

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ УКРАИНЫ  
Запорожский государственный медицинский университет  
Кафедра аналитической химии

## **ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА**

### **Модуль 2**

**ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА**  
(конспект)

### **Смысловой модуль 4**

**ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ И  
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА**  
(конспект)

### **Смысловой модуль 5**

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

Запорожье  
2014

Учебно-методическое пособие **составили:**

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

В составлении тестов принимали участие сотрудники кафедры.

**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**.

**Модуль 2. Инструментальные методы анализа.** Смысловой модуль 4. Оптические методы анализа (конспект). Смысловой модуль 5. Электрохимические и хроматографические методы анализа (конспект) : учебно-методическое пособие для преподавателей и студентов 2 курса специальностей «Фармация» и «ТПКС») / сост. С. А. Васюк, А. С. Коржова. – Запорожье : [ЗГМУ], 2014. – 31 с.

*Утверждено на заседании Центрального методического совета  
Запорожского государственного медицинского университета  
(протокол № 2 от 27.11.2014 г.)*

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Аналитическая химия изучается согласно утвержденной типовой программы 2010 года для студентов ВУЗов III-IV уровней аккредитации Украины для специальности 7.110201 «Фармация», соответствующей образовательно-квалификационной характеристике 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		
	$A_1$	$A_2$	$A_{cp}$

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		
	$A_1$	$A_2$	$A_{cp}$

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 платифиллинагидротартрата 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 платифиллинагидротартрата. Отношение оптических плотностей нашли равным  $0,995$ . Рассчитайте содержание платифиллинагидротартрата в миллиграммах в  $1,00$  мл жидкого препарата, если  $1,00$  мл стандартного раствора содержит  $0,0020$  г чистого платифиллинагидротартрата.

Ответ: 2,0 мг.

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



Из 10,00 мл исследуемого раствора получили осадки оксихинолинов 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:  $A_x = 0,280$ ,  $A_{x+ст} = 0,420$ . 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 $\text{Fe}^{3+}$ 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 кюветках 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:

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

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

$V(\text{FeSO}_4)$ , мл	$m(\text{Fe}^{3+})$ , мг	$C(\text{Fe}^{3+})$ , мг/мл	$C\%$	$A_1$	$A_2$	$A_{\text{ср.}}$	$E_{1\text{см}}^{1\%}$	$\varepsilon$	$K$

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

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-спектроскопии 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.



## Занятие № 5

**1. ТЕМА: Электрохимические методы анализа. Потенциометрический анализ. Потенциометрическое титрование окислительно-восстановительных систем**

**2. ЦЕЛЬ: Изучить теоретические основы потенциометрического метода анализа. Научиться применять прямую потенциометрию и потенциометрическое титрование в количественном анализе**

**3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:**

- 3.1. Усвоить сущность и классификацию потенциометрических методов анализа.
- 3.2. Изучить принцип метода прямой потенциометрии, применяемые электроды. Научиться измерять рН растворов, определять концентрацию анализируемого раствора.
- 3.3. Изучить принцип потенциометрического титрования, применяемые электроды. Научиться рассчитывать значения реального потенциала в различные моменты титрования (кислотно-основного, осадительного, окислительно-восстановительного и комплексиметрического), строить кривые титрования.

**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: произведение растворимости малорастворимого сильного электролита, влияние добавок электролитов на растворимость малорастворимого сильного электролита, расчет значений рН сильных и слабых кислот и оснований, буферных систем.
- 5.2. Изучить программный материал по данной теме, пользуясь рекомендуемой литературой и лекциями.

### Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Сущность и классификация потенциометрических методов анализа.
2. Типы электродов в потенциометрии (электроды первого рода, электроды второго рода, окислительно-восстановительные, мембранные электроды).

3. Прямая потенциометрия. Что лежит в основе прямых потенциометрических определений?
4. Электроды сравнения и индикаторные электроды в потенциометрии. Зависимость их потенциала от концентрации (активности) потенциалопределяющих ионов.
5. Прямое потенциометрическое определение рН растворов, применяемые электроды, электродные электрохимические процессы.
6. Сущность потенциометрического титрования, возможности метода, его достоинства и недостатки.
7. Типы химических реакций, применяемых в потенциометрическом титровании. Индикаторные электрохимические реакции. Требования, предъявляемые к данным реакциям.

### 5.3. Решить задачи:

**Задача 1.** При температуре  $298,15^\circ\text{K}$  потенциал водородного электрода, погруженного в исследуемый раствор, равен  $-0,118$  В. Вычислить рН и концентрацию ионов водорода этого раствора.

Ответ: рН = 2;  $[\text{H}^+] = 10^{-2}$  моль/л.

**Задача 2.** Рассчитать значения реального потенциала системы в начале скачка, в точке эквивалентности и в конце скачка при потенциометрическом титровании 100 мл 0,1000 М раствора хлороводородной кислоты 0,1000 М раствором гидроксида натрия. Индикаторный электрод – хингидронный,  $E_{\text{хин}}^0 = 0,705$  В при  $20^\circ\text{C}$ .

Ответ: 0,469 В; 0,292 В; 0,115 В.

**Задача 3.** В результате потенциометрического титрования 0,05000 н. раствора соли Мора 0,05000 н. раствором дихромата калия оттитровано 99,9% катионов железа. Чему равен равновесный потенциал в этой точке скачка? Индикаторный электрод – платиновый, стандартный – нормальный водородный.

Ответ: 0,947 В.

**Задача 4.** При потенциометрическом титровании 0,1000 М раствора нитрата серебра 0,1000 М раствором хлорида натрия в точке эквивалентности равновесный потенциал системы равен 0,511 В. Определить произведение растворимости хлорида серебра и концентрацию катионов серебра. Индикаторный электрод – серебряный, стандартный – хлорсеребряный.

Ответ:  $1,59 \cdot 10^{-10}$ ;  $1,26 \cdot 10^{-5}$ .

### Литература:

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 179-211.
2. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
3. Основы аналитической химии / Ю.А.Золотов, Е.Н.Дорохова, В.И.Фадеева и др. / Под ред. Ю.А.Золотова. – М.: Высш. шк., 2002. – С.120-151.
4. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 219-228.
5. Практикум по аналитической химии. Под общ.ред. В.Д. Пономарева, Л.И. Ивановой. – М.: Высшая школа, 1983. – С. 220-226.

6. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 447-457.

## 6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

### 1. Определение pH растворов

Для определения pH составляют ячейку из стеклянного индикаторного электрода и хлорсеребряного электрода сравнения.

Методика работы. Предварительно иономеруниверсальный ЭВ-74 настраивают по инструкции. Electroды перед погружением в буферные растворы тщательно промывают дистиллированной водой, а остатки воды с электродов удаляют фильтровальной бумагой. В отдельных порциях буферного раствора измеряют pH. Выполняют несколько параллельных измерений.

Полученные результаты записывают в таблицу:

Исследуемый раствор	Значение pH		
	pH <sub>1</sub>	pH <sub>2</sub>	pH <sub>ср.</sub>

Вывод:

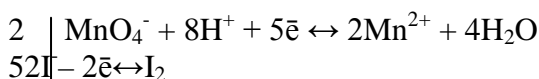
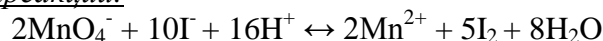
### 2. Определение массовой доли (в %) раствора йодида калия

Способ титрования – прямой.

Метод титрования – отдельных навесок.

Electроды – хлорсеребряный (стандартный), платиновый (индикаторный)

Химизмреакции:



Предварительные расчеты:

$M(\text{KI}) = 166,0$  г/моль;

$f_3(\text{KI}) = 1$ ;

$M_3(\text{KI}) = f_3(\text{KI}) \cdot M(\text{KI}) = 166,0 \cdot 1 = 166,0$  г/моль.

Методика работы. Точную навеску исследуемого раствора йодида калия 5,00 мл помещают в химический стакан объемом 50 мл и добавляют 7,5 мл 1 М раствора серной кислоты. Стакан помещают на столик магнитной мешалки, опускают электроды и при непрерывном помешивании титруют 0,1000 н. раствором перманганата калия. Регистрируют реальный редокс-потенциал с помощью универсального иономера ЭВ-74, используя систему электродов: индикаторный – платиновый, сравнения – хлорсеребряный.

Первое титрование – ориентировочное (грубое).

В процессе титрования реагент (0,1000 н. раствор  $\text{KMnO}_4$ ) прибавляют по 1,00 мл. После введения в систему титранта, раствор перемешивают с помощью магнитной мешалки на протяжении 30 с и регистрируют величину редокс-потенциала. Ориентировочное титрование дает возможность определить приблизительный объем титранта, который будет затрачен на титрование.

Второе титрование – точное.

До начала скачка редокс-потенциала определяемой системы титрант (0,1000 н. раствор  $\text{KMnO}_4$ ) прибавляют по 1,00 мл, а в пределах скачка потенциала – по 0,10 мл. Это дает возможность точно зафиксировать ТЭ проведенного титрования.

Результаты титрования записывают в таблицу:

$V(\text{KMnO}_4)$ , мл	$E_p$ , мВ	$\Delta V$ , мл	$\Delta E$ , мВ	$\Delta E/\Delta V$

Результаты потенциометрического титрования используют для построения интегральной и дифференциальной кривых титрования.

По кривым титрования рассчитывают объем перманганата калия, затраченный на титрование исследуемого раствора, и рассчитывают содержание йодида калия в растворе по формуле:

$$\omega_{(\text{KI})} = \frac{V_{(\text{KMnO}_4)} \cdot C_{(\text{KMnO}_4)} \cdot K_{\text{п}} \cdot M_{\text{Э}(\text{KI})} \cdot 100}{a_{(\text{KI})} \cdot 1000}$$

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 № 6

**1. ТЕМА: Электрохимические методы анализа. Потенциометрическое титрование смесей кислот**

**2. ЦЕЛЬ: Закрепить умения применять потенциометрическое титрование в количественном анализе**

**3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:**

3.1. Овладеть техникой потенциометрического фиксирования КТТ.

3.2. Научиться строить кривые потенциометрического титрования, определять по ним точку эквивалентности и рассчитывать по полученным данным процентное содержание лекарственного вещества в анализируемом образце.

**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 теме 5.  
 5.2. Изучить программный материал по данной теме, пользуясь рекомендуемой литературой и лекциями.

### Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Подбор электродов в зависимости от типа реакции, лежащей в основе потенциометрического титрования.
2. Кривые потенциометрического титрования (интегральная, дифференциальная, по методу Грана). Принципы их построения и определения точки эквивалентности.
3. Примеры использования потенциометрического титрования в количественном анализе веществ с использованием реакций окисления-восстановления, осаждения, комплексообразования и кислотно-основного взаимодействия.

### 5.3. Решить задачи:

**Задача 1.** Навеску медного сплава массой 0,7500 г растворили, объем раствора довели до 250,0 мл и 20,00 мл приготовленного раствора оттитровали потенциометрически после добавления KI раствором тиосульфата натрия с титром по меди 0,01664.

Построить кривые титрования в координатах  $E-f(V)$  и  $\Delta E/\Delta V-f(V)$  и рассчитать массовую долю (в %) меди в сплаве по следующим данным:

$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ , мл...	1,50	1,90	2,00	2,05	2,08	2,10	2,12	2,15	2,20
$E$ , мВ.....	475	445	424	405	382	305	232	186	162

Ответ: 58,24%.

**Задача 2.** Навеску установочного вещества карбоната натрия массой 0,2792 г растворили в мерной колбе вместимостью 50,00 мл и довели раствор до метки ледяной уксусной кислотой. При потенциометрическом титровании 5,00 мл полученного раствора хлорной кислоты в безводной уксусной кислоте были найдены следующие результаты:

$V_{\text{HClO}_4}$ , мл	3,60	3,80	4,00	4,20	4,40	4,60	4,80	5,00	5,20	5,40
$E$ , мВ.....	431	439	450	465	490	523	550	566	573	576

Вычислить молярную концентрацию эквивалента  $\text{HClO}_4$ . Положение точки эквивалентности определить по методу Грана.

Ответ: 0,1192 моль/л.

### Литература:

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. - М.: Дрофа, 2002. – С. 179-211.

2. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
3. Основы аналитической химии / Ю.А.Золотов, Е.Н.Дорохова, В.И.Фадеева и др. / Под ред. Ю.А.Золотова. – М.: Высш. шк., 2002. – С.120-151.
4. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 219-228.
5. Практикум по аналитической химии. Под общ.ред. В.Д. Пономарева, Л.И. Ивановой. - М.: Высшая школа, 1983. – С. 220-226.
6. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 447-457.

## 6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

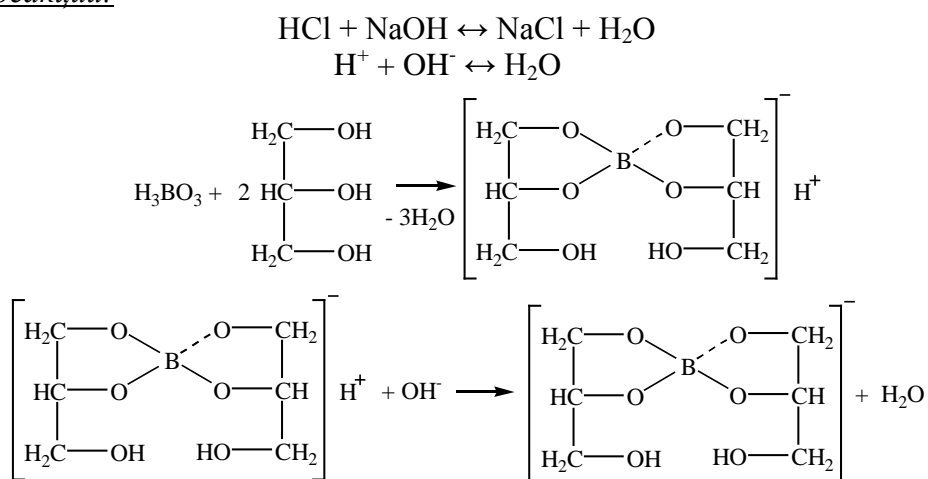
### Определение содержания хлороводородной кислоты (в г/л) и борной кислоты (в г/л) в растворе при их совместном присутствии

Способ титрования – прямой.

Метод титрования – отдельных навесок.

Электроды – хлорсеребряный (стандартный),  
стеклянный (индикаторный).

Химизм реакции:



Предварительные расчеты:

$$M(\text{HCl}) = 36,46 \text{ г/моль};$$

$$f_3(\text{HCl}) = 1;$$

$$M_3(\text{HCl}) = f_3(\text{HCl}) \cdot M(\text{HCl}) = 36,46 \cdot 1 = 36,46 \text{ г/моль};$$

$$M(\text{H}_3\text{BO}_3) = 61,83 \text{ г/моль};$$

$$f_3(\text{H}_3\text{BO}_3) = 1;$$

$$M_3(\text{H}_3\text{BO}_3) = f_3(\text{H}_3\text{BO}_3) \cdot M(\text{H}_3\text{BO}_3) = 61,83 \cdot 1 = 61,83 \text{ г/моль}.$$

Методика работы. Точную навеску исследуемого раствора 10,00 мл помещают в химический стакан объемом 50 мл и добавляют небольшое количество дистиллированной воды так, чтобы электроды были погружены в раствор. Стакан помещают на столик магнитной мешалки и при непрерывном помешивании проводят ориентировочное титрование смеси 0,1000 М раствором гидроксида натрия, прибавляя его из бюретки порциями по 0,2 мл.

По резкому изменению величины потенциала обнаруживают первый скачок, отвечающий концу титрования хлороводородной кислоты. Затем к раствору прибавляют 10 мл глицерина и продолжают титрование до обнаружения второго, менее

резкого скачка потенциала, соответствующего концу титрования борноглицериновой кислоты.

Снова отбирают в стакан 10,00 мл исследуемого раствора и выполняют точное титрование. Для этого повторяют все операции, но в области обнаруженных скачков титрования прибавляют титрант порциями по две капли (0,1 мл).

Результаты титрования записывают в таблицу:

V(KMnO <sub>4</sub> ), мл	E <sub>p</sub> , мВ	ΔV, мл	ΔE, мВ	ΔE/ΔV

По полученным данным строят интегральную и дифференциальную кривые титрования, находят объем титранта в точках эквивалентности и рассчитывают содержание HCl и H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> в смеси по формулам:

$$m_{\text{(HCl)}} = \frac{V_{1(\text{NaOH})} \cdot C_{(\text{NaOH})} \cdot K_{\text{п}} \cdot M_{\text{Э(HCl)}}}{1000}$$

$$m_{\text{(H}_3\text{BO}_3)} = \frac{(V_{2(\text{NaOH})} - V_{1(\text{NaOH})}) \cdot C_{(\text{NaOH})} \cdot K_{\text{п}} \cdot M_{\text{Э(H}_3\text{BO}_3)}}{1000}$$

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 № 7

**1. ТЕМА: Хроматографические методы анализа. Определение содержания солей щелочных металлов в растворах методом ионообменной хроматографии. Тонкослойная хроматография**

**2. ЦЕЛЬ: Изучить сущность методов хроматографии. Приобрести умения практически применять метод ионообменной и тонкослойной хроматографии в химическом анализе**

**3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:**

3.1. Усвоить сущность хроматографических методов анализа.

3.2. Сформировать умение применять метод тонкослойной хроматографии в анализе веществ.

3.3. Сформировать умение применять метод ионообменной хроматографии в количественном анализе различных веществ.

**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. Классификация хроматографических методов анализа по механизму разделения, агрегатному состоянию фаз, по технике выполнения эксперимента. Область их применения и значение в фармации.
2. Теоретические основы ионообменной хроматографии. Реакции ионного обмена, проходящие на катионитах и анионитах. Ионообменное равновесие. Константа ионного обмена.
3. Теоретические основы ионообменной хроматографии. Кинетика ионного обмена. Обменная емкость, Подготовка ионитов и хроматографических колонок к работе. Области применения ионообменной хроматографии.
4. Какие сорбенты применяют в ионообменной хроматографии? Требования, предъявляемые к сорбентам. Химическая природа ионообменников (катионитов, анионитов).
5. На чем основано определение концентрации раствора натрия хлорида методом ионообменной хроматографии? Напишите уравнение ионного обмена и уравнение процесса титрования продукта ионного обмена с титрантом.
6. Тонкослойная хроматография. Сущность и возможности хроматографии в качественном и количественном анализе индивидуальных веществ и смесей.

### 5.2. Решить задачи:

**Задача 1.** Для определения концентрации электролита 10,00 мл раствора поместили в мерную колбу вместимостью 100,0 мл, довели водой до метки; 10,00 мл раствора пропустили через колонку с катионитом в  $H^+$ -форме. Элюат и промывные воды собрали в стакан и оттитровали потенциометрически 0,1000 М раствором NaOH, затратив V (мл) раствора титранта.

Рассчитать концентрацию электролита (г/л) по следующим данным:

Электролит.....	$KNO_3$	$NaNO_3$	$CuSO_4$	$NiSO_4$
VNaOH, мл.....	1,98	2,15	1,67	0,89

Ответ: 20,02; 18,27; 13,33; 6,89 г/л.



**Задача 2.** Определите содержание (в % и г) хлорида натрия в навеске массой 2,0000 г, которая растворена в мерной колбе вместимостью 100,0 мл. Для анализа взято 10,00 мл раствора и внесено в колонку с катионитом в  $H^+$ - форме. Весь элюат и промывные воды собрали в колбу и оттитровали по метиловому оранжевому 0,1000 М раствором NaOH ( $K_p = 1,020$ ). На титрование затратили 15,00 мл раствора титранта.

Ответ: 44,71%, 0,8940 г.

### Литература:

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 292-342.
2. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
4. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 271-274.
5. Практикум по аналитической химии. Под общ.ред. В.Д. Пономарева, Л.И. Ивановой. – М.: Высшая школа, 1983. – С. 242-252.
6. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 402-446.

## 6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

### 1. Определение массовой доли (в %) хлорида натрия

#### 1. Подготовка хроматографической колонки

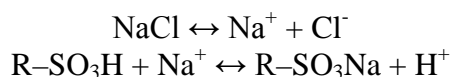
Колонку устанавливают в строго вертикальном положении. Кран закрывают и колонку на  $\frac{1}{2}$  наполняют дистиллированной водой. Затем подготовленный сорбент смывают, одновременно открывая кран. Надо следить, чтобы между зернами сорбента в колонке не задерживались пузырьки воздуха. Оставшиеся пузырьки воздуха, можно удалить, пропуская через колонку снизу вверх струю воды. Когда слой сорбента достигает высоты 8-10 см, закрывают кран и поверх сорбента размещают тампон с ватой, препятствующий всплыванию зерен сорбента. Над ватным тампоном всегда должен быть слой жидкости не менее 1 см. С помощью винтового крана регулируют скорость вытекания воды из колонки 20-25 капель в мин (при этом надо приливать в колонку дистиллированную воду и следить, чтобы ее уровень не опускался ниже ватного тампона).

#### 2. Приготовление раствора анализируемого вещества

5,00 мл полученной лабораторной пробы раствора хлорида натрия с помощью мерной пипетки переносят в мерную колбу на 100,0 мл, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

#### 3. Хроматографирование анализируемой пробы

##### Химизм реакции:



Методика работы. 10,00 мл раствора, приготовленного по п. 2, мерной пипеткой переносят в хроматографическую колонку при открытом кране, поддерживая скорость вытекания 20 - 25 капель в мин. Колонку промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции по метиловому оранжевому, для чего отбирают в фарфоровую чашку 1 каплю раствора из колонки и прибавляют индикатор. Желтая окраска индикатора показывает полноту промывания колонки. Вытекающую жидкость (элюат) собирают в коническую колбу на 250 мл.

#### 4. Титрование элюата и расчет содержащего натрия хлорида

Способ титрования – прямой.

Метод титрования – пипетирование.

Химизм реакции:



Предварительные расчеты:

$M(\text{NaCl}) = 58,44$  г/моль;

$f_{\text{Э}}(\text{NaCl}) = 1$ ;

$M_{\text{Э}}(\text{NaCl}) = f_{\text{Э}}(\text{NaCl}) \cdot M(\text{NaCl}) = 58,44 \cdot 1 = 58,44$  г/моль.

Методика работы. К элюату в коническую колбу прибавляют 2 капли индикатора фенолфталеина и титруют 0,1 М раствором натрия гидроксида до розовой окраски раствора.

Массовую долю хлорида натрия в анализируемом растворе рассчитывают по формуле:

$$\omega_{(\text{NaCl})} = \frac{V_{(\text{NaOH})} \cdot C_{M(\text{NaOH})} \cdot K_{\text{п}} \cdot M_{\text{Э}(\text{NaCl})} \cdot V_{\text{к}} \cdot 100}{a_{(\text{NaCl})} \cdot V_{\text{п}} \cdot 1000}$$

Вывод:

## 2. Анализ смеси анионов (Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup>) методом тонкослойной хроматографии (ТСХ)

Методика работы: в 2-3 см от края пластинки на линию старта с помощью капилляра наносят 1 каплю анализируемой пробы (смесь 0,5 М растворов KCl, KBr, KI) и по 1 капле растворов KCl, KBr, KI, как эталонных «свидетелей», с интервалом в 1,5-2 см. Пятна высушивают на воздухе и пластинку помещают в хроматографическую камеру, насыщенную парами растворителя: ацетон-н-бутанол-концентрированный раствор аммиака-вода (65:20:10:5) вертикально или наклонно.

По мере продвижения жидкой фазы на пластинке происходит разделение смеси веществ, и разделяемые компоненты образуют на пластинке отдельные зоны (пятна). Когда фронт растворителя поднимется на 10 см от линии старта, пластинку вынимают из камеры, высушивают на воздухе и проявляют пятна раствором нитрата серебра. После высушивания пластинки проводят идентификацию пятен, то есть определяют, какому соединению соответствует каждое из пятен разделенной смеси. Для этого рассчитывают величины их коэффициентов подвижности  $R_f$  и сравнивают с  $R_f$  эталонных пятен «свидетелей».

$R_f$  рассчитывается по уравнению:

$$R_f = \frac{x}{L}, \text{ где}$$

$x$  – расстояние от линии старта до центра пятна;

$L$  – расстояние, пройденное за это же время растворителем.

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 № 8

**1. ТЕМА:** Семинарское занятие по разделам «Электрохимические и хроматографические методы анализа»

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

**3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:**

3.1. Провести итоговый картированный контроль и индивидуальное собеседование со студентами по изученным разделам.

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 конечного уровня знаний-умений (картированный контроль).....50 мин

4.4. Коррекция конечного уровня знаний-умений (индивидуальное собеседование).....150 мин

4.5. Проверка протоколов лабораторных работ.....25 мин

4.6. Заключительное слово преподавателя по результатам итогового контроля.....5 мин

**5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:**

5.1. Повторить теоретический материал, решение расчетных задач по темам 4-7.

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

### Учебные вопросы для самоподготовки студентов

#### *Электрохимические методы анализа*

Классификация электрохимических методов анализа. Методы без наложения и с наложением внешнего потенциала: прямые и косвенные электрохимические методы.

#### *Потенциометрический анализ (потенциометрия)*

1. Классификация электродов, применяемых в потенциометрическом методе: по механизму образования потенциала, по роду обратимости, по назначению.
2. Электроды сравнения и индикаторные электроды в потенциометрии. Зависимость их потенциала от концентрации (активности) потенциалопределяющих ионов. Указать наиболее распространенные электроды сравнения.
3. Ионоселективные мембранные электроды. Отличие их механизма действия от электрохимических электродов.
4. Электрохимические реакции. Требования, предъявляемые к ним. Привести примеры электрохимических реакций.

5. Прямая потенциометрия (ионометрия). Основы метода и его классификация. Индикаторные электроды. Способы определения концентрации веществ в методе ионометрии.
6. Прямое потенциометрическое определение рН растворов. Применяемые электроды. Электродные электрохимические процессы.
7. Потенциометрическое титрование. Его сущность. Возможности метода. Преимущества потенциометрического титрования перед химическими титриметрическими методами.
8. Кривые потенциометрического титрования (интегральная, дифференциальная и по методу Грана). Принцип их построения и определение точки эквивалентности.
9. Пример применения потенциометрического титрования при количественном определении веществ, обладающих кислотно-основными свойствами. Привести расчеты значений равновесного потенциала в различные моменты титрования (до ТЭ, в ТЭ, после ТЭ).
10. Привести пример применения потенциометрического титрования веществ, вступающих в реакцию осаждения. Привести расчеты значений равновесного потенциала для скачка титрования.
11. Привести пример потенциометрического титрования веществ, обладающих окислительно-восстановительными свойствами. На примере титрования пероксида водорода перманганатом калия рассчитать равновесный потенциал системы в точке эквивалентности.

*Кондуктометрический анализ (кондуктометрия)*

1. Принцип метода, основные понятия. Связь концентрации растворов электролитов с их электрической проводимостью.
2. Прямая кондуктометрия. Определение концентрации анализируемого раствора по данным электропроводности (расчетный метод, метод градуировочного графика).
3. Кондуктометрическое титрование. Сущность метода. Типы кривых кондуктометрического титрования. Преимущества метода кондуктометрии.

*Полярографический анализ (полярография)*

1. Принцип метода. Полярографическая волна и ее характеристика. Факторы, влияющие на величину потенциала полуволны.
2. Полярографический анализ. Способы определения концентрации веществ. Условия проведения полярографического анализа. Применение метода в фармацевтическом анализе.

*Амперометрическое титрование*

1. Сущность метода. Условия проведения амперометрического титрования.
2. Кривые амперометрического титрования. Применение метода в фармацевтическом анализе.

*Кулонометрический анализ*

1. Принципы метода. Прямая кулонометрия. Сущность прямой кулонометрии при постоянном потенциале. Способы определения количества электричества, прошедшего через раствор в прямой кулонометрии.
2. Кулонометрическое титрование, условия проведения. Индикация точки эквивалентности. Применение кулонометрического титрования в химическом и фармацевтическом анализе.

*Хроматографические методы анализа*

1. Классификация хроматографических методов анализа по механизму разделения, агрегатному состоянию фаз, по технике выполнения эксперимента. Область их применения и значение в фармации.
2. Теория хроматографии: теория теоретических тарелок и кинетическая теория.  
*Ионообменная хроматография.*

1. Теоретические основы ионообменной хроматографии. Реакции ионного обмена, проходящие на катионитах и анионитах. Ионообменное равновесие. Константа ионного обмена.
2. Теоретические основы ионообменной хроматографии. Кинетика ионного обмена. Обменная емкость. Подготовка ионитов и хроматографических колонок к работе. Области применения ионообменной хроматографии.
3. Какие сорбенты применяют в ионообменной хроматографии? Требования, предъявляемые к сорбентам. Химическая природа ионообменников (катионитов, анионитов).
4. На чем основано определение концентрации раствора натрия хлорида методом ионообменной хроматографии? Написать уравнение ионного обмена и уравнение процесса титрования продукта ионного обмена с титрантом.
5. Понятие об ионной, ион-парной и лигандообменной хроматографии.  
*Тонкослойная и бумажная хроматографии.*  
Применение в количественном анализе. Привести примеры.  
*Газовая (газожидкостная и газоадсорбционная) хроматография.*
1. Сущность метода. Понятие о теории метода. Параметры удерживания. Параметры разделения (степень разделения, коэффициент разделения, число теоретических тарелок).
2. Хроматографические колонки и детекторы газовой хроматографии.
3. Практика метода. Методы количественной обработки хроматограмм (абсолютной калибровки, внутреннего стандарта, внутренней нормализации).
4. Применение метода в фармацевтическом анализе.  
*Высокоэффективная жидкостная хроматография.* Сущность метода.  
Применение метода в фармации.

#### Литература:

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 160-246, 292-342.
2. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
3. Основы аналитической химии / Ю.А.Золотов, Е.Н.Дорохова, В.И.Фадеева и др. / Под ред. Ю.А.Золотова. – М.: Высш. шк., 2002. – С.120-198.
4. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 219-228, 271-274.
6. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 402-510.

#### 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.

## Занятие № 9

**1. ТЕМА: Итоговый контроль усвоения модуля 3. Инструментальные методы анализа**

**2. ЦЕЛЬ: Оценить знания и умения студентов по изученному разделу аналитической химии**

**3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:**

3.1. Провести итоговый тестовый контроль и индивидуальное собеседование со студентами по инструментальным методам анализа.

3.2. Проверить умения студентов обоснованно выбирать методику анализа предложенного химического соединения, 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. Выявление конечного уровня знаний-умений  
(тестовый контроль).....50 мин

4.3. Коррекция конечного уровня знаний-умений  
(индивидуальное собеседование).....170 мин

4.4. Заключительное слово преподавателя  
по результатам итогового контроля.....15 мин

**5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:**

5.1. Повторить теоретический материал и решение расчетных задач по темам «Оптические методы анализа», «Электрохимические и хроматографические методы анализа».

5.2. Проработать вопросы тестового контроля по разделам «Оптические методы анализа», «Электрохимические и хроматографические методы анализа».

### Литература:

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 160-246, 292-342.

2. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.

3. Основы аналитической химии / Ю.А.Золотов, Е.Н.Дорохова, В.И.Фадеева и др. / Под ред. Ю.А.Золотова. – М.: Высш. шк., 2002. – С.120-198.

4. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 219-228, 271-274.

6. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 402-510.

**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.