

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ УКРАИНЫ  
Запорожский государственный медицинский университет  
Кафедра аналитической химии

**ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА  
И МЕТРОЛОГИЯ**  
(конспект)

**Модуль 1**

Учебно-методическое пособие  
для преподавателей и студентов 2 курса  
по специальности «Фармация»

Запорожье  
2014

Учебно-методическое пособие **составили:**

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

**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**.

**Физические методы анализа и метрология.** Модуль 1. (конспект) :  
учебно-методическое пособие для преподавателей и студентов 2 курса  
специальностей «Фармация» / сост. С. А. Васюк, А. С. Коржова, О. А.  
Тарханова. – Запорожье : [ЗГМУ], 2014. – 26 с.

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

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Физические методы анализа и метрология изучаются согласно программы 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 г. № 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 физические методы анализа и метрологию изучают в III семестре.

Программа дисциплины состоит из 1 модуля, в состав которого входят 5 смысловых модулей:

1. Метрология и стандартизация аналитического контроля.
2. Механические методы исследований в фармации.
3. Оптические методы.
4. Электрохимические методы.
5. Хроматографические методы.

## Занятие № 1

**1. ТЕМА: Основные понятия и термины метрологии. Статистическая обработка результатов анализа**

**2. ЦЕЛЬ: Сформировать знания по метрологии. Научиться оценивать результаты анализа**

**3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:**

- 3.1. Изучить виды ошибок, методы их выявления.
- 3.2. Научиться проводить статистическую обработку и оценивать результаты анализа.
- 3.3. Сформировать умение оценивать правильность и воспроизводимость результатов анализа.

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

- 4.1. Организационный момент .....2 мин
- 4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....3 мин
- 4.3. Выявление исходного уровня знаний .....10 мин
- 4.4. Коррекция исходного уровня знаний.....25 мин
- 4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности).....5 мин
- 4.6. Лабораторная работа.....35 мин
- 4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....9 мин
- 4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....1 мин

**5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:**

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

### Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Метрология, ее задачи.
2. Основные понятия метрологии.
3. Ошибки в количественном анализе. Классификация ошибок.
4. Систематические и случайные ошибки, их причины.
5. Правильность и воспроизводимость результатов анализа.
6. Статистическая обработка результатов анализа: среднее выборки, дисперсия, стандартное отклонение, стандартное отклонение среднего результата, доверительный интервал, относительная погрешность среднего результата.
7. Какие методы обнаружения грубых ошибок (промахов) используются в математической статистике?
8. Что такое Q-критерий, и от каких факторов он зависит?
9. На основании чего можно судить о наличии систематической ошибки?

### Литература:

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 1. Титриметрические и гравиметрические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 24-49.
2. Государственная фармакопея СССР: Вып. 1. Общие методы анализа. – 11-е изд. – М.: Медицина, 1987. – Т.1. – 336 с.
3. Державна Фармакопея України. – 1-е вид. – Харків: РІРЕГ, 2001. – 556 с.
4. Державна Фармакопея України. – 1-е вид. – Харків: РІРЕГ, 2001. – Доповнення 1. – 2004. – 520 с.
5. Дворкин В. И. Метрология и обеспечение качества количественного анализа. – М.: Химия, 2001. – 263 с.
6. Дерффель К. Статистика в аналитической химии. Пер. с нем. – М.: Мир, 1994. – 268 с.
7. Лурье Ю. Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
8. Пономарев В. Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 30-36.
9. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 7-34.

## 6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

### Статистическая обработка результатов определения тиамина хлорида в таблетках

Декларируемое содержание тиамина хлорида в таблетке составляет  $\mu=0,0100$  г. При анализе образца таблеток в шести параллельных определениях получены следующие результаты массы тиамина хлорида в таблетке, в г: 0,0105; 0,0093; 0,0102; 0,0101; 0,0103; 0,0099.

Охарактеризовать воспроизводимость результатов анализа, оценить правильность методики и рассчитать систематическую ошибку методики.

## 7. НАГЛЯДНЫЕ ПОСОБИЯ, ТС ОБУЧЕНИЯ И КОНТРОЛЯ

7.1. Табличный фонд по теме занятия.

7.2. Учебные пособия:

– справочник по аналитической химии.

7.3. ТС обучения и контроля:

– карточки для выявления исходного уровня знаний-умений;

– контрольные вопросы.

## Занятие № 2

**1. ТЕМА: Основные понятия и термины метрологии. Сравнение двух методик по воспроизводимости и правильности**

**2. ЦЕЛЬ: Сформировать знания по метрологии. Научиться сравнивать две методики по воспроизводимости и правильности**

**3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:**

3.1. Изучить виды ошибок, методы их выявления..

3.2. Научиться проводить статистическую обработку и оценивать результаты анализа.

3.3. Сформировать умение сравнивать две методики по воспроизводимости и правильности.

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

4.1. Организационный момент .....	2 мин
4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....	3 мин
4.3. Выявление исходного уровня знаний.....	10 мин
4.4. Коррекция исходного уровня знаний.....	25 мин
4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности).....	5 мин
4.6. Лабораторная работа.....	35 мин
4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....	9 мин
4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....	1 мин

#### 5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

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

##### Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Метрология, ее задачи.
2. Основные понятия метрологии.
3. Ошибки в количественном анализе. Классификация ошибок.
4. Систематические и случайные ошибки, их причины.
5. Правильность и воспроизводимость результатов анализа.
6. Статистическая обработка результатов анализа: среднее выборки, дисперсия, стандартное отклонение, стандартное отклонение среднего результата, доверительный интервал, относительная погрешность среднего результата.
7. Сравнение двух методик по воспроизводимости и правильности.

##### 5.2. Решить задачи:

**Задача 1.** При определении кальция гравиметрическим методом получили следующие результаты CaO (в %): 12,86; 12,90; 12,93; 12,84. Вычислить стандартное отклонение в определении содержания кальция.

Ответ: 0,04.

**Задача 2.** При исследовании раствора получили следующие значения pH: 5,48; 5,45; 5,30; 5,50; 5,55. Определить, является ли значение pH 5,30 грубой ошибкой.

Ответ: нет.

**Задача 3.** Имеется ли систематическая ошибка в определении платины новым методом, если при анализе стандартного образца, содержащего 85,97% платины, были получены следующие результаты (в %): 85,97; 85,71; 85,84; 85,79?

Ответ: нет.

##### Литература:

1. Государственная фармакопея СССР: Вып. 1. Общие методы анализа. – 11-е изд. – М.: Медицина, 1987. – Т.1. – 336 с.
2. Державна Фармакопея України. – 1-е вид. – Харків: РІРЕГ, 2001. – 556 с.
3. Державна Фармакопея України. – 1-е вид. – Харків: РІРЕГ, 2001. – Доповнення 1. – 2004. – 520 с.
4. Дворкин В. И. Метрология и обеспечение качества количественного анализа. – М.: Химия, 2001. – 263 с.
5. Дерффель К. Статистика в аналитической химии. Пер. с нем. – М.: Мир, 1994. – 268 с.
6. Лурье Ю. Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
7. Пономарев В. Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 30-36.
8. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 7-34.

## 6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

### Сравнение двух методик гравиметрического определения Fe(III) по воспроизводимости и правильности

Определение массовой доли (в %) Fe(III) в образце провели двумя гравиметрическими методиками: I методика – новая методика, по которой Fe(III) осаждают в кристаллической форме в виде соединения с борорганическим реагентом, II методика – стандартная методика осаждения Fe(III) в виде гидроксида железа аммиаком и взвешивания Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Получены следующие результаты анализа (массовая доля Fe(III) в %):

*проверяемая методика* – 20,10; 20,50; 18,65; 19,25; 19,40; 19,99;

*стандартная методика* – 18,89; 19,20; 19,00; 19,70; 19,40.

Сравнить обе методики по воспроизводимости и правильности.

## 7. НАГЛЯДНЫЕ ПОСОБИЯ, ТС ОБУЧЕНИЯ И КОНТРОЛЯ

7.1. Табличный фонд по теме занятия.

7.2. Учебные пособия:

– справочник по аналитической химии.

7.3. ТС обучения и контроля:

– карточки для выявления исходного уровня знаний-умений;

– контрольные вопросы;

– тесты.

## Занятие № 3

**1. ТЕМА: Механические методы исследований**

**2. ЦЕЛЬ: Закрепить знания по способам выражения концентрации растворов. Научиться объяснять физические принципы, которые лежат в основе механических методов исследования в фармации**

**3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:**

- 3.1. Приобрести навыки по расчетам концентрации растворов, по переводу одного способа выражения концентрации раствора в другой.
- 3.2. Овладеть техникой измерения плотности растворов с помощью ареометра.
- 3.3. Научиться определять концентрацию раствора по плотности.

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

4.1. Организационный момент .....	2 мин
4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....	3 мин
4.3. Выявление исходного уровня знаний.....	10 мин
4.4. Коррекция исходного уровня знаний.....	25 мин
4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности).....	5 мин
4.6. Лабораторная работа.....	35 мин
4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....	9 мин
4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....	1 мин

#### 5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

- 5.1. Повторить из курса неорганической химии: эквивалент, фактор эквивалентности; способы выражения концентрации растворов; способы определения концентрации растворов.
- 5.2. Изучить программный материал по данной теме, пользуясь рекомендуемой литературой и лекциями.

#### Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Концентрация растворов и способы ее выражения: массовая доля; молярная концентрация; молярная концентрация эквивалента; титр растворенного вещества.
2. Определение концентрации растворов по плотности. Расчет концентрации методом интерполяции.

#### 5.3. Решить задачи:

**Задача 1.** Вычислить массовую долю хлорида натрия, если известно, что 20 г хлорида натрия растворили в 180 г воды.

Ответ: 10%.

**Задача 2.** Из 10,6 г карбоната натрия приготовили 500 мл раствора. Вычислить молярную концентрацию приготовленного раствора.

Ответ: 0,2 моль/л.

**Задача 3.** Определить молярную концентрацию эквивалента раствора, содержащего 30 г хлорида алюминия в 500 мл раствора.

Ответ: 1,35 моль/л.

**Задача 4.** Сколько нужно взять нитрата серебра на 250 мл раствора, чтобы его титр был 0,0017 г/мл?

**Литература:**

1. Практикум по аналитической химии. Под общ.ред. В.Д. Пономарева, Л.И. Ивановой. – М.: Высшая школа, 1983. – С. 134-137.
2. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 73-75.

**6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА**

**Определение массовой доли (в %) раствора хлорида кальция по плотности**

Плотность раствора наиболее просто может быть определена с помощью ареометра.

В цилиндр наливают около 200 мл исследуемого раствора хлорида кальция и опускают ареометр, придерживая его рукой. После того, как ареометр остановится, производят отсчет. Деление, против которого находится верхний край мениска жидкости, соответствует плотности раствора. Во время отсчета глаз должен находиться на уровне мениска. С помощью ареометра плотность определяется с точностью  $\pm 0,003$ .

Измерение плотности раствора проводят три раза (каждый раз опускают ареометр и снова снимают показание) и находят среднее арифметическое трех определений. По найденной плотности раствора определяют концентрацию (табл. 1).

Если измеренная величина плотности в таблице отсутствует, то массовую долю раствора найти методом интерполяции.

Плотности и массовые доли (в %) водных растворов хлорида кальция

Массовая доля хлорида кальция (в %)	Плотность при 25°C (в г/мл)
1	1,007
2	1,015
4	1,032
6	1,049
8	1,066
10	1,083
12	1,101
14	1,120
16	1,139
18	1,158
20	1,177

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;
- тесты.

## Занятие № 4

### 1. ТЕМА: Оптические методы анализа. Фотоколориметрия и спектрофотометрия

**2. ЦЕЛЬ:** Изучить теоретические основы молекулярной абсорбционной спектроскопии. Научиться использовать УФ-спектрофотометрию для идентификации веществ

### 3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:

- 3.1. Усвоить теоретические основы оптических методов анализа.
- 3.2. Научиться находить и рассчитывать основные характеристики поглощения светового излучения.
- 3.3. Владеть техникой измерения оптической плотности растворов с помощью спектрофотометра СФ-46.
- 3.4. Научиться идентифицировать вещества по спектрам поглощения в УФ-области.

### 4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:

- 4.1. Организационный момент .....2 мин
- 4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....3 мин
- 4.3. Выявление исходного уровня знаний.....10 мин
- 4.4. Коррекция исходного уровня знаний.....25 мин
- 4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности).....5 мин
- 4.6. Лабораторная работа.....35 мин
- 4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....9 мин
- 4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....1 мин

### 5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

- 5.1. Повторить из курса физики основные характеристики электромагнитного излучения.
- 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).

3. Молекулярная абсорбционная спектрофотометрия – сущность и основные понятия (пропускание, оптическая плотность, молярный и удельный коэффициенты поглощения, связь между коэффициентами поглощения).
4. 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.

### 5.3. Решить задачи:

**Задача 1.** Оптическая плотность раствора составляет 0,205. Рассчитать светопропускание этого раствора в процентах.

Ответ: 62,37%.

**Задача 2.** Рассчитать оптимальную толщину поглощающего слоя, необходимого для фотометрического определения меди в виде диэтилдитиокарбамината, если молярный коэффициент светопоглощения  $1,28 \cdot 10^4$ , оптимальная величина светопоглощения 0,43, концентрация меди в 50,00 мл фотометрического раствора 0,1 мг.

Ответ: 1,07 см.

**Задача 3.** Определите молярный коэффициент поглощения окрашенного соединения железа, если известно, что оптическая плотность окрашенного раствора при максимальном поглощении монохроматического излучения в кювете с толщиной слоя 5 см равна 0,750. Концентрация растворенного железа составляет 0,05 мг в 50 мл.

Ответ: 8350.

### 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. 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

### Идентификация кислоты аскорбиновой

#### 1. Приготовление компенсационного раствора

В мерную колбу вместимостью 100,00 мл помещают 10,00 мл 0,1 М раствора хлороводородной кислоты, доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

## 2. Приготовление анализируемого раствора

В мерную колбу вместимостью 100,00 мл помещают 1,00 мл раствора аскорбиновой кислоты (содержание 1 мг/1 мл), 10,00 мл 0,1 М раствора хлороводородной кислоты и доводят водой до метки.

Измеряют УФ-спектр в области от 220 до 300 нм. На полученном спектре должен быть максимум при 243 нм.

$\lambda$ , нм	A	$\lambda$ , нм	A	$\lambda$ , нм	A

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;
- тесты.

## Занятие № 5

**1. ТЕМА: Оптические методы анализа. Фотокolorиметрия и спектрофотометрия. Выбор условий фотометрических определений**

**2. ЦЕЛЬ: Сформировать знания по выбору оптимальных условий фотометрических определений и умения применять их в анализе**

3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:

3.1. Изучить алгоритм подбора оптимальных условий фотометрических методов анализа.

3.2. Научиться выбирать аналитическую длину волны.

4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:

- 4.1. Организационный момент .....2 мин
- 4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....3 мин
- 4.3. Выявление исходного уровня знаний.....10 мин
- 4.4. Коррекция исходного уровня знаний.....25 мин
- 4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности).....5 мин
- 4.6. Лабораторная работа.....35 мин
- 4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....9 мин
- 4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....1 мин

## 5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

5.1. Повторить материал, изученный по теме № 4.

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

### Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Выбор оптимальных условий проведения фотометрического определения:  
– выбор длины волны;– выбор толщины слоя (для фотоколориметрии).
2. Проверка подчиняемости закону Бера:  
– расчетным методом;– графическим методом.
3. Законы светопоглощения: закон Бугера-Ламберта, закон Бера, объединенный основной закон Бугера-Ламберта-Бера. Условия соблюдения основного закона светопоглощения.
4. Причины отклонений от основного закона светопоглощения.
5. Правило аддитивности оптических плотностей. Определение многокомпонентных систем.

### 5.3. Решить задачи:

**Задача 1.** При определении железа в виде моно-сульфосалицилата оптическая плотность раствора, содержащего 0,23 мг железа в 50 мл, оказалась равной 0,264 при толщине слоя 2 см. Вычислите значение молярного коэффициента светопоглощения моносульфосалицилата железа.

Ответ: 1603.

**Задача 2.** При определении марганца в виде перманганата оптическая плотность раствора, содержащего 0,12 мг марганца в 100 мл, равнялась 0,152. Измеряли ее при длине волны равной 525 нм в кювете с толщиной слоя 3 см. Вычислите молярный коэффициент светопоглощения.

Ответ: 2300.

### 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. 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

### Определение аналитической длины волны при определении метилового оранжевого(нахождение изобестической точки)

Если сопряженные кислотная и основная формы вещества имеют различные спектральные характеристики, то его аналитическая концентрация в растворах различной кислотности может быть определена при длине волны изобестической точки, где коэффициенты поглощения обеих форм одинаковы.

*1. Приготовление кислотной формы метилового оранжевого (НА)*

В мерную колбу вместимостью 100,0 мл помещают 10,00 мл  $1,5 \cdot 10^{-4}$  М раствора метилового оранжевого ( $M_{\text{м.о.}} = 327,3$  г/моль), 1 мл 1 М раствора серной кислоты, доводят водой до метки и перемешивают.

*Приготовление компенсационного раствора.* В мерную колбу вместимостью 100,0 мл помещают 1 мл 1 М раствора серной кислоты, доводят водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность полученного раствора с помощью СФ-46 в кварцевых кюветках с толщиной слоя 1 см в диапазоне 450-500 нм.

*2. Приготовление основной формы метилового оранжевого (А<sup>-</sup>)*

В мерную колбу вместимостью 100,0 мл помещают 10,00 мл  $1,5 \cdot 10^{-4}$  М раствора метилового оранжевого ( $M_{\text{м.о.}} = 327,3$  г/моль), 5 мл 0,1 М раствора гидроксида натрия, доводят водой до метки и перемешивают.

*Приготовление компенсационного раствора.* В мерную колбу вместимостью 100,0 мл помещают 5 мл 0,1 М раствора гидроксида натрия, доводят водой до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность полученного раствора с помощью СФ-46 в кварцевых кюветках с толщиной слоя 1 см в диапазоне 450-500 нм.

Результаты измерений заносят в таблицу

$\lambda$ , нм	A (НА)	A (А <sup>-</sup> )

По полученным данным строят график зависимости оптической плотности раствора от длины волны  $A = f(\lambda)$ . По графику определяют положение длины волны изобестической точки ( $\lambda_{\text{ит}}$ ).

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;
- тесты.

## Занятие № 6

**1. ТЕМА: Оптические методы анализа. ИК-спектromетрия**

**2. ЦЕЛЬ: Изучить теоретические основы ИК-спектromетрии. Научиться использовать характеристические частоты в ИК-спектрах для идентификации и количественного определения органических соединений**

### 3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:

- 3.1. Усвоить сущность метода ИК-спектрометрии. Ее особенности по сравнению с другими фотометрическими методами.
- 3.2. Научиться идентифицировать органическое соединение путем интерпретации его ИК-спектра.

### 4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:

- 4.1. Организационный момент .....2 мин
- 4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....3 мин
- 4.3. Выявление исходного уровня знаний.....10 мин
- 4.4. Коррекция исходного уровня знаний.....25 мин
- 4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности).....5 мин
- 4.6. Лабораторная работа.....35 мин
- 4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....9 мин
- 4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....1 мин

### 5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

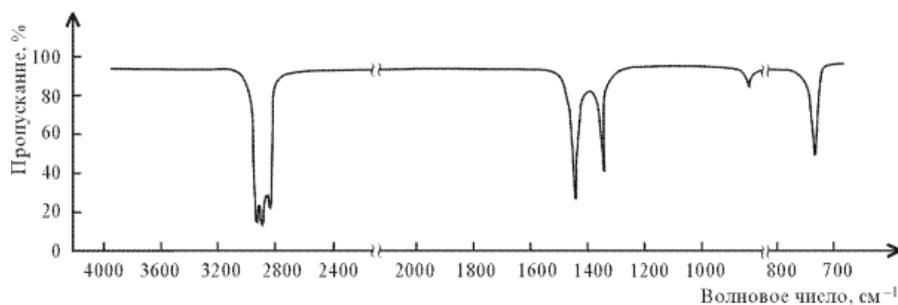
- 5.1. Изучить программный материал по данной теме, пользуясь рекомендуемой литературой и лекциями.

#### Учебные вопросы для самоподготовки студентов

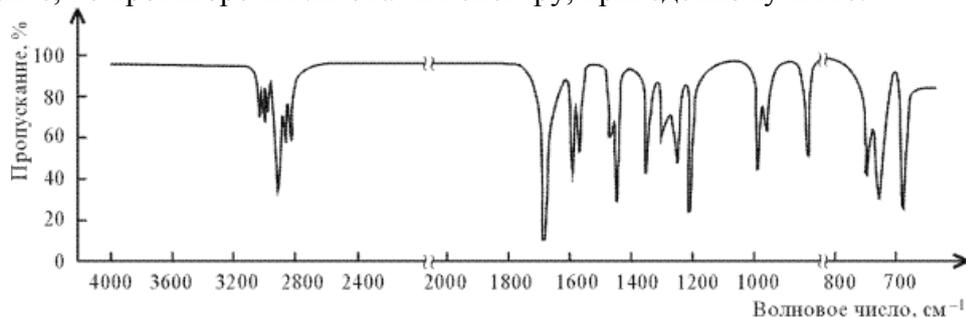
1. Механизм возникновения ИК-спектров.
2. Какие типы колебаний могут присутствовать в молекуле?
3. Все ли колебания атомов в молекуле проявляются в ИК- спектре?
4. Нормальные колебания, их количество в N-атомной молекуле. Как они подразделяются.
5. Что такое характеристические частоты, и от чего зависит их положение в ИК-спектре?
6. Что такое «область отпечатков пальцев»? Для чего она используется?
7. Области применения ИК-спектрометрии в фармацевтическом анализе.
8. На чем основан качественный анализ методом ИК-спектрометрии? Как проводится идентификация чистого вещества? Что лежит в основе структурно-группового анализа веществ?
9. На чем основан количественный анализ методом ИК-спектрометрии? Метод базовых линий; для каких целей и в каких случаях его используют?

#### 5.2. Решить задачи:

**Задача 1.** ИК-спектр, приведенный ниже, принадлежит нонану или гексанолу-1? Сделайте выбор, мотивируйте ответ.



**Задача 2.** По данным спектра ПМР (протонно-магнитный резонанс) неизвестное вещество содержит *p*-замещенное бензольное кольцо, цепочку  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2$ , альдегидную группу. Предложите структурную формулу вещества и посмотрите, не противоречит ли она ИК-спектру, приведенному ниже:



#### Литература:

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 53-60, 86.
2. Основы аналитической химии. В 2 кн. Кн. 2. Методы химического анализа / Ю.А.Золотов, Е.Н.Дорохова, В.И.Фадеева и др. / Под ред. Ю.А.Золотова. – М.: Высш. шк., 2002. – С.282-297.
3. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 179-183.
4. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 528-586.

#### 6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

##### Расшифровка ИК-спектров органических соединений

Каждый студент получает предварительно снятый спектр неизвестного органического соединения. Необходимо произвести отнесение интенсивных полос поглощения к тем или иным функциональным группам, используя таблицу характеристичных колебательных частот органических соединений. Зная брутто-формулу соединения, сделать вывод о структуре соединения.

##### *Частоты основных максимумов поглощения и их отнесение*

Частоты	Соответствующие функциональные группы

Провести обоснование и вывод структурной формулы.

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

7.1. Табличный фонд по теме занятия.

7.2. Учебные пособия:

– справочник по аналитической химии.

7.3. ТС обучения и контроля:

– карточки для выявления исходного уровня знаний-умений;

– контрольные вопросы;

– тесты.

## Занятие № 7

**1. ТЕМА: Электрохимические методы анализа. Потенциометрический анализ. рН-метрия**

**2. ЦЕЛЬ: Изучить теоретические основы потенциометрического метода анализа. Научиться применять прямую потенциометрию в 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.

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

4.1. Организационный момент .....	2 мин
4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....	3 мин
4.3. Выявление исходного уровня знаний.....	10 мин
4.4. Коррекция исходного уровня знаний.....	25 мин
4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности).....	5 мин
4.6. Лабораторная работа.....	35 мин
4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....	9 мин
4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....	1 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 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.

### 5.2. Решить задачи:

**Задача 1.** При температуре 298,15°К потенциал водородного электрода, погруженного в исследуемый раствор, равен – 0,118 В. Вычислить рН и концентрацию ионов водорода этого раствора.

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

**Задача 2.** Потенциал серебряного электрода в растворе соли серебра равен 0,434 В. Какова равновесная концентрация ионов серебра, если стандартный потенциал равен 0,799 В?

Ответ:  $6,3 \cdot 10^{-7}$  моль/л.

### Литература:

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 179-201.
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.120-147.
4. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 219-225.
6. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 447-454.

## 6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

### Определение рН растворов

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

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

Полученные результаты записывают в таблицу:

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

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;
  - тесты.

## Занятие № 8

### 1. ТЕМА: Электрохимические методы анализа. Кондуктометрический анализ

**2. ЦЕЛЬ: Изучить теоретические основы кондуктометрического метода анализа. Научиться применять прямую кондуктометрию в анализе**

### 3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:

- 3.1. Усвоить сущность и классификацию кондуктометрических методов анализа.
- 3.2. Научиться определять степень и константу диссоциации слабого электролита, а также рН его раствора путем измерения удельной электрической проводимости раствора.

### 4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:

4.1. Организационный момент .....	2 мин
4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....	3 мин
4.3. Выявление исходного уровня знаний.....	10 мин
4.4. Коррекция исходного уровня знаний.....	25 мин
4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности).....	5 мин
4.6. Лабораторная работа.....	35 мин
4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....	9 мин
4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....	1 мин

### 5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

- 5.1. Повторить из курса аналитической химии: теория сильных электролитов, закон разбавления Оствальда, произведение растворимости малорастворимого сильного электролита, вычисления рН в водных растворах
- 5.2. Изучить программный материал по данной теме, пользуясь рекомендуемой литературой и лекциями.

### Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Сущность кондуктометрического анализа.
2. Понятие удельной и эквивалентной электропроводности, математическая связь между ними.

3. Влияние на электропроводность природы электролита; природы растворителя; концентрации электролита (сильного, слабого); температуры.
4. Эквивалентная электропроводность при бесконечном разведении. Закон Кольрауша.
5. Прямая кондуктометрия. Расчет степени и константы диссоциации слабого электролита по данным кондуктометрических измерений.
6. Прямая кондуктометрия. Расчет предельной эквивалентной электропроводности раствора сильного электролита по данным кондуктометрических измерений. Эмпирическое уравнение Кольрауша.
7. Прямая кондуктометрия. Определение рН раствора слабого электролита и растворимости малорастворимого электролита путем измерения удельной электропроводности раствора.
8. Определение концентрации вещества в растворе при помощи кондуктометрического титрования.

### 5.3. Решить задачи:

**Задача 1.** Эквивалентная электропроводность 0,117 М раствора уксусной кислоты при 25°C равна 4,815 См·см<sup>2</sup>/моль экв. Рассчитать степень диссоциации СН<sub>3</sub>СООН в этом растворе, константу ее диссоциации и рК<sub>а</sub>. Подвижности ионов водорода и ацетата при этой температуре соответственно равны 349,8 и 40,9 См·см<sup>2</sup>/моль экв.

Ответ: 1,23%; 1,80·10<sup>-5</sup>; 4,75.

**Задача 2.** С помощью справочных данных (ПР, λ<sub>0</sub>) определить эквивалентную (λ) и удельную (α) электропроводности насыщенного раствора AgBr (αН<sub>2</sub>О= 1,5·10<sup>-6</sup> См/см).

Ответ: 0,22·10<sup>4</sup>См·см<sup>2</sup>/моль экв.; 1,6·10<sup>-6</sup> См/ см.

### Литература:

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 160-170.
2. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
3. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 229-232.
4. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 457-466.

## 6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

### Определение степени и константы диссоциации уксусной кислоты, а также рН ее раствора

#### 1. Приготовление исследуемых растворов уксусной кислоты

В ряд мерных колб вместимостью 50,00 мл помещают 1,00; 2,00; 4,00; 7,50; 15,00 и 30,00 мл 0,1 М раствора уксусной кислоты, доводят водой до метки и перемешивают. Концентрацию приготовленных растворов находят, используя формулу:

$$C_{\text{приг.}} \cdot V_{\text{приг.}} = C_{\text{исх.}} \cdot V_{\text{исх.}}$$

Полученные значения заносят в таблицу.

Для каждого измерения электропроводности следует брать одинаковый объём раствора, так как в проведении тока участвует весь объём раствора, а не только его часть, которая заключена между электродами. Для этого полученные растворы переливают в стаканчики на 50 мл для последующих измерений электропроводности.

### 2. Калибровка прибора и измерение удельной электропроводности исследуемых растворов

Тщательно промывают электрод дистиллированной водой (значение удельной электрической проводимости дистиллированной воды не должно превышать  $5 \cdot 10^{-6}$  См/см).

Заполняют стаканчик на 50 мл калибровочным 0,1 н. раствором KCl. Помещают электрод в сосуд таким образом, чтобы отверстия в корпусе (патроне) электрода были полностью погружены в раствор. При необходимости слегка постукивают электродом о дно сосуда, для того чтобы удалить пузырьки воздуха, оставшиеся в патроне электрода между металлическими контактами.

По истечении нескольких минут, когда показания стабилизируются, устанавливают на дисплее значение электропроводности калибровочного раствора при  $25^\circ\text{C}$  (для 0,1 н. калибровочного раствора KCl  $\kappa = 12,88$  мСм/см).

После калибровки тщательно промывают электрод дистиллированной водой (значение электропроводности дистиллированной воды должно составлять  $1 \cdot 10^{-6}$ - $5 \cdot 10^{-6}$  См/см).

Помещают электрод в сосуд с исследуемым раствором таким образом, чтобы отверстия в корпусе (патроне) электрода были полностью погружены в раствор. При необходимости слегка постукивают электродом о дно сосуда, для того чтобы удалить пузырьки воздуха, оставшиеся в патроне электрода между металлическими контактами. По истечении нескольких минут на дисплее отобразится значение электропроводности исследуемого раствора.

Измеряют удельную электропроводность остальных исследуемых растворов. По окончании измерений электрод тщательно промыть дистиллированной водой (значение электропроводности дистиллированной воды должно составлять  $1 \cdot 10^{-6}$ - $5 \cdot 10^{-6}$  См/см).

### 3. Обработка результатов измерения удельной электропроводности

Полученные результаты заносят в таблицу; рассчитывают значения  $\kappa$ ,  $\lambda$ ,  $\alpha$ ,  $K_{\text{дисс.}}$ , pH и также заносят в таблицу:

Результаты определения степени и константы диссоциации уксусной кислоты, а также pH ее раствора путем измерения удельной электропроводности

$C_{\text{экв.}}$ моль/л	$\kappa$ , См·м	$\lambda$ , См·см <sup>2</sup> /моль экв.	$\alpha$	$K_{\text{дисс.}}$	pH

Найдя в справочнике значение константы диссоциации уксусной кислоты  $K_{\text{дисс.}}$  справ., вычисляют величины абсолютной и относительной погрешностей определения константы диссоциации.

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;
- тесты.

### Занятие № 9

#### 1. ТЕМА: Хроматографические методы анализа. Тонкослойная хроматография

**2. ЦЕЛЬ:** Изучить сущность методов хроматографии. Приобрести умения практически применять метод 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.

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

4.1. Организационный момент .....	2 мин
4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....	3 мин
4.3. Выявление исходного уровня знаний.....	10 мин
4.4. Коррекция исходного уровня знаний.....	25 мин
4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности).....	5 мин
4.6. Лабораторная работа.....	35 мин
4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....	9 мин
4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....	1 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. Хроматография, сущность метода.
2. Принцип и основные понятия метода тонкослойной хроматографии (линия старта и линия финиша растворителя; коэффициент подвижности; относительный коэффициент подвижности).
3. Носители НФ и сорбенты, применяемые в ТСХ.
4. Растворители, применяемые в ТСХ.
5. Техникаэксперимента в ТСХ.
6. Область применения и значение ТСХ в фармации.

#### 5.2. Решить задачи:

**Задача 1.** Рассчитать  $R_f$  и  $R_s$  для аланина по следующим данным хроматографического разделения: расстояние от линии старта до линии финиша составляет 50 мм, расстояние от линии старта до середины пятна аланина – 45 мм, расстояние от линии старта до центра пятна стандартного вещества – 46 мм.

Ответ: 0,90; 0,98.

**Задача 2.** В результате хроматографирования анализируемого раствора, содержащего смесь трех катионов  $X^{2+}$ ,  $Y^{2+}$  и  $Z^{2+}$ , с использованием в качестве стандарта раствор, содержащий катионы  $Sr^{2+}$ , получено:  $L=100$  мм,  $l(X^{2+})=52$  мм,  $l(Y^{2+})=26$  мм,  $l(Z^{2+})=65$  мм;  $l(Sr^{2+})=40$  мм. Рассчитать значения относительных коэффициентов подвижности  $R_s$  для всех трех катионов и установить их природу, если известно, что для данных условий  $R_s(Ba^{2+})=0,65$ ,  $R_s(Ca^{2+})=1,31$ ,  $R_s(Mg^{2+})=1,62$ .

Ответ:  $R_s(X^{2+})=1,30$ ,  $X^{2+}=Ca^{2+}$ ;  
 $R_s(Y^{2+})=0,65$ ,  $Y^{2+}=Ba^{2+}$ ;  
 $R_s(Z^{2+})=1,63$ ,  $Z^{2+}=Mg^{2+}$ .

#### Литература:

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 321-325.
2. Практикум по аналитической химии. Под общ. ред. В.Д. Пономарева, Л.И. Ивановой. – М.: Высшая школа, 1983. – С. 123-124.
3. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 1. Общие теоритические основы. Качественный анализ. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 269-278.

## 6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

### 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;
- тесты.

## Занятие № 10

### 1. ТЕМА: Итоговый контроль усвоения модуля 1

**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 физическим методам анализа и метрологии.

3.2. Проверить умения студентов обоснованно выбирать методику анализа предложенного химического соединения, проводить статистическую обработку полученных результатов, 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).....	30 мин
4.3. Коррекция конечного уровня знаний-умений (индивидуальное собеседование).....	50 мин
4.4. Заключительное слово преподавателя по результатам итогового контроля.....	5 мин

### 5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

5.1. Повторить теоретический материал и решение расчетных задач по темам «Основные понятия и термины метрологии», «Механические методы исследований», «Оптические методы анализа», «Электрохимические методы анализа», «Хроматографические методы анализа».

5.2. Проработать вопросы тестового контроля по разделам «Основные понятия и термины метрологии», «Оптические методы анализа», «Электрохимические методы анализа», «Хроматографические методы анализа».

### 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. 1. Титриметрические и гравиметрические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 24-49.
4. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 50-90, 160-246, 292-342.
5. Государственная фармакопея СССР: Вып. 1. Общие методы анализа. – 11-е изд. – М.: Медицина, 1987. – Т.1. – 336 с.
6. Державна Фармакопея України. – 1-е вид. – Харків: РІРЕГ, 2001. – 556 с.
7. Державна Фармакопея України. – 1-е вид. – Харків: РІРЕГ, 2001. – Додовнення 1. – 2004. – 520 с.
8. Дворкин В. И. Метрология и обеспечение качества количественного анализа. – М.: Химия, 2001. – 263 с.
9. Дерффель К. Статистика в аналитической химии. Пер. с нем. – М.: Мир, 1994. – 268 с.
10. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
11. Основы аналитической химии / Ю.А.Золотов, Е.Н.Дорохова, В.И.Фадеева и др. / Под ред. Ю.А.Золотова. – М.: Высш. шк., 2002. – С. 120-222, 267-297.
12. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 30-36, 151-153, 163-183, 219-228, 271-274.
13. Практикум по аналитической химии. Под общ.ред. В.Д. Пономарева, Л.И. Ивановой. – М.: Высшая школа, 1983. – С. 207-213.
14. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 269-278.
15. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 7-34, 303-356, 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.

## **СПИСОК ТЕМ РЕФЕРАТОВ (индивидуальная работа студентов)**

1. УФ-спектроскопия. Качественный анализ и идентификация веществ.
2. Люминесцентный анализ.
3. Спектроскопия комбинационного рассеивания (КР).
4. Спектроскопия электронного парамагнитного резонанса (ЭПР).
5. Спектроскопия ядерного магнитного резонанса (ЯМР).
6. Оптические методы анализа. Поляриметрия.
7. Полярография.
8. Кулонометрия.
9. Амперометрическое титрование.
10. Газовая хроматография.
11. Жидкостная хроматография.
12. Рентгеновская спектроскопия.

13. Методы и аппаратура для рентгеноструктурного анализа.
14. Масс-спектрометрия.

По одной из тем каждый студент должен подготовить и защитить реферат. Оценка за индивидуальную работу ставится в конце всех практических занятий и учитывается при выставлении конечной оценки за весь курс «Физические методы анализа и метрология».

Требования к оформлению реферата: объем реферата – 5 страниц формата А-4; шрифт – TimesNewRoman; размер шрифта – 14; параметры страницы – поля 2 см; интервал – 1,5 строки.