждого из компонентов смеси, рассчитывают их содержание в смеси. Полученные результаты заносят в таблицу и сверяют с данными, имеющимися у преподавателя.

Данные для смеси веществ.

Время удержания, сек	Наименование	Площадь пика

Расчеты:

Расчет степени разделения близкородственных веществ:

Расчет эффективности колонки:

на основании времен выхода каждого из компонентов (сек) и ширины пика у основания рассчитывают число теоретических тарелок колонки и высоту, эквивалентную теоретической тарелке (ВЭТТ):

Получите у преподавателя образец внешней хроматографии анализа смеси, полученную методом ВЭЖХ, и образцы хроматограмм стандартных образцов. Проанализируйте их.

Вывод: _____

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 33

Тема: ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ: ДРУГИЕ ВИДЫ ХРОМАТОГРАФИИ

Цели занятия:

сформировать знания: об основных закономерностях, лежащих в основе методов жидкостной хроматографии: адсорбционной, распределительной, аффинной, ионообменной, эксклюзионной;

приобрести навыки: проведения анализа лекарственных средств методом колоночной хроматографии.

Литература

[2] С. 378–389; [3] С. 152–175; [4] С. 62–88, 114–137; [5] С. 109–138; [12] С. 300–308.

Вопросы для подготовки к занятию:

1. Характеристика отдельных видов жидкостной хроматографии: адсорбционная жидкостная хроматография.
2. Распределительная жидкостная хроматография.
3. Ионообменная хроматография: ионообменное равновесие, характеристика подвижных и неподвижных фаз, практическое применение ионообменной хроматографии.
4. Понятие об ионной и ион-парной хроматографии.
5. Эксклюзионная хроматография: механизм разделения, классификация, характеристика используемых твердых носителей и растворителей, практическое применение.

6. Аффинная хроматография.
7. Комбинированные (гибридные) методы анализа: хромато-масс-спектрометрия. Основные понятия, масс-спектр вещества. Устройство и принцип работы масс-спектрометра.
8. Сверхкритическая флюидная хроматография (СФХ).

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

РАЗДЕЛЕНИЕ ПИГМЕНТОВ МЕТОДОМ КОЛОНОЧНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Цель работы: провести разделение пигментов методом колоночной хроматографии и анализ полученных зон.

Порядок выполнения работы

Подготовка образца листьев. Растереть в ступке навеску (2 грамма) высушенных зеленых листьев (лучше всего крапивы). В пробирку перенести измельченные листья, прибавить 3 мл этилового спирта и оставить, периодически встряхивая, на 5 минут. Затем в пробирку добавить 10 мл петролейного эфира. После встряхивания раствор принимает темно-зеленую окраску. Прилить в пробирку 20 мл дистиллированной воды. Всплывший петролейный слой снять пипеткой и слить в чистую пробирку, снова промыть его водой для удаления спирта.

Подготовка колонки. На дно хроматографической колонки поместить ватный тампон толщиной около 0,5 см. Заполнить ее сухим крахмалом, внося его с небольшими порциями и уплотняя легким постукиванием колонки о стол. Колонка должна быть равномерно без пустот заполнена и закреплена в вертикальном положении.

Ход работы. 8–10 капель экстракта внести пипеткой в верхнюю часть колонки, стараясь, чтобы туда не попала вода. При перемещении экстракта вдоль колонки происходит его разделение на адсорбционные слои (первичная хроматограмма). Хроматограмму проявляют, добавляя сверху петролейный эфир, который увлекает с собой разделяемые вещества по степени их адсорбируемости.

Примечание: Основные пигменты зеленого листа должны располагаться сверху вниз в виде окрашенных зон: 1 — желтая (ксантофилл β), 2 — желто-зеленая (хлорофиллин b), 3 — зелено-синяя (хлорофиллин a), 4 — желтая (ксантофилл), 5 — желтая (ксантофилл α'), 6 — желтая (ксантофилл α), 7 — красная (каротин). Ксантофиллы слабо адсорбируются, а каротин на крахмале вообще не адсорбируется. Для получения зоны адсорбции каротина в нижнюю часть колонки на ватный тампон помещают небольшой слой прокаленного оксида алюминия.

Зарисуйте и обозначьте зоны адсорбции для отдельных пигментов, различимые на полученной хроматограмме.

Вывод: _____

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 34
Тема: ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА И КЛАССИФИКАЦИЯ
ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА.
КОНДУКТОМЕТРИЯ. КУЛОНОМЕТРИЯ

Цель занятия:

сформировать знания: 1) об общей характеристике и сущности электрохимических методов анализа; 2) об основных закономерностях, лежащих в основе кондуктометрического, кулонометрического методов анализа; 3) о принципах измерения аналитического сигнала и расчета концентрации определяемого вещества, а также области практического применения;

приобрести навыки: 1) проведения расчетов, связанных с электрохимическими методами анализа; 2) проведения кондуктометрического определения электропроводности веществ.

Литература

[2] С. 391–406; [3] С. 195–212, 239–249; [5] С. 117–121, 124, 138; [12] С. 318–326, 334–338.

Вопросы для подготовки к занятию:

1. Виды и классификации электрохимических методов анализа.
2. Сущность методов без протекания электрохимических реакций на электродах электрохимической ячейки.
3. Кондуктометрический метод анализа. Прямая кондуктометрия.
4. Кондуктометрическое титрование: принцип метода, типы кривых кондуктометрического титрования, практическое применение. Понятие о высокочастотной кондуктометрии.
5. Кулонометрический метод анализа. Общая характеристика и классификация. Прямая кулонометрия.
6. Кулонометрическое титрование: принцип метода, измерение аналитического сигнала, практическое применение.

Основные расчетные формулы, необходимые при подготовке к занятию

Удельное сопротивление R — электрическое сопротивление материала при расстоянии между электродами площадью 1 см^2 , находящимися на расстоянии 1 см . Сопротивление связано с удельным сопротивлением следующими соотношениями:

$$R = \rho \frac{L}{S}.$$

Электропроводность или электрическая проводимость (G , сименс $\text{См} = \text{Ом}^{-1}$) — величина, обратная электрическому сопротивлению (R), а удельная электропроводность (κ) — величина, обратная удельному сопротивлению (ρ).

Удельная электропроводность — величина, обратная удельному сопротивлению ($\text{См}/\text{м}$ — Сименс на метр):

$$\kappa = \frac{1}{R} \cdot \frac{L}{S}.$$

Удельная электропроводность связана с молярной концентрацией эквивалента вещества ($\lambda, \text{См} \cdot \text{см}^2/\text{моль}$) соотношением:

$$\kappa = 10^{-3} \lambda \text{С}$$

Закон Кольрауша:

$$\lambda_{\infty} = \lambda_{\infty}^{+} + \lambda_{\infty}^{-}.$$

где λ_{∞} — предельная молярная эквивалентная электропроводность раствора электролита ($\text{См} \cdot \text{см}^2/\text{моль}$), λ_{∞}^{+} , λ_{∞}^{-} — величины для однозарядных катиона и аниона соответственно.

Объединенный закон Фарадея для электролиза:

$$m = \frac{M}{nF} \cdot Q = \frac{M \cdot I \cdot t}{nF},$$

где F — число Фарадея ($F=96487$ Кл/моль); Q — количество электричества ($I \cdot t$), необходимое для выделения на электроде m граммов вещества с молярной массой эквивалента, равной M/n (M — молярная масса определяемого вещества; n — число электронов, участвующих в электродной реакции).

Пример решения типовой задачи

Условие задачи. 0,585 г NaCl растворили в небольшом количестве воды и количественно перенесли в мерную колбу на 100 мл, довели объем раствора водой до метки. Электрическое сопротивление полученного раствора измерили с помощью плоских платиновых электродов с площадью поверхности 2 см^2 каждый, расположенных на расстоянии 1 см друг от друга. Электрическое сопротивление составило 46,7 Ом. Определить удельную электропроводность полученного раствора и сравнить ее значение с теоретической величиной для бесконечно разбавленного раствора.

Решение. Молярная концентрация NaCl в растворе составляет:

$$C_{\text{NaCl}} = \frac{m/M}{V} = \frac{0,585/58,5}{0,1} = 0,10 \text{ моль/л}$$

Измеренная электропроводность (удельная) указанного раствора равна:

$$\kappa = \frac{1}{R} \cdot \frac{L}{S} = \frac{1}{46,7} \cdot \frac{1}{2} = 0,0107 \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1} = 0,0107 \text{ См} \cdot \text{см}^{-1}.$$

где См — Сименс ($1 \text{ См} = 1 \text{ Ом}^{-1}$).

По закону Кольрауша для NaCl

$$\lambda_{\infty} = \lambda_{\infty}^{+} + \lambda_{\infty}^{-} = \lambda_{\infty \text{Na}^{+}}^{+} + \lambda_{\infty \text{Cl}^{-}}^{-} = 50,1 + 76,4 = 126,5 \text{ См} \cdot \text{см}^2/\text{моль}.$$

Исходя из экспериментального значения, полученного на основании R , можно рассчитать значение λ при указанной концентрации:

$$\lambda = 10^3 \cdot \frac{\kappa}{C} = 10^3 \cdot \frac{0,0107}{10^{-1}} = 107 \text{ См} \cdot \text{см}^2/\text{моль}.$$

Молярная электропроводность раствора NaCl в зависимости от концентрации при $25 \text{ }^{\circ}\text{C}$:

C , моль/л	0,001	0,005	0,01	0,02	0,05	0,1
λ , $\text{Ом}^{-1} \cdot \text{см}^2 \cdot \text{моль}^{-1}$	123,74	120,63	118,51	115,76	111,06	106,74

Сравнение данных по электропроводности при бесконечном разбавлении и при концентрациях и $10^{-4} \text{ М} - 10^{-1} \text{ М}$ позволяет сделать вывод о том, что λ совпадает со значением для предельно разбавленных растворов при концентрациях $\sim 10^{-3} \text{ М}$, а для концентрации $0,1 \text{ М}$ λ падает на $\sim 14 \%$.

$$\Delta = \frac{123,74 - 106,74}{123,74} \cdot 100 \% = 13,7 \%$$

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА
КОНДУКТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ

Цель работы: провести контроль качества образцов воды и раствора сахарозы кондуктометрическим методом.

Порядок выполнения работы

Электропроводность воды

Изучить правила работы с кондуктометром по инструкции по эксплуатации и видеоматериалам.

Получите у преподавателя образцы воды (или принести свой). Определите электропроводность данных образцов. Сделайте заключение о качестве воды.

Образец 1	Образец 2	Образец 3	Образец 4	Образец 5	Образец 6	Образец 7

Вывод: _____

Удельная электропроводность раствора сахарозы

Согласно ГФ РБ (раздел «Испытания») должна быть не более $35 \text{ мкСм} \cdot \text{см}^{-1}$ при температуре $20 \text{ }^\circ\text{C}$.

15,65 г испытуемого образца растворяют в воде, свободной от углерода диоксида, P , приготовленной из воды дистиллированной P , и доводят до объема 50 мл этим же растворителем. Измеряют электропроводность полученного раствора (C_1) при слабом перемешивании на магнитной мешалке и электропроводность воды, использованной для приготовления раствора (C_2). Показания прибора должны быть устойчивы ($\pm 1 \%$) в течение 30 с. Удельную электропроводность раствора испытуемого образца рассчитывают по формуле: $C_1 - 0,35 \cdot C_2$. Необходимо сравнить с фармакопейной нормой.

Расчеты:

Вывод: _____

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 35

Тема: ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД АНАЛИЗА. ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЯ

Цель занятия:

сформировать знания: 1) об устройстве и принципах работы электродов, используемых при потенциометрическом определении величины рН; 2) об основных закономерностях, лежащих в основе вольтамперометрического метода анализа.

Приобрести навыки: 1) проведения потенциометрического определения рН водных растворов сильных и слабых кислот и оснований; 2) обнаружения конечную точки титрования с помощью интегральной и дифференциальной кривых титрования.

Литература

[2] С. 391–411; [3] С. 213–238, 250–268; [5] С. 117–121, 124, 138; [12] С. 327–333, 339–348.

Вопросы для подготовки к занятию:

1. Потенциометрический метод анализа. Теоретические основы и классификация. Условия измерения аналитического сигнала. Общая характеристика используемых электродов.
2. Принцип работы, классификация и основные характеристики ионселективных электродов.
3. Способ определения концентрации вещества в прямой потенциометрии.
4. Потенциометрическое титрование. Принцип метода. Обнаружение конечной точки титрования с использованием кривой титрования, ее производных и методом Грана. Практическое применение.
5. Вольтамперометрический метод анализа. Полярография и собственно амперометрия. Условия, необходимые для вольтамперометрических измерений.
6. Полярографическая кривая. Полярографическая волна. Потенциал полуволны. Уравнение Ильковича. Применение полярографии в фармацевтическом анализе.
7. Современные разновидности вольтамперометрии. Амперометрическое титрование. Практическое применение вольтамперометрии.

Основные расчетные формулы, необходимые при подготовке к занятию

Потенциал ионоселективного электрода:

$$E = E'_0 + S \cdot \lg C_i,$$

где E — электродный потенциал используемого электрода; E'_0 — стандартный электродный потенциал используемого электрода; S — наклон градуировочной кривой электрода (наклон электродной функции); C_i — концентрация иона;

Уравнение Ильковича:

$$I_d = 607 \cdot nC \cdot D^{1/2} \cdot m^{2/3} \cdot \tau^{1/6} = K \cdot C,$$

где n — число электронов, участвующих в электрохимической реакции; D — коэффициент диффузии, $\text{см}^2 \cdot \text{с}^{-1}$; m — скорость вытекания ртути, $\text{мг} \cdot \text{с}^{-1}$; τ — время жизни капли (период капания), с; C — концентрация, ммоль/л; I — ток, мкА.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ pH.

ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ РАСТВОРОВ КИСЛОТ

Цель работы: определить pH раствора с помощью pH-метра; определить содержание кислот в смеси с помощью потенциометрического титрования.

Порядок выполнения работы

Определение ионов водорода в растворе методом прямой потенциометрии.

Основано на измерении электродвижущей силы гальванического элемента, в котором индикаторным электродом является стеклянный электрод, а электродов сравнения — хлоридсеребряный электрод. ЭДС такой цепи описывается уравнением

$$E = K - 0,059\text{pH},$$

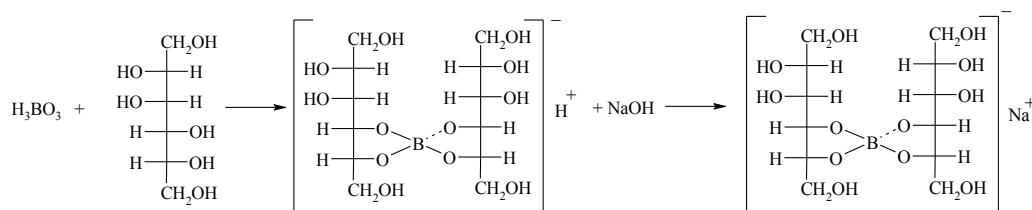
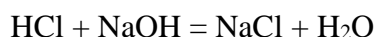
где постоянная K зависит от материала мембраны и природы электрода сравнения.

Для выполнения работы из стандарт-титров (фиксаналов) готовят по стандартной процедуре 0,1 М растворы HCl , H_2SO_4 , а также используют заранее приготовленные 0,1 М растворы H_3PO_4 , CH_3COOH , CH_3COONa .

№ п/п	Раствор	pH
	HCl	
	H ₂ SO ₄	
	H ₃ PO ₄	
	CH ₃ COONa	
	CH ₃ COOH+ CH ₃ COONa	
	NH ₃ ·H ₂ O	
	NaOH	

Измеряют ЭДС приготовленных растворов, тщательно промывая стакан (электрохимическую ячейку) и электроды водой перед заполнением ячейки каждым раствором. После установления показаний результаты определения записывают в таблицу:

Потенциометрическое титрование смеси хлористоводородной и борной кислот при их совместном присутствии в растворе.



Подготовить рН-метр к работе в соответствии с техническим описанием прибора.

В подготовленный стакан для титрования помещают магнитную мешалку, вносят аликвоту (10 мл) анализируемого раствора и разбавляют небольшим количеством воды в учет правила погружения стеклянного рН-электрода. Стакан с титруемым раствором устанавливают на мешалку и погружают электрод в раствор, перемещая его с помощью держателя на штативе. Устанавливают бюретку в положение, удобное для титрования, и включают магнитную мешалку.

Проводят ориентировочное титрование, добавляя титрант равномерными порциями по 1 мл и измеряя рН после каждой партии титранта. Результаты заносят в таблицу.

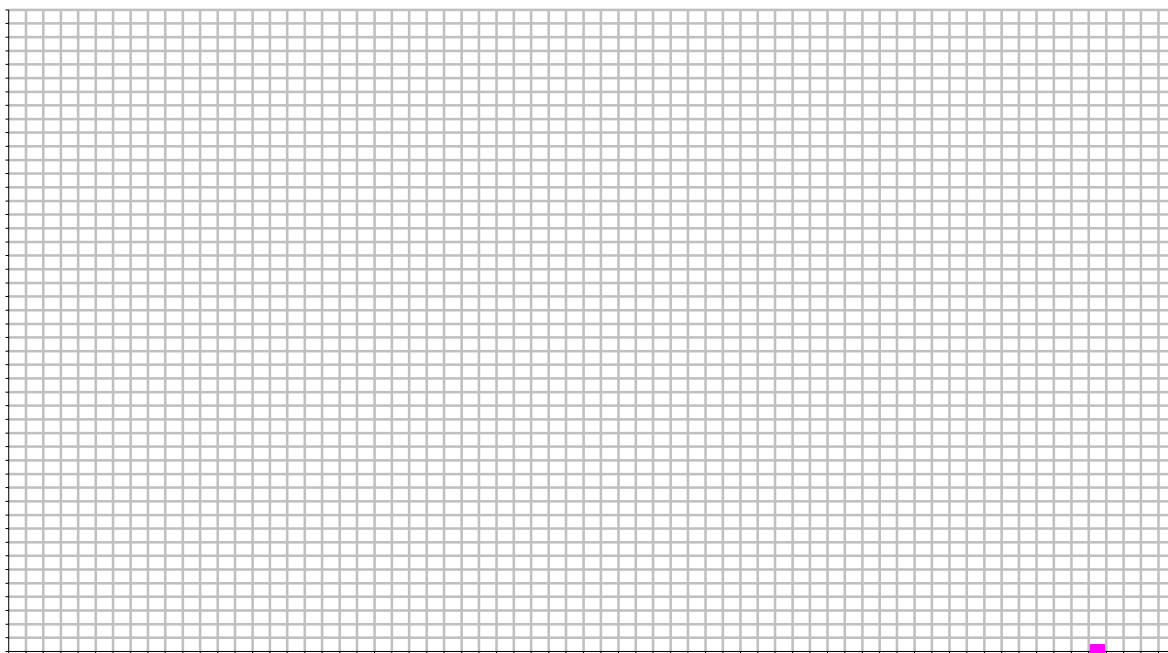
V _{NaOH} , мл																	
pH																	
ΔV																	
ΔpH																	
ΔpH/ΔV																	

По первому максимальному значению ΔрН обнаруживают первый скачок, соответствующий титрованию HCl, после очередной порции титранта после скачка титрования к раствору добавляют 1 г маннита. Записывают значение рН при том же объеме щелочи и продолжают титрование порциями по 1 мл NaOH до обнаружения второго резкого изменения рН (второго максимального ΔрН), соответствующего скачку титрования маннитоборной кислоты.

Выполняют точное титрование новой аликвоты раствора при тех же условиях, прибавляя титрант в области конечных точек титрования порциями по 0,1 мл. Результаты заносят в таблицу, выполняя дополнительные расчеты ΔрН/ΔV.

V _{NaOH} , мл																	
pH																	
ΔV																	
ΔpH																	
ΔpH/ΔV																	

Объемы первой и второй точек эквивалентности находят из дифференциальных кривых.



Используя найденные объемы щелочи, израсходованные на титрование HCl и H_3BO_3 . Рассчитывают их содержание в полученном растворе (г/л)

Расчеты:

Вывод: _____

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 36
Тема: ИТОГОВОЕ ЗАНЯТИЕ ПО ТЕМАМ
«ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ И ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА»,
«РАДИОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА»

Цель занятия:

закрепить знания о хроматографических и электрохимических методах анализа.

Литература

См. литературу к занятиям №№ 30–35.

Вопросы для подготовки к итоговому занятию:

1. Хроматография. Принцип метода. Классификация хроматографических методов.

2. Хроматографические параметры: основные характеристики внешней хроматограммы, характеристики удерживания, характеристики, используемые для количественного определения веществ.

3. Теории хроматографического разделения. Теория хроматографических тарелок. Кинетическая теория (уравнение Ван-Деемтера).

4. Газовая хроматография. Общая характеристика и классификация. Устройство и принцип работы газового хроматографа.

5. Особенности газотвердофазной и газожидкостной хроматографии. Характеристика подвижных, неподвижных фаз и носителей. Практическое применение.

6. Жидкостная хроматография. Общая характеристика и классификация. Практическое применение высокоэффективной жидкостной хроматографии в фармацевтическом анализе.

7. Устройство и принцип работы жидкостного хроматографа.

8. Плоскостная хроматография (бумажная, тонкослойная). Характеристики подвижных и неподвижных фаз. Методика получения плоскостной хроматограммы.

9. Анализ плоскостной хроматограммы. Практическое применение бумажной и тонкослойной хроматографии.

10. Эксклюзионная хроматография. Механизм разделения, характеристика используемых твердых носителей и растворителей. Практическое применение.

11. Ионообменная хроматография. Характеристика неподвижных и подвижных фаз. Ионообменное равновесие.

12. Практическое применение ионообменной хроматографии. Понятие об ионной и ион-парной хроматографии.

13. Сочетание масс-спектрометрии и газовой или жидкостной хроматографии. Устройство приборов. Способы ионизации. Масс-анализаторы. Интерфейс как связующее звено между хроматографом и масс-спектрометром.

14. Общая характеристика и классификация электрохимических методов анализа. Принцип работы электрохимической ячейки.

15. Потенциометрический метод анализа. Теоретические основы и классификация. Условия измерения аналитического сигнала. Общая характеристика используемых электродов.

16. Принцип работы, классификация и основные характеристики ионоселективных электродов. Способы определения концентрации вещества в прямой потенциометрии.

17. Потенциометрическое титрование Принцип метода. Обнаружение конечной точки титрования с использованием кривой титрования, ее производных, а также методом Грана. Практическое применение.

18. Кулонометрический метод анализа. Общая характеристика и классификация. Прямая кулонометрия. Измерение аналитического сигнала. Практическое применение.

19. Кулонометрическое титрование Принцип метода. Измерение аналитического сигнала. Практическое применение.

20. Кондуктометрический метод анализа. Теоретические основы и классификация. Измерение аналитического сигнала. Практическое применение прямой кондуктометрии.

21. Кондуктометрическое титрование. Принцип метода. Практическое применение. Понятие о высокочастотной кондуктометрии.

22. Амперометрическое титрование. Принцип метода. Условия проведения титрования. Практическое применение. Амперометрическое титрование с двумя индикаторными электродами.

23. Вольтамперометрический метод анализа. Общая характеристика и классификация: полярография и собственно вольтамперометрия. Измерение аналитического сигнала. Условия, необходимые для вольтамперометрических измерений.

24. Практическое применение вольтамперометрии. Современные разновидности вольтамперометрии.

25. Полярографическая кривая. Полярографическая волна. Потенциал полуволны. Диффузионный ток. Уравнение Ильковича.
26. Радиометрические методы анализа. Основные понятия радиометрии. Измерения радиоактивности. Основные методы.

ЛАБОРАТОРНОЕ ЗАНЯТИЕ № 37
Тема: ИТОГОВОЕ ЗАНЯТИЕ ПО ЛАБОРАТОРНЫМ РАБОТАМ
(СДАЧА ПРАКТИЧЕСКИХ НАВЫКОВ)

Цель занятия:

проверка приобретенных в течение учебного года практических навыков выполнения лабораторных работ по аналитической химии.

Перечень практических навыков:

1. Идентификация неорганического вещества, в состав которого могут входить ионы: катионы – калия, натрия, кальция, бария, магния, аммония, свинца, цинка, серебра, железа, висмута, меди, алюминия и анионы – хлориды, бромиды, йодиды, карбонаты и гидрокарбонаты, сульфаты.
2. Приготовление и стандартизация раствора кислоты хлористоводородной.
3. Определение концентрации раствора щелочи.
4. Проведение анализа смеси карбоната и гидрокарбоната щелочного металла.
5. Приготовление и стандартизация раствора ЭДТА.
6. Комплексометрическое определение хлорида кальция.
7. Комплексометрическое определение сульфата цинка.
8. Приготовление и стандартизация раствора тиосульфата натрия.
9. Приготовление и стандартизация раствора йода.
10. Йодометрическое определение аскорбиновой кислоты.
11. Стандартизация раствора перманганата калия.
12. Перманганатометрическое определение пероксида водорода.
13. Приготовление и стандартизация раствора натрия нитрита.
14. Нитритометрическое определение новокаина гидрохлорида.
15. Фотометрическое определение цианкобаламина.
16. Спектрофотометрическое определение нитрофурала.
17. Спектрофотометрическое определение прокаина гидрохлорида (новокаина).
18. Рефрактометрическое определение концентрации сульфата магния.
19. Рефрактометрическое определение концентрации хлорида кальция.
20. Поляриметрическое определение раствора сахарозы.
21. Определение рН раствора и электропроводности воды.
22. Потенциометрическое титрование смеси кислот.

Лабораторная работа (уравнения реакций, расчеты, аналитический эффект, наблюдения, пометки и т. п.)

Вывод (с ответом при необходимости):

СПИСОК ВОПРОСОВ К ЭКЗАМЕНУ

Общие вопросы аналитической химии. Расчет pH. Химические равновесия.

Хемотриметрия. Способы разделения и концентрирования

1. Предмет аналитической химии. Аналитическая служба. Принцип, метод и методика анализа. Виды анализа. Методы аналитической химии.
2. Систематический метод анализа. Дробный метод анализа. Способы устранения мешающего влияния ионов.
3. Понятие об органических реагентах. Функционально-аналитическая группировка. Классификация органических реагентов. Важнейшие органические реагенты, используемые в химическом анализе.
4. Общая характеристика химического равновесия. Константа химического равновесия. Виды констант химического равновесия, используемые в аналитической химии.
5. Активность и коэффициент активности. Ионная сила раствора. Зависимость активности сильного электролита от ионной силы раствора.
6. Общие принципы расчета состава равновесных систем. Общая и равновесная концентрации, молярная доля формы вещества. Уравнения материального баланса и электронейтральности. Понятие о способах графического описания равновесий.
7. Важнейшие теории кислот и оснований. Количественное описание силы кислот и оснований
8. Нивелирующее и дифференцирующее действие растворителя. Сильные и слабые кислоты и основания.
9. Влияние растворителя на кислотно-основные свойства растворенного вещества. Протонные и апротонные растворители. Классификация растворителей по кислотно-основным свойствам и полярности. Автопротолиз растворителя.
10. Водородный показатель. Расчет pH водных растворов сильных и слабых кислот, а также смесей нескольких кислот.
11. Расчет pH водных растворов сильных и слабых оснований, амфолитов и смесей нескольких оснований.
12. Кислотно-основные буферные растворы. Общая характеристика. Принцип действия. Расчет pH буферного раствора. Буферная емкость.
13. Расчет состава равновесных смесей протолитов при заданном значении pH.
14. Произведение растворимости. Использование произведения растворимости для определения возможности выпадения осадка. Растворимость. Связь ионной и молекулярной растворимости вещества с произведением растворимости.
15. Влияние различных факторов (природа растворяемого вещества и растворителя, температура, ионная сила, присутствие общего иона, побочные реакции) на растворимость малорастворимых электролитов. Общие принципы растворения осадков малорастворимых электролитов.
16. Общая характеристика окислительно-восстановительных равновесий. Электродный потенциал. Стандартный электродный потенциал полуреакции. ЭДС реакции.
17. Уравнение Нернста. Формальный электродный потенциал. Константа равновесия окислительно-восстановительной реакции.
18. Влияние различных факторов (температура, посторонние ионы, pH, побочные реакции) на протекание окислительно-восстановительных реакций.
19. Основные понятия, связанные с комплексными соединениями. Классификация комплексных соединений. Константы равновесия, используемые для характеристики комплексных соединений. Кинетическая устойчивость комплексных соединений.
20. Влияние концентрации реагирующих веществ на комплексообразование. Расчет молярных долей свободных ионов металла и комплексов в равновесной смеси. Функция закомплексованности. Среднее лигандное число.

21. Влияние различных факторов (природа комплексообразователя и лигандов, температура, ионная сила, побочные реакции) на процесс комплексообразования и устойчивость комплексных соединений.

22. Проба. Виды проб. Отбор пробы и ее усреднение. Причины погрешностей при отборе проб.

23. Разложение пробы. Разложение проб путем растворения, сплавления и озоления. Нежелательные процессы, происходящие при разложении пробы.

24. Понятие об аналитическом сигнале. Эталонные и безэталонные методы количественного анализа. Стандартные вещества и стандартные образцы.

25. Способы расчета концентрации вещества по величине аналитического сигнала.

26. Аналитические реакции. Важнейшие характеристики аналитической реакции (избирательность, предел обнаружения).

27. Основные характеристики аналитической методики: предел обнаружения, предел определения, границы определяемых содержаний, чувствительность, воспроизводимость, правильность.

28. Пример статистической обработки и представления результатов анализа. Обнаружение грубых погрешностей (промахов). Сравнение воспроизводимости и средних значений результатов анализа.

29. Понятие «неопределенность измерения» и «погрешность измерения». Виды погрешностей. Основные понятия математической статистики, используемые в аналитической химии.

30. Влияние различных факторов на процесс экстракции. Способы осуществления экстракции.

31. Общая характеристика и классификация методов разделения и концентрирования.

32. Основные понятия, используемые в методе жидкость-жидкостной экстракции. Количественные характеристики экстракционного равновесия.

Гравиметрия. Титриметрические методы анализа

33. Характеристика мерной посуды, используемой для точного измерения объема жидкости. Очистка мерной посуды и подготовка ее к работе. Правила работы с мерной посудой. Проверка вместимости мерной посуды.

34. Общая характеристика гравиметрии. Виды гравиметрических определений. Осаждаемая и гравиметрическая формы. Основные этапы методики гравиметрического определения методом осаждения. Гравиметрия в фармацевтическом анализе.

35. Понятие о механизме образования осадка. Образование первичных центров кристаллизации. Относительное пересыщение и его влияние на характер образующегося осадка. Коллоидная стадия образования малорастворимого соединения.

36. Основные процессы, приводящие к загрязнению осадка. Их причины и способы устранения. Основные понятия, связанные с титриметрическими методами анализа. Классификация титриметрических методов анализа и способов титрования.

37. Титранты и стандартные вещества в титриметрических методах анализа. Способы описания количественного состава растворов. Расчеты в титриметрических методах анализа.

38. Общая характеристика и классификация индикаторов. Кислотно-основные индикаторы. Интервал перехода окраски кислотно-основных индикаторов.

39. Принцип кислотно-основного титрования. Ацидиметрия и алкалиметрия. Приготовление и стандартизация растворов титрантов кислотно-основного титрования. Определяемые вещества.

40. Факторы, влияющие на величину скачка кислотно-основного титрования. Систематические и случайные индикаторные погрешности кислотно-основного титрования.

41. Способы титриметрического определения солей аммония. Определение азота в органических соединениях методом Кьельдаля. Определение борной кислоты.

42. Практическое применение кислотно-основного неводного титрования в фармацевтическом анализе. Растворители, титранты, стандартные вещества и индикаторы
43. Кривые титрования слабой кислоты сильным основанием и слабого основания сильной кислотой.
44. Понятие о кривой титрования. Степень оттитрованности. Кривые титрования сильной кислоты сильным основанием и сильного основания сильной кислотой.
45. Титрование многоосновных кислот и многокислотных оснований. Анализ смеси гидроксида и карбоната щелочного металла, смеси карбоната и гидрокарбоната. Титрование в неводных средах. Критерии выбора растворителя для кислотно-основного титрования. Константа титрования.
46. Общая характеристика и классификация методов комплексометрического титрования. Меркуриметрическое титрование.
47. Общая характеристика комплексометрического титрования. Характеристика свойств этилендиаминтетрауксусной кислоты и ее взаимодействие с катионами металлов.
48. Способы обнаружения конечной точки титрования в комплексометрии. Металлоиндикаторы. Общая характеристика, классификация, взаимодействие с ионами металлов.
49. Кривая комплексометрического титрования. Факторы, влияющие на величину скачка титрования.
50. Титранты комплексометрического титрования. Стандартные вещества. Способы комплексометрического титрования и его применение в фармацевтическом анализе. Определяемые вещества.
51. Общая характеристика и классификация методов осадительного титрования. Меркурометрическое титрование.
52. Кривая аргентометрического титрования. Факторы, влияющие на величину скачка титрования. Определяемые вещества.
53. Обнаружение конечной точки аргентометрического титрования: методы Мора, Фольгарда и Фаянса. Титранты аргентометрического титрования и его применение в фармацевтическом анализе. Стандартные вещества.
54. Общая характеристика и классификация методов окислительно-восстановительного титрования. Кривая окислительно-восстановительного титрования. Факторы, влияющие на величину скачка титрования.
55. Способы обнаружения конечной точки окислительно-восстановительного титрования. Окислительно-восстановительные индикаторы. Систематические индикаторные погрешности.
56. Практическое применение иодометрического титрования. Определение воды методом Карла Фишера. Определение активного хлора.
57. Иодометрическое титрование. Принцип метода. Условия проведения титрования. Титранты, стандартные вещества. Обнаружение конечной точки титрования. Определяемые вещества.
58. Иодатометрическое титрование. Принцип метода. Условия проведения титрования. Титранты, стандартные вещества. Обнаружение конечной точки титрования. Практическое применение. Определяемые вещества.
59. Хлориодометрическое титрование. Принцип метода. Условия проведения титрования. Титранты, стандартные вещества. Обнаружение конечной точки титрования. Практическое применение. Определение иодного числа. Определяемые вещества.
60. Нитритометрическое титрование. Принцип метода. Условия проведения титрования. Титранты, стандартные вещества. Обнаружение конечной точки титрования. Практическое применение. Определяемые вещества.
61. Дихроматометрическое титрование. Принцип метода. Условия проведения титрования. Титранты, стандартные вещества. Обнаружение конечной точки титрования. Практическое применение. Определяемые вещества.

62. Броматометрическое титрование. Принцип метода. Условия проведения титрования. Титранты, стандартные вещества. Обнаружение конечной точки титрования. Практическое применение. Определяемые вещества.

63. Перманганатометрическое титрование. Принцип метода. Условия проведения титрования. Титранты, стандартные вещества. Обнаружение конечной точки титрования. Практическое применение. Определяемые вещества.

64. Цериметрическое титрование. Принцип метода. Условия проведения титрования. Титранты, стандартные вещества. Обнаружение конечной точки титрования. Практическое применение. Определяемые вещества.

Инструментальные методы анализа

Спектрофотометрические методы

65. Общая характеристика и классификация спектроскопических методов анализа. Природа и свойства электромагнитного излучения. Отклонения от основного закона светопоглощения. Молярный и удельный коэффициент светопоглощения.

66. Абсорбционные спектроскопические методы анализа. Основной закон поглощения электромагнитного излучения. Пропускание и оптическая плотность.

67. Атомно-абсорбционная спектроскопия. Процессы, приводящие к возникновению аналитического сигнала. Измерение аналитического сигнала. Практическое применение.

68. ИК-спектроскопия. Процессы, приводящие к возникновению аналитического сигнала. Измерение аналитического сигнала. Практическое применение.

69. Молекулярная абсорбционная спектроскопия в УФ- и видимой области (спектрофотометрия, фотометрия). Процессы, приводящие к возникновению аналитического сигнала. Измерение аналитического сигнала

70. Основные приемы, используемые в спектрофотометрическом анализе: разностная, производная и многоволновая спектрофотометрия.

71. Основные приемы, используемые в спектрофотометрическом анализе: прямая спектрофотометрия, фотометрические реакции, экстракционная фотометрия, фотометрическое титрование. Люминесцентные методы анализа. Классификация, причина возникновения, основные характеристики и закономерности люминесценции. Влияние различных факторов на интенсивность флуоресценции растворов.

72. Устройство и принцип работы приборов, применяемых для измерения флуоресценции. Основные приемы, используемые в люминесцентных методах анализа.

73. Атомно-эмиссионная спектроскопия. Процессы, приводящие к возникновению аналитического сигнала. Измерение аналитического сигнала. Практическое применение.

74. Рефрактометрия и поляриметрия. Принцип получения аналитического сигнала. Основные приборы и принцип их устройства. Использование в фармацевтическом анализе.

75. Турбидиметрия, нефелометрия. Принцип получения аналитического сигнала. Основные приборы и принцип их устройства. Использование в фармацевтическом анализе.

76. Спектроскопия комбинационного рассеяния света. Гигантское комбинационное рассеяние света. Принцип получения аналитического сигнала. Основные приборы и принцип их устройства. Перспективы использования в фармацевтическом анализе.

Хроматографические методы анализа

77. Хроматография. Принцип метода. Классификация хроматографических методов.

78. Хроматографические параметры: основные характеристики внешней хроматограммы, характеристики удерживания, характеристики, используемые для количественного определения веществ.

79. Теории хроматографического разделения. Теория хроматографических тарелок. Кинетическая теория (уравнение Ван-Деемтера).

80. Газовая хроматография. Общая характеристика и классификация. Устройство и принцип работы газового хроматографа.

81. Особенности газотвердофазной и газожидкостной хроматографии. Характеристика подвижных, неподвижных фаз и носителей. Практическое применение
82. Жидкостная хроматография. Общая характеристика и классификация. Практическое применение высокоэффективной жидкостной хроматографии в фармацевтическом анализе.
83. Устройство и принцип работы жидкостного хроматографа.
84. Плоскостная хроматография (бумажная, тонкослойная). Характеристики подвижных и неподвижных фаз. Методика получения плоскостной хроматограммы.
85. Анализ плоскостной хроматограммы. Практическое применение бумажной и тонкослойной хроматографии.
86. Эксклюзионная хроматография. Механизм разделения, характеристика используемых твердых носителей и растворителей. Практическое применение.
87. Ионообменная хроматография. Характеристика неподвижных и подвижных фаз. Ионообменное равновесие.
88. Практическое применение ионообменной хроматографии. Понятие об ионной и ион-парной хроматографии.
89. Сочетание масс-спектрометрии и газовой или жидкостной хроматографии. Устройство приборов. Способы ионизации. Масс-анализаторы. Интерфейс как связующее звено между хроматографом и масс-спектрометром.

Электрохимические методы анализа

90. Общая характеристика и классификация электрохимических методов анализа. Принцип работы электрохимической ячейки.
91. Потенциометрический метод анализа. Теоретические основы и классификация. Условия измерения аналитического сигнала. Общая характеристика используемых электродов.
92. Принцип работы, классификация и основные характеристики ионоселективных электродов. Способы определения концентрации вещества в прямой потенциометрии.
93. Потенциометрическое титрование Принцип метода. Обнаружение конечной точки титрования с использованием кривой титрования, ее производных, а также методом Грана. Практическое применение.
94. Кулонометрический метод анализа. Общая характеристика и классификация. Прямая кулонометрия. Измерение аналитического сигнала. Практическое применение.
95. Кулонометрическое титрование Принцип метода. Измерение аналитического сигнала. Практическое применение.
96. Кондуктометрический метод анализа. Теоретические основы и классификация. Измерение аналитического сигнала. Практическое применение прямой кондуктометрии.
97. Кондуктометрическое титрование. Принцип метода. Практическое применение. Понятие о высокочастотной кондуктометрии.
98. Амперометрическое титрование. Принцип метода. Условия проведения титрования. Практическое применение. Амперометрическое титрование с двумя индикаторными электродами.
99. Вольтамперометрический метод анализа. Общая характеристика и классификация: полярография и собственно вольтамперометрия. Измерение аналитического сигнала. Условия, необходимые для вольтамперометрических измерений.
100. Практическое применение вольтамперометрии. Современные разновидности вольтамперометрии.
101. Полярографическая кривая. Полярографическая волна. Потенциал полуволны. Диффузионный ток. Уравнение Ильковича.
102. Радиометрические методы анализа. Основные понятия радиометрии. Измерения радиоактивности. Основные методы.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

Основная

1. *Жебентяев, А. И.* Аналитическая химия. Химические методы анализа : учеб. пособие / А. И. Жебентяев, А. К. Жерносек, И. Е. Талуть. 2-е изд. Москва : НИЦ ИНФРА-М ; Минск : Новое знание, 2020. 542 с.
2. *Жебентяев, А. К.* Аналитическая химия. Практикум / А. И. Жебентяев, А. К. Жерносек, И. Е. Талуть. Минск : Новое знание ; Москва : ИНФРА-М, 2013. 429 с.
3. *Жебентяев, А. И.* Аналитическая химия. Инструментальные методы анализа : учеб. пособие / А. И. Жебентяев, А. К. Жерносек, И. Е. Талуть. Минск : Новое знание ; Москва : ИНФРА-М, 2021. 360 с.
4. *Жебентяев, А. И.* Аналитическая химия. Хроматографические методы анализа / А. И. Жебентяев. Минск : Новое знание ; Москва : ИНФРА-М, 2013. 206 с.

Дополнительная

5. *Жебентяев, А. И.* Аналитическая химия в вопросах, задачах и тестовых заданиях : пособие для студентов учреждений высш. образования, обучающихся по специальности 1-79 01 08 «Фармация» / А. И. Жебентяев, А. К. Жерносек, И. Е. Талуть. Витебск : ВГМУ, 2019. 183 с.
6. *Харитонов, Ю. А.* Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ : учеб. пособие / Ю. А. Харитонов, В. Ю. Краснюк, И. И. Григорьева. 8-е изд. Москва : ГЭОТАР-Медиа, 2022. 688 с.
7. *Гармаш, А. В.* Аналитическая химия. В 3 т. Т. 1. Химические методы анализа : учеб. пособие / А. В. Гармаш, Ю. М. Глубоков, А. А. Ищенко. Москва : Физматлит, 2019. 456 с.
8. *Ищенко, А. А.* Аналитическая химия. В 3 т. Т. 2. Часть 1. Инструментальные методы анализа : учеб. пособие / А. А. Ищенко, М. А. Алов, Н. В. Гольдштрах. Москва : Физматлит, 2019. 472 с.
9. *Золотов, Ю. А.* Основы аналитической химии. Задачи и вопросы : учеб. пособие / Ю. А. Золотов, Т. Н. Шеховцова, К. В. Осолок. 3-е изд. Москва : Лаборатория знаний, 2020. 413 с.
10. *Государственная фармакопея Республики Беларусь. (ГФ РБ II) : разработана на основе Европейской фармакопеи. В 2 т. Т. 1 : Общие методы контроля качества лекарственных средств / М-во здравоохранения Респ. Беларусь, Центр экспертиз и испытаний в здравоохранении; под общ. ред. А. А. Шерякова. Молодечно : Победа, 2012. 1220 с.*
11. *Государственная фармакопея Республики Беларусь. (ГФ. РБ II) : разработана на основе Европейской фармакопеи. В 2 т. Т. 2 : Контроль качества субстанций для фармацевтического использования и лекарственного растительного сырья / М-во здравоохранения Респ. Беларусь, Центр экспертиз и испытаний в здравоохранении; под общ. ред. С. И. Марченко. Молодечно : Победа, 2016. 1368 с.*
12. *Жерносек, А. К.* Аналитическая химия для будущих провизоров. В 2 ч. Ч. 1 / А. К. Жерносек, И. Е. Талуть ; под ред. А. И. Жебентяева. Витебск : ВГМУ, 2003. 360 с.
13. *Беляцкий, В. Н.* Основы методов атомно-абсорбционной и атомно-эмиссионной спектроскопии / В. Н. Беляцкий. Минск : БГМУ, 2015. 40 с.
14. *Лурье, Ю. Ю.* Справочник по аналитической химии / Ю. Ю. Лурье. Москва : Химия, 1989. 454 с.
15. *Основы аналитической химии. В 2 кн. Книга 2. Методы химического анализа : учеб. для вузов / Ю. А. Золотов [и др.] ; под ред. Ю. А. Золотова. 3-е изд., перераб. и доп. Москва : Высш. школа, 2004. 503 с.*
16. *Харитонов, Ю. Я.* Аналитическая химия. В 2 кн. Книга 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа : учеб. для вузов / Ю. Я. Харитонов. 2-е изд., испр. Москва : Высш. школа, 2003. 559 с.
17. *Жебентяев, А. И.* Электрохимические методы анализа : пособие для студентов учреждений высшего образования, обучающихся по специальности 1-79 01 08 «Фармация» / А. И. Жебентяев, А. К. Жерносек, И. Е. Талуть. Витебск : ВГМУ, 2016. 106 с.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Учебно-учетная карта	3
Лабораторное занятие № 20. Тема: Общая характеристика методов окислительно-восстановительного титрования. Йодометрическое титрование. Хлорйодометрическое титрование.....	5
Лабораторное занятие № 21. Тема: Нитритометрическое титрование. Дихроматометрическое титрование. Йодатометрическое титрование.....	8
Лабораторное занятие № 22. Тема: Перманганатометрическое титрование. Броматометрическое титрование. Цериметрическое титрование.....	11
Лабораторное занятие № 23. Тема: Итоговое занятие по темам «Окислительно-восстановительные равновесия и титрования».....	14
Лабораторное занятие № 24. Тема: Общая характеристика инструментальных методов анализа. Основной закон поглощения электромагнитного излучения. Методы расчета концентрации вещества по величине аналитического сигнала	17
Лабораторное занятие № 25. Тема: Атомно-абсорбционная спектрометрия. Инфракрасная спектрометрия.....	20
Лабораторное занятие № 26. Тема: Молекулярная абсорбционная спектрометрия в ультрафиолетовой и видимой области.....	22
Лабораторное занятие № 27. Тема: Атомно-эмиссионная спектрометрия. Люминесцентная спектрометрия.....	24
Лабораторное занятие № 28. Тема: Оптические методы, не связанные с поглощением или испусканием излучения.....	27
Лабораторное занятие № 29. Тема: Итоговое занятие по темам «Спектрометрические методы анализа».....	29
Лабораторное занятие № 30. Тема: Общая характеристика и теоретические основы хроматографических методов анализа.....	30
Лабораторное занятие № 31. Тема: Газовая хроматография	34
Лабораторное занятие № 32. Тема: Жидкостная хроматография: тонкослойная хроматография, колоночная и ВЭЖХ	37
Лабораторное занятие № 33. Тема: Жидкостная хроматография: другие виды хроматографии	40
Лабораторное занятие № 34. Тема: Общая характеристика и классификация электрохимических методов анализа. Кондуктометрия. Кулонометрия	42
Лабораторное занятие № 35. Тема: Потенциометрический метод анализа. Вольтамперометрия	44
Лабораторное занятие № 36. Тема: Итоговое занятие по темам «Хроматографические и электрохимические методы анализа», «Радиометрические методы анализа».....	47
Лабораторное занятие № 37. Тема: Итоговое занятие по лабораторным работам (сдача практических навыков).....	49
Список вопросов к экзамену	51
Список использованной литературы.....	56

Учебное издание

Беляцкий Владимир Николаевич
Лукашов Роман Игоревич

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Практикум для студентов фармацевтического факультета

В двух частях

Часть 2

Ответственный за выпуск Р. И. Лукашов
Компьютерная верстка А. В. Янушкевич

Подписано в печать 29.02.24. Формат 60×84/8. Бумага «Снегурочка».
Ризография. Гарнитура «Times».
Усл. печ. л. 6,97. Уч.-изд. л. 3,01. Тираж 127 экз. Заказ 108.

Издатель и полиграфическое исполнение: учреждение образования
«Белорусский государственный медицинский университет».
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя,
распространителя печатных изданий № 1/187 от 24.11.2023.
Ул. Ленинградская, 6, 220006, Минск.