

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ УКРАИНЫ  
Запорожский государственный медицинский университет  
Кафедра аналитической химии

## **ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

### **Модуль 2**

## **ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА** (конспект)

### **Смысловой модуль 4**

Учебно-методическое пособие  
для преподавателей и студентов 2 курса  
специальностей «Фармация» и «ТПКС»

Запорожье 2016

Учебно-методическое пособие составили:

доктор фармацевтических наук, профессор С. А. Васюк;  
кандидат фармацевтических наук А. С. Коржова.

Рецензенты:

доктор фармацевтических наук, профессор, профессор кафедры  
фармацевтической химии С. И. Коваленко;  
доктор фармацевтических наук, профессор, заведующий кафедрой  
токсикологической и неорганической химии А. И. Панасенко.

Учебно-методическое пособие утверждено:

на заседании Цикловой методической комиссии физико-химических  
дисциплин Запорожского государственного медицинского университета  
(протокол № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_),  
на заседании Центрального методического совета Запорожского  
государственного медицинского университета (протокол № \_\_\_\_\_ от  
\_\_\_\_\_).

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Аналитическая химия изучается согласно утвержденной типовой программы 2010 года для студентов ВУЗов III-IV уровней аккредитации Украины для специальности 7.110201 «Фармация», соответственно образовательно-квалификационной характеристики и образовательно-профессиональной программы подготовки специалистов, утвержденных приказом МОН Украины от 16.04.2003 года № 239.

Обучение осуществляется в соответствии с учебным планом подготовки специалистов по специальности «Фармация», утвержденным приказом МЗ Украины № 931 от 07.12.2009 года.

Согласно учебного плана аналитическую химию изучают в III и IV семестрах.

Программа дисциплины структурирована на 3 модуля: модуль 1 – «Качественный анализ», модуль 2 – «Количественный анализ», модуль 3 – «Инструментальные методы анализа».

Модуль 3 состоит из двух смысловых модулей:

1. Оптические методы анализа.
2. Электрохимические и хроматографические методы анализа.

## Занятие № 1

**1. ТЕМА:** Оптические методы анализа. Фотоколориметрия и спектрофотометрия. Условия фотометрического определения

**2. ЦЕЛЬ:** Изучить теоретические основы молекулярной абсорбционной спектроскопии. Научиться выбирать оптимальные условия фотометрического определения

**3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:**

3.1. Усвоить теоретические основы оптических методов анализа.

3.2. Научиться находить и рассчитывать основные характеристики поглощения светового излучения.

3.3. Овладеть техникой измерения оптической плотности растворов с помощью колориметра фотоэлектрического концентрационного КФК-2.

3.4. Научиться обоснованно выбирать фотометрические реакции и подбирать оптимальные условия проведения фотометрических определений.

**4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:**

4.1. Организационный момент.....5 мин

4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....5 мин

4.3. Выявление исходного уровня знаний.....20 мин

4.4. Коррекция исходного уровня знаний.....45 мин

4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности).....5 мин

4.6. Лабораторная работа.....135 мин

4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....20 мин

4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....5 мин

**5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:**

5.1. Повторить из курса качественного анализа характерные реакции на катионы  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ .

5.2. Изучить программный материал по данной теме, пользуясь рекомендуемой литературой и лекциями.

## Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Сущность оптических методов анализа и их классификация (по изучаемым объектам, по характеру взаимодействия электромагнитного излучения с веществом, по области используемого электромагнитного спектра).
2. Молекулярная абсорбционная спектрофотометрия – сущность и основные понятия (пропускание, оптическая плотность, молярный и удельный коэффициенты поглощения, связь между коэффициентами поглощения).
3. Важнейшие законы светопоглощения: закон Бугера-Ламберта, закон Бера, объединенный основной закон Бугера-Ламберта-Бера. Условия соблюдения основного закона светопоглощения. Причины отклонений от основного закона светопоглощения. Правило аддитивности оптических плотностей.
4. Фотометрические реакции, требования, предъявляемые к ним и фотометрическим реагентам.
5. Выбор оптимальных условий проведения фотометрического определения.

### 5.3. Решить задачи:

**Задача 1.** Оптическая плотность раствора при некоторой длине волны найдена равной 0,562. Рассчитайте пропускание того же раствора в процентах.

Ответ: 27,41%.

**Задача 2.** Вычислите молярный и удельный коэффициенты поглощения комплекса железа(II) с 1,10-фенантролином, если при содержании в растворе 9,6 мг/л  $Fe^{2+}$  и измерении в кювете с толщиной 2 см оптическая плотность равна 0,427.

Ответ: 1241, 222.

**Задача 3.** Для окрашенного продукта реакции кислоты глутаминовой с 1,3-диметилаллоксаном при длине волны 487 нм получены следующие результаты:

№ опыта	C, мг/100 мл	A
1	0,4	0,302
2	0,6	0,447
3	0,8	0,592
4	1,0	0,735
5	1,2	0,888
6	1,4	1,040
7	1,6	1,104

Определить границы концентраций, в которых соблюдается подчиняемость светопоглощения закону Бугера-Ламберта-Бера:

- а) построив калибровочный график,
- б) рассчитав значения удельных показателей поглощения.

### Литература:

1. Алексеев В.Н. Количественный анализ. – М.: Химия, 1972. – С. 458-486.
2. Булатов М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа. – 5-е изд. – Л.: Химия, 1986. – 432 с.
3. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 50-90.
4. Основы аналитической химии / Ю.А.Золотов, Е.Н.Дорохова, В.И.Фадеева и др. / Под ред. Ю.А.Золотова. – М.: Высш. шк., 2002. – С.198-222, 267-297.
5. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 151-153, 163-183.
6. Практикум по аналитической химии. Под общ. ред. В.Д. Пономарева, Л.И. Ивановой. – М.: Высшая школа, 1983. – С. 207-213.
7. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 303-356.

## 6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

### Фотометрическое определение $Fe^{3+}$ в растворе сульфата железа(III). Выбор оптимальных условий

#### 1. Приготовление компенсационного раствора

В мерную колбу вместимостью 50,00 мл помещают 5,00 мл 10%-го раствора сульфосалициловой кислоты, 1 мл 1 М раствора серной кислоты, доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Примечание: компенсационный раствор используют при выборе светофильтра, при построении калибровочного графика и при фотометрировании исследуемого раствора железа(III).

## 2. Выбор светофильтра

В мерную колбу вместимостью 50,00 мл отмеривают 2,00 мл стандартного раствора сульфата железа(III) с содержанием ионов железа(III) 0,05 мг/мл, прибавляют 5,00 мл 10%-го раствора сульфосалициловой кислоты, 1 мл 1 М раствора серной кислоты, доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора сульфосалицилата железа в кювете с толщиной слоя 2 см, пользуясь светофильтрами, области пропускания которых близки к участку спектра с длинами волн, поглощаемыми раствором – 440, 490, 540 нм колориметра фотоэлектрического концентрационного КФК-2.

Величину оптической плотности записывают с точностью до 3-го знака после запятой в таблицу.

Зависимость оптической плотности раствора от области пропускания  
лучей светофильтром

№ светофильтра и $\lambda_{\max}$ пропускания, нм	Значение оптической плотности, А		
	$A_1$	$A_2$	$A_{\text{ср}}$

Выбирают тот светофильтр, при работе с которым оптическая плотность максимальна.

Вывод:

## 3. Изучение зависимости светопоглощения раствора от толщины поглощающего слоя. Выбор кювет

Раствор сульфосалицилата железа готовят так же, как и п.2. Измеряют оптическую плотность этого раствора поочередно в кюветах с толщиной слоя 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 см. Измерения проводят со светофильтром, выбранным в опыте 2.

Полученные данные записывают в таблицу.

Зависимость оптической плотности раствора сульфосалицилата железа  
от толщины поглощающего слоя

Толщина поглощающего слоя (длина кюветы, см)	Значение оптической плотности, А		
	$A_1$	$A_2$	$A_{\text{ср}}$

По полученным данным строят график в координатах  $A = f(l)$ .

Для дальнейшей работы выбирают кювету, при пользовании которой оптическая плотность раствора находится в пределах 0,3-0,6 (желательно приближающуюся к 0,4), так как при этих значениях ошибка измерений минимальна.

Вывод:

## 7. НАГЛЯДНЫЕ ПОСОБИЯ, ТС ОБУЧЕНИЯ И КОНТРОЛЯ

7.1. Табличный фонд по теме занятия.

7.2. Учебные пособия:

- справочник по аналитической химии;
- практикум по аналитической химии.

7.3. ТС обучения и контроля:

- карточки для выявления исходного уровня знаний-умений;
- контрольные вопросы.

### Занятие № 2

**1. ТЕМА: Оптические методы анализа. Колориметрия, фотоколориметрия и спектрофотометрия. Определение концентрации анализируемого раствора**

**2. ЦЕЛЬ: Сформировать теоретические знания по определению концентрации веществ фотометрическими методами анализа и умения применять их в количественном анализе**

**3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:**

3.1. Изучить фотометрические методы количественного анализа.

3.2. Уметь осуществлять расчеты по фотометрическому определению концентрации веществ.

3.3. Научиться определять концентрацию веществ в окрашенных растворах с помощью колориметра фотоэлектрического концентрационного КФК-2 по калибровочному графику и расчетными путями.

**4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:**

4.1. Организационный момент .....5 мин

4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....5 мин

4.3. Выявление исходного уровня знаний.....20 мин

4.4. Коррекция исходного уровня знаний.....45 мин

4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности).....5 мин

4.6. Лабораторная работа.....135 мин

4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....20 мин



4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....5 мин

## 5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

5.1. Повторить материал, изученный по теме № 1.

5.2. Изучить программный материал по данной теме, пользуясь рекомендуемой литературой и лекциями.

### Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Методы колориметрии:

- метод стандартных серий;
- метод уравнивания окрасок;
- метод разбавления.

2. Методы фотоколориметрии:

- метод сравнения оптических плотностей стандартного и исследуемого растворов;
- метод градуировочного графика;
- метод определения по среднему значению молярного и удельного коэффициентов поглощения;
- метод добавок.

3. Определение концентрации нескольких веществ при их совместном присутствии (с использованием закона аддитивности оптической плотности).

4. Дифференциальный фотометрический анализ.

5. Экстракционно-фотометрический анализ.

6. Фотометрическое титрование.

### 5.3. Решить задачи:

**Задача 1.** Навеску препарата ретинола ацетата ( $M = 328,5$  г/моль) массой  $0,0300$  г растворили в абсолютном этаноле и получили  $100,0$  мл исходного анализируемого раствора. Отобрали  $1,00$  мл этого раствора, прибавили к нему  $99,00$  мл абсолютного этанола и получили  $100,0$  мл спектрофотометрируемого раствора, оптическая плотность которого при  $\lambda = 326$  нм в кювете  $l = 1$  см оказалась равна  $0,456$ .

Рассчитайте содержание ретинола ацетата (в %) в препарате, если молярный коэффициент поглощения спиртового раствора ретинола ацетата равен  $50900$ .

Ответ: 98,1%.

**Задача 2.** Раствор платифиллина гидротартрата для инъекций объемом 1,00 мл обработали реагентом, объем довели до 50,00 мл и измерили оптическую плотность полученного раствора. В той же кювете и при той же длине волны измерили оптическую плотность раствора, полученного разбавлением в 50 раз стандартного раствора платифиллина гидротартрата. Отношение оптических плотностей нашли равным 0,995. Рассчитайте содержание платифиллина гидротартрата в миллиграммах в 1,00 мл жидкого препарата, если 1,00 мл стандартного раствора содержит 0,0020 г чистого платифиллина гидротартрата.

Ответ: 2,0 мг.

**Задача 3.** Молярные коэффициенты светопоглощения 8-оксихинолинатов кобальта(II) и никеля(II) в растворе хлороводородная кислота-ацетон равны при  $\lambda = 365$  нм  $\epsilon_{\text{Co}} = 3530$ ,  $\epsilon_{\text{Ni}} = 3230$ . При  $\lambda = 700$  нм свет поглощает только оксихинолилат кобальта  $\epsilon_{\text{Co}} = 429$ .

Из 10,00 мл исследуемого раствора получили осадки оксихинолинатов кобальта и никеля, растворили их в 25,00 мл смеси хлороводородная кислота-ацетон и измерили оптическую плотность при 365 и 700 нм в кювете  $l = 1$  см.

Вычислить концентрацию (мкг/мл) кобальта и никеля в растворе при условии:  $A_{365} = 0,820$ ;  $A_{700} = 0,083$ .

Ответ: 29; 6,2 мкг/мл.

**Задача 4.** В две мерные колбы вместимостью 100,0 мл поместили по 20,00 мл сточной воды. В одну колбу добавили 10,00 мл стандартного раствора  $\text{CuSO}_4$  с  $T(\text{Cu}) = 0,001000$  г/мл. В обе колбы ввели растворы аммиака, рубеановодородной кислоты и разбавили водой до метки. При фотометрировании растворов получили оптические плотности:  $A_x = 0,280$ ,  $A_{x+\text{ст}} = 0,420$ . Определить концентрацию (г/л) меди в сточной воде.

Ответ: 1,00 г/л.

**Задача 5.** Содержание антрацена в растворе определяли по собственному поглощению при 253 нм. Относительная оптическая плотность стандартного раствора, содержащего 35,0 мг/л антрацена, равна 0,412. У исследуемого раствора эта величина равна 0,396. Компенсационный раствор содержит 30,0 мг/л антрацена. Вычислить концентрацию (мг/л) антрацена в исследуемом растворе.

Ответ: 34,8 мг/л.

## Литература:

1. Алексеев В.Н. Количественный анализ. – М.: Химия, 1972. – С. 458-486.
2. Булатов М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа. – 5-е изд. – Л.: Химия, 1986. – 432 с.
3. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 50-90.
4. Основы аналитической химии / Ю.А.Золотов, Е.Н.Дорохова, В.И.Фадеева и др. / Под ред. Ю.А.Золотова. – М.: Высш. шк., 2002. – С.198-222, 267-297.
5. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 149-151, 183-191.
6. Практикум по аналитической химии. Под общ. ред. В.Д. Пономарева, Л.И. Ивановой. – М.: Высшая школа, 1983. – С. 207-213.
7. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 303-356.

## 6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

### **Фотометрическое определение концентрации $Fe^{3+}$ в растворе сульфата железа(III)**

1. Построение калибровочного графика для определения железа(III). Расчет удельного и молярного коэффициентов поглощения

*Методика работы.* В ряд мерных колб вместимостью 50,00 мл помещают 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 мл стандартного раствора сульфата железа(III) с содержанием железа(III) 0,05 мг/мл. В каждую колбу добавляют по 5,00 мл 10%-го раствора сульфосалициловой кислоты и по 1 мл 1 М раствора серной кислоты, доводят водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность полученных растворов с помощью КФК-2 в кюветах с толщиной слоя 2 см и светофильтром с  $\lambda_{max} = 490$  нм. Результаты двух измерений для каждой концентрации заносят в таблицу.

По полученным данным строят график зависимости оптической плотности раствора  $A$  от концентрации  $C$  мг/мл. Делают вывод, в каких пределах концентраций железа(III) светопоглощение растворов подчиняется закону Бера.

Рассчитывают удельный показатель поглощения, молярный показатель поглощения и угловой коэффициент калибровочного графика на основании данных, представленных в таблице, по приведенным ниже формулам:

$$K = \frac{C}{A}; \quad E_{1cm}^{1\%} = \frac{A}{C\% \cdot 1}; \quad \varepsilon = \frac{A}{C_M \cdot 1} \quad \text{или} \quad \varepsilon = \frac{E_{1cm}^{1\%} \cdot M_{(Fe)}}{10}$$

Результаты изучения зависимости оптической плотности от концентрации растворов железа(III).

V(FeSO <sub>4</sub> ), мл	m(Fe <sup>3+</sup> ), мг	C(Fe <sup>3+</sup> ), мг/мл	C%	A <sub>1</sub>	A <sub>2</sub>	A <sub>ср.</sub>	E <sub>1см</sub> <sup>1%</sup>	ε	K

По полученным данным строят график в координатах  $A = C(Fe^{3+})$ .

Вывод:

2. Определение содержания железа(III) в растворе сульфата железа(III)

*Методика работы.* К полученной в мерной колбе вместимостью 50,00 мл задаче (аналитической пробе) прибавляют 5,00 мл 10%-го раствора сульфосалициловой кислоты и 1 мл 1 М раствора серной кислоты, доводят водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность полученного раствора 2-3 раза в тех же условиях, что и при построении калибровочного графика.

Содержание железа(III) в растворе находят по калибровочному графику и расчетным путем: по удельному и молярному коэффициентам поглощения, по уравнению калибровочного графика (через K).

Вывод:

**7. НАГЛЯДНЫЕ ПОСОБИЯ, ТС ОБУЧЕНИЯ И КОНТРОЛЯ**

7.1. Табличный фонд по теме занятия.

7.2. Учебные пособия:

- справочник по аналитической химии;
- практикум по аналитической химии.

7.3. ТС обучения и контроля:

- карточки для выявления исходного уровня знаний-умений;
- контрольные вопросы.

**Занятие № 3**

**1. ТЕМА: Оптические методы анализа. Рефрактометрия**

**2. ЦЕЛЬ: Изучить теоретические основы рефрактометрического метода анализа. Научиться проводить рефрактометрические исследования количественного состава анализируемых растворов**

**3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:**

3.1. Усвоить сущность метода рефрактометрии.

3.2. Научиться определять концентрацию растворов лекарственных веществ с помощью рефрактометра ИРФ-454 Б2М.

#### 4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:

4.1. Организационный момент .....	5 мин
4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....	5 мин
4.3. Выявление исходного уровня знаний.....	20 мин
4.4. Коррекция исходного уровня знаний.....	45 мин
4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности).....	5 мин
4.6. Лабораторная работа.....	135 мин
4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....	20 мин
4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....	5 мин

#### 5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

5.1. Изучить программный материал по данной теме, пользуясь рекомендуемой литературой и лекциями.

##### **Учебные вопросы для самоподготовки студентов**

1. Сущность рефрактометрического метода анализа. Закон преломления Снеллиуса.
2. Понятие показателя преломления (абсолютный и относительный показатели преломления). Факторы, влияющие на величину показателя преломления. Формула пересчета значения показателя преломления с учетом влияния температуры (при  $t \neq 20^\circ\text{C}$ ).
3. Рефрактометрический фактор  $F$  – физический смысл, способ нахождения (математическое выражение).
4. На чем основано применение рефрактометрии в количественном анализе. Основные рефрактометрические методики анализа: метод калибровочного графика, расчетный метод, метод линейной интерполяции с использованием рефрактометрических таблиц.
5. Определение концентрации одного компонента в двух- и многокомпонентных растворах.
6. Уточнение результатов количественного определения в случае расхождения полученных данных.
7. Диапазон изменения значений показателя преломления, при котором можно проводить количественные определения.
8. Преимущества и недостатки метода, области применения рефрактометрии.

7. Приборы для определения показателя преломления. Методика измерения показателя преломления.

### 5.2. Решить задачи:

**Задача 1.** Показатель преломления раствора магния сульфата  $n_D^{20}$  равен 1,3556. Определить процентную концентрацию раствора, если рефрактометрический фактор равен 0,00089, а показатель преломления растворителя - воды, измеренный в тех же условиях, – 1,3330.

Ответ: 25,39%.

**Задача 2.** Для двух водных растворов аскорбиновой кислоты с ее содержанием 4,44% и 6,36% найдены значения показателя преломления  $n_D^{20}$ , равные соответственно 1,3400 и 1,3430, а для анализируемого раствора – 1,3420. Рассчитайте содержание аскорбиновой кислоты в анализируемом растворе, если величина показателя преломления чистого растворителя – воды, определенного в тех же условиях, равна 1,3330.

Ответ: 5,76%.

$$C = \frac{n_x - n_0}{F} = \frac{1,3446 - 1,3330}{0,00110} = 10,27\% .$$

Ответ: 10,27%.

### Литература:

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 142-150.
2. Государственная фармакопея СССР: Вып. 1. Общие методы анализа. – 11-е изд. – М.: Медицина, 1987. – Т.1. – С. 29-30 с.
3. Пономарёв В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 153-158.
4. Практикум по аналитической химии. Под общ. ред. В.Д. Пономарёва, Л.И. Ивановой. – М.: Высшая школа, 1983. – С. 199-204.
5. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 370-372.

## 6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

### Определение концентрации растворов анализируемых веществ рефрактометрическим методом

1. Измерение показателя преломления с помощью рефрактометра ИРФ-454 Б2М

Для измерения показателя преломления ( $n$ ) 2-3 капли раствора или растворителя помещают на призму.

Призму освещают белым светом, поле окуляра должно быть освещено равномерно. Неравномерное освещение поля (темные пятна) указывают на недостаточное количество исследуемого раствора или растворителя. При этом призму необходимо раскрыть и добавить несколько капель исследуемой жидкости.

Вращением призмы добиваются темного поля в окуляре; в случае появления спектра на границе раздела с помощью компенсатора устанавливают четкую границу светлого и темного полей.

Затем микрометрическим винтом наводят границу темного поля точно на пересечении линий в поле зрения окуляра и отсчитывают показания  $n$  по шкале. Отсчет проводят не менее 3-4 раз, переходя от светлого поля к темному, а потом 3-4 раза при переходе от темного поля к светлому.

По полученным данным находят среднее значение показателя преломления.

Вначале измеряют показатель преломления растворителя, потом исследуемых растворов. После каждого измерения призму тщательно протирают ватой, смоченной спиртом, промывают водой и протирают фильтровальной бумагой или марлей.

## 2. Определение концентрации водных растворов исследуемых веществ

Методика работы. Исследуемый раствор и дистиллированную воду выдерживают 30 мин возле рефрактометра для выравнивания температур.

После этого наносят 2-3 капли дистиллированной воды на призму рефрактометра и определяют показатель преломления воды ( $n_0$ ).

Затем призму тщательно вытирают, наносят 2-3 капли исследуемого раствора и измеряют его показатель преломления.

По таблице находят рефрактометрический фактор для соответствующей концентрации исследуемого раствора.

### Значения рефрактометрических факторов показателей преломления растворов

Исследуемое вещество	Концентрация, %					
	1	5	10	15	20	25
1. Бромид аммония	0,00148	0,00148	0,00146	0,00145	0,00144	
2. Хлорид аммония	0,00184	0,00184	0,00182	0,00181	0,00180	
3. Глюкоза					0,00142	
4. Йодид калия					0,00130	
5. Бромид калия	0,00121	0,00119	0,00117	0,00115	0,00113	
6. Хлорид калия	0,00173	0,00170	0,00166	0,00162	0,00158	
7. Хлорид кальция	0,00121	0,00120	0,00119	0,00118	0,00117	0,00116
8. Сульфат магния	0,00100	0,00097	0,00095	0,00093	0,00091	0,00089
9. Бензоат натрия	0,00211	0,00210	0,00209	0,00208	0,00207	

10. Бромид натрия	0,00141	0,00141	0,00139	0,00137	0,00135	
11. Салицилат натрия	0,00201	0,00201	0,00200	0,00199	0,00198	
12. Тиосульфат натрия	0,00123	0,00122	0,00121	0,00120	0,00119	0,00117
13. Хлорид натрия	0,00173	0,00170	0,00166	0,00162	0,00158	

Расчет концентрации исследуемых растворов проводят по формуле (результаты заносят в таблицу):

$$C_x = \frac{n - n_0}{F}, \text{ где}$$

$n_0$  – показатель преломления растворителя;

$n$  – показатель преломления раствора;

$C_x$  – концентрация раствора;

$F$  – фактор, который равен величине прироста показателя преломления при увеличении концентрации на 1%.

Результаты определения концентрации исследуемых растворов рефрактометрическим методом  $n_0 =$

Исследуемый раствор	Показатель преломления, $n$	Рефрактометрический фактор, $F$	Концентрация, %

Вывод:

## 7. НАГЛЯДНЫЕ ПОСОБИЯ, ТС ОБУЧЕНИЯ И КОНТРОЛЯ

7.1. Табличный фонд по теме занятия.

7.2. Учебные пособия:

- справочник по аналитической химии;
- практикум по аналитической химии.

7.3. ТС обучения и контроля:

- карточки для выявления исходного уровня знаний-умений;
- контрольные вопросы.

## Занятие № 4

**1. ТЕМА:** Семинарское занятие по разделу «Оптические методы анализа»

**2. ЦЕЛЬ:** Проверить знания студентов по разделу и умения применять полученные знания в количественном анализе химических соединений, лекарственных и косметических средств

**3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:**



- 3.1. Провести итоговый картированный контроль и индивидуальное собеседование со студентами по изученному разделу.
- 3.2. Проверить умения студентов обоснованно выбирать методику анализа предложенного химического соединения и умения решать расчетные задачи.
- 3.3. Дать оценку ведению протоколов лабораторных работ.

#### 4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:

- 4.1. Организационный момент .....5 мин
- 4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....5 мин
- 4.3. Выявление исходного уровня знаний.....20 мин
- 4.4. Коррекция исходного уровня знаний.....45 мин
- 4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности).....5 мин
- 4.6. Лабораторная работа.....135 мин
- 4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....20 мин
- 4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....5 мин

#### 5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

- 5.1. Повторить теоретический материал, решение расчетных задач по темам 1-3.
- 5.2. Изучить программный материал по данной теме, пользуясь рекомендуемой литературой и лекциями.

#### **Учебные вопросы для самоподготовки студентов**

1. Общая характеристика инструментальных (физико-химических) методов анализа, их классификация, достоинства и недостатки.
2. Общий принцип оптических методов анализа и их классификация (по изучаемым объектам, по характеру взаимодействия электромагнитного излучения с веществом, по области используемого электромагнитного спектра).

#### *Молекулярный спектральный анализ в ультрафиолетовой и видимой областях спектра*

1. Сущность метода.
2. Природа и свойства электромагнитного излучения. Спектральные характеристики электромагнитного излучения: длина волны, волновое число, взаимосвязь между ними.

3. Спектр электромагнитного излучения: область длин волн, охватывающая ультрафиолетовую, видимую и инфракрасную часть спектра.
4. Что такое монохроматический свет, способы монохроматизации света. Светофильтры и принцип их выбора.
5. Что такое оптическая плотность, пропускание раствора, связь между ними. Коэффициенты светопоглощения (удельный, молярный) взаимосвязь между ними. Каков их физический смысл?
6. Законы поглощения света: первый закон светопоглощения (закон Бугера-Ламберта), второй закон светопоглощения (закон Бера), объединенный закон светопоглощения Бугера-Ламберта-Бера. Их математическое выражение и физический смысл. Правило аддитивности оптических плотностей.
7. Основной закон светопоглощения. Причины, вызывающие отклонение от основного закона светопоглощения.

*Методы, основанные на измерении поглощения веществом светового излучения – методы молекулярной абсорбционной спектроскопии*

1. Колориметрия. Метод стандартных серий, метод уравнивания окрасок, метод разбавления. Их сущность. Применение в фармацевтическом анализе.
2. Фотоколориметрия. Спектрофотометрия. Сущность методов, достоинства и недостатки, применение.
3. Количественный фотометрический анализ:
  - условия фотометрического определения (выбор фотометрической реакции, аналитической длины волны, толщины поглощающего слоя, концентрации раствора);
  - определение концентрации анализируемого раствора (метод градуировочного графика, метод стандарта, по молярному или удельному показателям поглощения, метод добавок стандарта);
  - определение концентрации нескольких веществ при их совместном присутствии.
4. Дифференциальный фотометрический анализ. Сущность метода, способы определения концентраций (расчетный метод, метод градуировочного графика).
5. Экстракционно-фотометрический анализ. Сущность метода. Условия проведения анализа. Фотометрические реакции в экстракционно-фотометрическом методе. Применение метода.
6. Понятие о фотометрическом титровании.

*Люминесцентный анализ*

1. Сущность метода. Классификация различных видов люминесценции.
2. Флуориметрия. Способы определения концентрации вещества (метод градуировочного графика, метод стандарта). Применение метода в фармацевтическом анализе.

### *Другие спектральные и оптические методы анализа*

*Рефрактометрия.* Сущность метода и возможности применения в анализе однокомпонентных и многокомпонентных смесей.

*Поляриметрия.* Сущность метода. Способы расчета концентраций. Применение в анализе лекарственных и косметических средств.

*Эмиссионный спектральный анализ.* Сущность и принцип метода. Область применения. Способы определения концентраций. Применение в анализе лекарственных и косметических средств.

*Атомно-абсорбционная пламенная фотометрия (спектрометрия).* Сущность метода. Способы определения концентрации. Применение метода в анализе лекарственных и косметических средств.

*Инфракрасная спектроскопия.* Сущность метода, области применения. Применение методов ИК-спектрометрии в количественном анализе.

*Нефелометрия и турбидиметрия.* Теоретические основы методов. Применение методов в анализе лекарственных и косметических средств.

### **Литература:**

1. Алексеев В.Н. Количественный анализ. – М.: Химия, 1972. – С. 458-496.
2. Булатов М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа. – 5-е изд. – Л.: Химия, 1986. – 432 с.
3. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 50-97, 127-160.
4. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 151-153, 163-183.
5. Практикум по аналитической химии. Под общ. ред. В.Д. Пономарева, Л.И. Ивановой. – М.: Высшая школа, 1983. – С. 199-220.
6. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 303-402.

### **6. НАГЛЯДНЫЕ ПОСОБИЯ, ТС ОБУЧЕНИЯ И КОНТРОЛЯ**

6.1. Табличный фонд по теме занятия.

6.2. Учебные пособия:

- справочник по аналитической химии;
- практикум по аналитической химии.

6.3. ТС обучения и контроля:

- карточки для выявления исходного уровня знаний-умений;
- контрольные вопросы;
- тесты.