

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ УКРАИНЫ
Запорожский государственный медицинский университет
Кафедра аналитической химии

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

(конспект)

Смысловой модуль 3

УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ПОСОБИЕ

для преподавателей и студентов 2 курса
медицинского факультета по специальности
«Лабораторная диагностика»

Запорожье
2015

Учебно-методическое пособие составили:

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

Рецензенты:

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

Инструментальные методы анализа. Смысловой модуль 3. (конспект) : учебно-методическое пособие для преподавателей и студентов 2 курса специальностей «Фармация» / сост. С. А. Васюк, А. С. Коржова. – Запорожье : [ЗГМУ], 2015. – 10 с.

*Утверждено на заседании Центрального методического совета
Запорожского государственного медицинского университета
(протокол № 4 от 26.02.2015 г.)*

ПРЕДИСЛОВИЕ

Аналитическая химия изучается в соответствии с образовательно-квалификационной характеристикой и образовательно-профессиональной программой подготовки специалистов, утвержденных приказом МОН Украины от 16.04.2003 года № 239.

Согласно учебного плана для студентов медицинского факультета специальности «Лабораторная диагностика» аналитическую химию изучают в III семестре.

Программа дисциплины состоит из 1 модуля – «Аналитическая химия», в состав которого входят 3 смысловых модуля:

1. Аналитическая химия. Качественный анализ.
2. Аналитическая химия. Количественный анализ.
3. Инструментальные методы анализа.

Занятие № 16

ТЕМА: Оптические методы анализа. Фотоколориметрия и спектрофотометрия. Рефрактометрия

ЦЕЛЬ: Изучить теоретические основы молекулярной абсорбционной спектроскопии и рефрактометрии. Научиться применять оптические методы анализа

Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Сущность оптических методов анализа и их классификация.
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.
4. Фотометрические реакции, требования, предъявляемые к ним и фотометрическим реагентам.
5. Выбор оптимальных условий проведения фотометрического определения.
6. Способы нахождения концентрации определяемого вещества.
7. Сущность рефрактометрического метода анализа. Закон преломления Снеллиуса.
8. Понятие показателя преломления (абсолютный и относительный показатели преломления). Факторы, влияющие на величину показателя преломления.
9. Рефрактометрический фактор F – физический смысл, способ нахождения (математическое выражение).
10. На чем основано применение рефрактометрии в количественном анализе. Основные рефрактометрические методики анализа.

Литература:

1. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 151-153, 163-183, 199-204.
2. 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, 370-372.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

1. 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.

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 λ_{\max} пропускания, нм	Значение оптической плотности, А		
	A ₁	A ₂	A _{ср.}

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

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 _{ср.}

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

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

2. Определение концентрации растворов анализируемых веществ рефрактометрическим методом

Методика работы. Исследуемый раствор и дистиллиро-ванную 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. Бромид калия	0,00121	0,00119	0,00117	0,00115	0,00113	
5. Хлорид калия	0,00173	0,00170	0,00166	0,00162	0,00158	
6. Хлорид кальция	0,00121	0,00120	0,00119	0,00118	0,00117	0,00116
7. Сульфат магния	0,00100	0,00097	0,00095	0,00093	0,00091	0,00089
8. Бромид натрия	0,00141	0,00141	0,00139	0,00137	0,00135	
9. 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, %

Занятие № 17

1. ТЕМА: Электрохимические методы анализа. Потенциометрический анализ

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

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 потенцио-метрическом титровании. Индикаторные электрохимические реакции. Требования, предъявляемые к данным реакциям.

Литература:

1. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
2. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 219-228.
3. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инстру-ментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 447-457.

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 ₁	рН ₂	рН _{ср.}

Занятие № 18

ТЕМА: Хроматографические методы анализа. Ионообменная хроматография

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

Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Теоретические основы ионообменной хроматографии.
2. Какие сорбенты применяют в ионообменной хроматографии? Требования, предъявляемые к сорбентам. Химическая природа ионообменников (катионитов, анионитов).
3. На чем основано определение концентрации раствора натрия хлорида методом ионообменной хроматографии? Напишите уравнение ионного обмена и уравнение процесса титрования продукта ионного обмена с титрантом.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

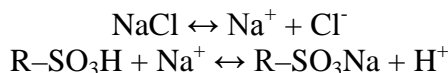
Определение массовой доли (в %) хлорида натрия

1. 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.

2. 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.

3. Титрование элюата и расчет содержащегося 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:

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

Занятие № 19

ТЕМА: Семинарское занятие по разделу «Инструментальные методы анализа»

ЦЕЛЬ: Проверить знания и умения студентов по изученному разделу

Учебные вопросы для самоподготовки студентов

1. Общая характеристика инструментальных методов анализа, их классификация, достоинства и недостатки.
2. *Оптические методы анализа*. Общий принцип, классификация.
3. Молекулярный абсорбционный анализ. Сущность метода. Что такое монохроматический свет?
4. Что такое оптическая плотность, пропускание раствора, связь между ними. Коэффициенты светопоглощения (удельный, молярный) взаимосвязь между ними. Каков их физический смысл?
5. 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.
6. Основной закон светопоглощения. Причины, вызывающие отклонение от основного закона светопоглощения.
7. Количественный фотометрический анализ:
 - условия фотометрического определения;
 - определение концентрации анализируемого раствора;
8. Рефрактометрия. Сущность метода и возможности применения метода в анализе.
9. *Электрохимические методы анализа*. Классификация электрохимических методов анализа.
10. Потенциометрический анализ. Классификация электродов, применяемых в потенциометрическом методе.
11. Электроды сравнения и индикаторные электроды в потенциометрии. Зависимость их потенциала от концентрации (активности) потенциалопределяющих ионов.
12. Электрохимические реакции. Требования, предъявляемые к ним. Привести примеры электрохимических реакций.
13. Прямая потенциометрия (ионометрия). Основы метода и его классификация. Индикаторные электроды. Способы определения концентрации веществ в методе ионометрии.
14. Прямое потенциометрическое определение pH растворов. Применяемые электроды. Электродные электрохимические процессы.
15. Потенциометрическое титрование. Его сущность. Возможности метода. Кривые потенциометрического титрования.
16. *Ионообменная хроматография*. Теоретические основы. Реакции ионного обмена, проходящие на катионитах и анионитах.
17. На чем основано определение концентрации раствора натрия хлорида методом ионообменной хроматографии? Написать уравнение ионного обмена и уравнение процесса титрования продукта ионного обмена с титрантом.

Литература:

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

Занятие № 20

ТЕМА: Итоговый контроль усвоения модуля. Аналитическая химия

ЦЕЛЬ: Оценить знания и умения студентов по аналитической химии

Задание для самоподготовки студентов

Повторить теоретический материал и тестовые задания по изученным разделам аналитической химии: темы №№ 1-19.