

**НАЦІОНАЛЬНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ІМЕНІ О.О. БОГОМОЛЬЦЯ
КАФЕДРА МЕДИЧНОЇ ТА ЗАГАЛЬНОЇ ХІМІЇ**

**для студентів
фармацевтичного факультету**

**ІНСТРУМЕНТАЛЬНІ
МЕТОДИ**

**ЛАБОРАТОРНІ
та
ПРАКТИЧНІ
ЗАНЯТТЯ**

2019

МЕТОДИЧНИЙ ПОСІБНИК

УКЛАДАЧІ:

Калібабчук В.О.	професорка
Рева Т.Д.	доктор пед.наук
Зайцева Г.М.	доцентка
Сліпчук В.Л.	доцентка
Гождзінський С.М.	доцент
Чхало О.М.	ст. викладачка

«ЗАТВЕРДЖЕНО»

на засіданні циклової методичної комісії
з фізико-хімічних дисциплін НМУ

ОСОБЛИВОСТІ АНАЛІТИЧНИХ ВИЗНАЧЕНЬ В ІНСТРУМЕНТАЛЬНИХ МЕТОДАХ АНАЛІЗУ

Всі інструментальні (фізичні і фізико-хімічні) методи засновані на вимірюванні відповідних фізичних величин, які характеризують визначувану речовину в об'єкті, що аналізується, (в аналізованому об'єкті). В інструментальних методах аналізу як інструменти застосовують різноманітні прилади, призначені для проведення основних процедур аналізу:

- а) вимірювання фізичних і фізико-хімічних властивостей речовин;
- б) реєстрація результатів вимірювання.

Багато фізико-хімічних властивостей специфічні. Тому деякі інструментальні методи використовують як для ідентифікації певних речовин, так і для визначення кількісного вмісту в аналізованих об'єктах.

Заняття 1. Оптичні методи аналізу. Лабораторна робота «Визначення вмісту речовини у препараті методами візуальної колориметрії». Тестовий контроль.

Питання для теоретичної підготовки

Сутність оптичних методів аналізу та їх класифікація (за об'єктом що визначають, за характером взаємодії електромагнітного випромінювання з речовиною, за ділянкою електромагнітного спектру, що використовують).

Природа і властивості електромагнітного випромінювання. Спектральні характеристики електромагнітного випромінювання: довжина хвилі, хвильове число, взаємозв'язок між ними.

Спектр електромагнітного випромінювання: межі довжини хвиль, що охоплюють ультрафіолетову, видиму та інфрачервону ділянку спектру.

Уявлення про монохроматичне світло, засоби монохроматизації світла. Світлофільтри та принцип їх вибору.

Молекулярна абсорбційна спектрофотометрія – сутність і основні

поняття (пропускання, оптична густина, молярний і питомий коефіцієнти поглинання, зв'язок між коефіцієнтами поглинання).

Закони світлопоглинання: закон Бугера – Ламберта, закон Бера, об'єднаний закон Бугера – Ламберта – Бера. Вимоги щодо підпорядкування основному закону світлопоглинання. Причини відхилення від основного закону світлопоглинання. Правило адитивності оптичної густини. Фотометричні реакції, вимоги до них, та до фотометричних реагентів.

Колориметрія. Методи колориметрії:

- метод стандартних серій;
- метод порівняння забарвлення;
- метод розведення.

Переваги та недоліки візуальної колориметрії

Лабораторна робота №1.

Визначення вмісту речовини у препараті методом візуальної колориметрії.

1. Теоретична частина

Колориметрія. Цей найпростіший і самий старий метод заснований на візуальному порівнянні забарвлення досліджуваного розчину із забарвленням стандартних розчинів, які містять відомі кількості визначуваної речовини.

Найбільше поширення одержали три методи візуальної колориметрії:

- ✓ *метод стандартних серій (метод кольорової шкали),*
- ✓ *метод вирівнювання забарвлень,*
- ✓ *метод розведення, який іноді відносять до методу вирівнювання забарвлень.*

Метод стандартних серій (метод кольорової шкали). Визначення вмісту забарвленої речовини у розчині проводять так. Готують серію з 10 — 12 стандартних розчинів з різною відомою, поступово зростаючою концентрацією речовини, вміст якої потрібно визначити в аналізованому розчині. У стандартних розчинах має поступово змінюватись концентрація речовини, наприклад 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 мг/мл і т.д. Припустимо, що приготовано 10 таких стандартних розчинів. Для

проведення аналізу беруть 11 однакових пробірок. В одну пробірку наливають певний об'єм аналізованого розчину (наприклад, 10мл), а в кожен з 10 пронумерованих пробірок — відповідний розрахований об'єм стандартного розчину. Потім у кожен з 11 пробірок додають певний об'єм необхідних реактивів і перемішують. Інтенсивність забарвлення кожного розчину залежатиме лише від концентрації досліджуваної речовини у розчині за умови однаковості скляних пробірок, однакових об'ємів розчинів. Якщо інтенсивність забарвлення аналізованого розчину і одного із стандартних розчинів однакова, то концентрація визначуваної речовини у цих пробірках також однакова. Тобто, концентрація визначуваної речовини в аналізованому розчині дорівнює концентрації відповідного стандартного розчину.

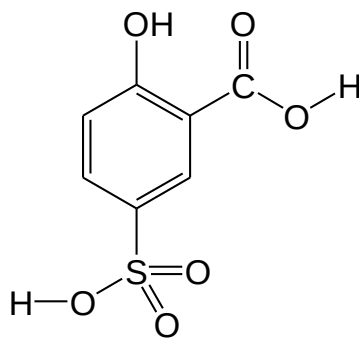
Порівнюють інтенсивність отриманого забарвлення досліджуваного і стандартного розчинів. Якщо, наприклад, забарвлення аналізованого розчину по інтенсивності збігається зі стандартним розчином, що містить 0,4 мг/мл визначуваної речовини, то досліджуваний розчин також містить 0,4 мг/мл цієї речовини. Якщо забарвлення досліджуваного розчину відповідає проміжній концентрації, наприклад між 0,4 і 0,5 мг, то концентрацію аналізованого розчину має проміжне значення між сусідніми концентраціями стандартних розчинів. Метод простий за своїм виконанням, не потребує складної апаратури, однак має невисоку точність (помилка визначень становить 5 — 10%), вимагає певних практичних навичок.

Порівняння інтенсивності забарвлення досліджуваного розчину з інтенсивністю забарвлення еталонного розчину використовують у фармацевтичному аналізі також для визначення гранично допустимого вмісту деяких домішок (Феруму, сульфатів, важких металів тощо) у досліджуваних розчинах лікарських препаратів. Так, наприклад, для визначення домішок катіонів Плюмбуму(II) у фармацевтичних препаратах до певного об'єму досліджуваного водного розчину препарату додають

певний об'єм розведеної оцтової кислоти і 2 краплі розчину натрій сульфід Na_2S . Розчин перемішують і порівнюють інтенсивність його забарвлення з інтенсивністю буруватого забарвлення відповідного еталонного розчину плюмбум(II) ацетату. Вміст домішок катіонів Плюмбуму(II) вважається допустимим, якщо інтенсивність забарвлення випробуваного розчину не перевищує інтенсивність забарвлення еталонного розчину. Забарвлення потрібно порівнювати при розсіяному світлі на білому тлі, помістивши за пробірками листок білого паперу.

Визначення вмісту Феруму за допомогою сульфосаліцилової кислоти.

Сульфосаліцилова кислота (2-гідрокси-5-сульфобензойна кислота) $\text{C}_6\text{H}_3(\text{OH})(\text{SO}_3\text{H})\text{COOH}$ має таку структурну формулу:



Ця сполука розчиняється у воді краще, ніж саліцилова кислота, і тому її зручніше застосовувати для визначення Феруму. Стійкість сульфосаліцилатних комплексів Феруму збільшується із збільшенням числа лігандів.

Ферум (III) із сульфосаліциловою кислотою утворює різні за складом комплекси залежно від кислотності розчину. У кислому середовищі в інтервалі $\text{pH} = 1,8 - 2,5$ утворюється комплексний ферум моносальфосаліцилат $[\text{FeSSal}]$ червоно-фіолетового кольору ($\lambda_{\text{макс}} = 510$ нм, $\epsilon = 1800$, $\beta_1 = 1,1 \cdot 10^{14}$), при $\text{pH} = 4,0 - 8,0$ домінує комплексний аніон ферум дисульфосаліцилату $[\text{Fe}(\text{SSal})_2]^{3-}$, а в інтервалі $\text{pH} = 8,0 - 11,5$ утворюється ферум трисульфосаліцилат $[\text{Fe}(\text{SSal})_3]^{6-}$ жовтого кольору ($\lambda_{\text{макс}} = 416$ нм, $\epsilon = 5800$, $\beta_3 = 1,25 \cdot 10^{33}$). Трисульфосалицилатний комплекс Феруму(III) досить стійкий і дозволяє проводити визначення Феруму у присутності ацетат-іонів, борат-іонів, фосфат-іонів і фторид-іонів. Нижче наведена методика визначення Феруму (III) у вигляді

трисульфосаліцилатного комплексу методом стандартних серій (метод кольорової шкали).

Визначення йонів Феруму у вигляді дисульфосаліцилатного комплексу.

Реактиви:

Сульфосаліцилова кислота, 10% розчин.

Аміак, 10% розчин.

Стандартний розчин $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, $\rho(\text{Fe}^{3+}) = 0,1 \text{ мг/мл}$.

Хід визначення.

Приготування стандартного розчину $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$. Наважку 0,8640 г залізоамонійного галуни $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ розчиняють у воді і, підкисливши 20 мл сірчаної кислоти (1:1), розбавляють водою у мірній колбі до 1 л. Перед проведенням аналітичних визначень 10 мл цього розчину розбавляють у мірній колбі до 100 мл водою; 1 мл такого розчину містить 0,01 мг Феруму.

Готують серію стандартних розчинів: у десять пронумерованих пробірок вливають з бюретки об'єми стандартного розчину і води, що вказані у таблиці 1. В окрему пробірку відміряють 10 мл аналізованого розчину. Потім у кожен пробірку додають по 1 мл розчину сульфосаліцилової кислоти, перемішують, додають по 1 мл розчину NH_3 і знову перемішують.

Таблиця 1.

№	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
V(ст.), мл	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0	3,5	4,0	4,5	5,0
V(H ₂ O), мл	9,5	9	8,5	8,0	7,5	7,0	6,5	6,0	5,5	5,0
m(Fe ³⁺), мг	0,005	0,010	0,015	0,020	0,025	0,030	0,035	0,040	0,045	0,050
$\rho(\text{Fe}^{3+})$, мг/л	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50

Через ≈ 5 хвилин порівнюють інтенсивність забарвлення досліджуваного розчину і стандартних розчинів.

Спостереження: інтенсивність забарвлення досліджуваного розчину однакова з інтенсивністю забарвлення стандартного розчину пробірки №

Висновок: концентрація йонів Феруму

ТЕСТОВІ ПИТАННЯ З БАЗИ ДАНИХ «КРОК 1»

Прочитати тестові питання з відповідями. Обґрунтувати правильну відповідь, яка стоїть першою.

1. Фотоелектроколориметричний метод аналізу дозволяє визначити концентрацію:
 - Забарвленого розчину.
 - Каламутного розчину.
 - Оптично-активної речовини.
 - Безбарвного розчину.
 - Будь-якого розчину.
2. Закон Бугера-Ламберта-Бера лежить в основі молекулярного абсорбційного аналізу. Згідно з цим законом оптична густина розчину:
 - прямо пропорційна товщині шару і концентрації речовини;
 - прямо пропорційна товщині шару і показнику поглинання;
 - обернено пропорційна товщині шару і концентрації речовини;
 - прямо пропорційна концентрації, обернено пропорційна товщина шару;
 - прямо пропорційна концентрації і обернена пропорційна показнику поглинання.
3. На аналіз поступив розчин калію дихромату. Який із фізико-хімічних методів аналізу використав хімік для визначення його концентрації:
 - Спектрофотометричний.
 - Флуориметричний.
 - Поляриметричний.
 - Кулонометричний.
 - Кондуктометричне титрування.
4. Для аналізу лікарського препарату застосували рефрактометричний метод аналізу, в основі якого лежить залежність між:
 - Показником заломлення та концентрацією речовини у розчині.

Електричною провідністю розчину та його концентрацією.

Концентрацією у розчині речовини та його кутом обертання .

Концентрацією у розчині речовини та його оптичною густиною.

Інтенсивністю світла поглинання розчином та його концентрацією.

5. Кількісне визначення фотометричним методом солей купруму проводять за градувальним графіком, який будують у координатах:

Оптична густина – концентрація .

Оптична густина – температура .

Оптична густина – товщина шару рідини .

Інтенсивність світлопоглинання – довжина хвилі .

Оптична густина – довжина хвилі .

6. Кількісне визначення заліза(III) фотометричним методом у вигляді забарвленого роданідного комплексу проводять за градувальним графіком, який будують у координатах:

Оптична густина – концентрація .

Оптична густина – температура .

Оптична густина – товщина шару рідини .

Інтенсивність світлопоглинання – довжина хвилі .

Оптична густина – довжина хвилі .

7. Зазначте реагент для виявлення і фотометричного визначення катіонів Fe(II) та Fe(III):

Сульфосаліцилова кислота

Оксалатна кислота

П-амінобензойна кислота

Фенілоцтова кислота .

Хлороцтова кислота .

8. При кількісному визначенні глюкози поляриметричним методом вимірюють:

Кут обертання поляризованого променю світла.

Коефіцієнт заломлення світла.

Ступінь поглинання поляризованого променю світла розчином.

Дисперсію променю світла розчином.

Оптичну густину розчину.

8. Концентрацію етилового спирту в деяких лікарських формах і настоянках визначають рефрактометрично. Для цієї мети вимірюють:

Показник заломлення розчину.

Кут обертання площини поляризованого світла.

Кут повного внутрішнього відбиття променя світла.

Кут падіння променя світла.

Кут заломлення променя світла.

9. Молярний коефіцієнт поглинання — це оптична густина розчину при товщині поглинаючого шару 1 см і концентрації рівній:

1 моль/л

0,1 моль/л

1%

1г/мл

1 г/л

10. Питомий коефіцієнт поглинання — це оптична густина розчину при товщині поглинаючого шару 1 см і концентрації рівній:

1%

1 моль/л

0,1 моль/л

1г/мл

1 г/л

11. На аналіз надійшов розчин калій дихромату. Для його кількісного визначення був використаний один з фізико-хімічних методів аналізу:

спектрофотометричний

флюорометричний

поляриметричний

Кулонометричний

турбідиметричний

12. Одним із поширених інструментальних методів аналізу є фотометрія, яка базується на вимірюванні:

оптичної густини.

показника заломлення.

кута обертання.

довжини хвилі.

інтенсивності флуоресценції.

13. Підберіть посуд, який використовують в аналізі для відмірювання точного об'єму аналізованого розчину.

Піпетка

Бюретка

Мірна колба

Мірний циліндр

Мензурка

14. Підберіть посуд, який використовують в аналізі для відмірювання об'ємів розчинів допоміжних реагентів.

Мірний циліндр

Мірна колба

Бюретка

Піпетка

Конічна колба

15. Кут обертання площини поляризації оптично активних органічних речовин, вимірюють за допомогою приладу:

поляриметра.

рефрактометра.

кондуктометра.

спектрофотометра.

потенціометра.

16. Вкажіть метод, заснований на вимірюванні кута обертання площини поляризації поляризованого світла розчином оптично активної речовини.

Поляриметрія.

Рефрактометрія.

Інтерферометрія.

Фотоколориметрія.

Спектрофотометрія.

17. Рефрактометричний метод аналізу заснований на:

Вимірюванні показника заломлення аналізованої речовини.

Вимірюванні кута обертання площини поляризованого променя світла, що пройшло через оптично активну речовину.

Вимірюванні швидкості поширення світла в розчині.

Вимірюванні оптичної активності речовини.

Вимірюванні швидкості поширення світла в повітрі.

18. Чутливість фотометричної реакції визначається величиною молярного коефіцієнта світлопоглинання, що залежить:

Від природи речовини.

Від концентрації розчину.

Від щільності розчину.

Від об'єму поглинаючого розчину.

Від інтенсивності падаючого світла.

19. При визначенні ступеня чистоти розчинів глюкози поляриметричним методом розраховують величину:

Кута питомого обертання площини поляризації.

Кута обертання площини поляризації.

Абсолютного показника переломлення.

Відносного показника переломлення.

Питомого коефіцієнта світлопоглинання.

20. Нефелометрію та турбідиметрію застосовують для аналізу лікарської субстанції, якщо вона знаходиться у вигляді:

Суспензії.

Забарвленого розчину.

Безбарвного розчину.

Істинного розчину.

Колоїдного розчину.

21. Результати визначення концентрації розчинів рефрактометричним методом аналізу можна обчислити, якщо відомі значення величин:

n , n_0 , F

n , F

n , n_0

n_0 , F

n

22. Для вибору аналітичної довжини хвилі в методі фотометрії на базі експериментальних даних будують графік залежності:

оптичної густини (A) від довжини хвилі (λ).

оптичної густини (A) від концентрації розчину (C).

оптичної густини (A) від температури (t^0).

довжини хвилі (λ) від температури (t^0).

довжини хвилі (λ) від концентрації (C).

23. Концентрацію калій перманганату у розчині визначають фотометричним методом аналізу. Вкажіть величину, яку при цьому вимірюють:

оптичну густину.

кут обертання площини поляризованого променя.

показник заломлення.

потенціал на півхвилі.

потенціал індикаторного електроду.

**Заняття 2. Спектрофотометрія. Лабораторна робота
«Спектрофотометричне визначення вмісту речовини у
препараті». Контроль засвоєння змістового модуля «Оптичні
методи аналізу». Тестові завдання з бази даних «КРОК 1».**

Письмова контрольна робота

Питання для теоретичної підготовки

Фотоколориметрія та спектрофотометрія.

Методи фотоколориметрії, способи кількісного визначення:

- метод порівняння оптичних густин стандартного і розчину, що визначають;
- метод градуювального графіка;
- метод визначення за середнім значенням молярного і питомого коефіцієнтів поглинання;
- метод добавок.

Вибір оптимальних умов проведення фотометричних визначень.

Визначення концентрації декількох речовин при їх сумісній присутності (з використанням закону адитивності оптичних густин).

Диференційний фотометричний аналіз.

Екстракційно-фотометричний аналіз.

Фотометричне титрування.

Лабораторна робота №2

Фотоелектроколориметричне визначення
вмісту $K_2Cr_2O_7$ у розчині

1. Теоретична частина

Визначення базується на тому, що розчин $K_2Cr_2O_7$ має забарвлення, причому залежність між оптичною густиною і концентрацією $K_2Cr_2O_7$ підпорядковується закону Бугера – Ламберта – Бера.

Для визначення концентрації речовини в розчині необхідно попередньо виконати ряд підготовчих операцій у наступній послідовності:

- приготувати серію стандартних розчинів з відомою концентрацією визначуваної речовини, а також розчин порівняння;
- зняти спектр поглинання і вибрати оптимальну довжину хвилі для побудови калібрувального графіка;

- вибрати товщину кювети так, щоб оптична густина стандартного розчину із середньою концентрацією визначуваної речовини була в межах інтервалу від 0,3 до 0,6 кювети;
- виміряти оптичну густина стандартних розчинів і побудувати градувальний графік у координатах: «оптична густина» – «концентрація визначуваної речовини»;
- виміряти оптичну густина досліджуваних розчинів, за калібрувальним графіком визначити концентрацію визначуваної речовини.

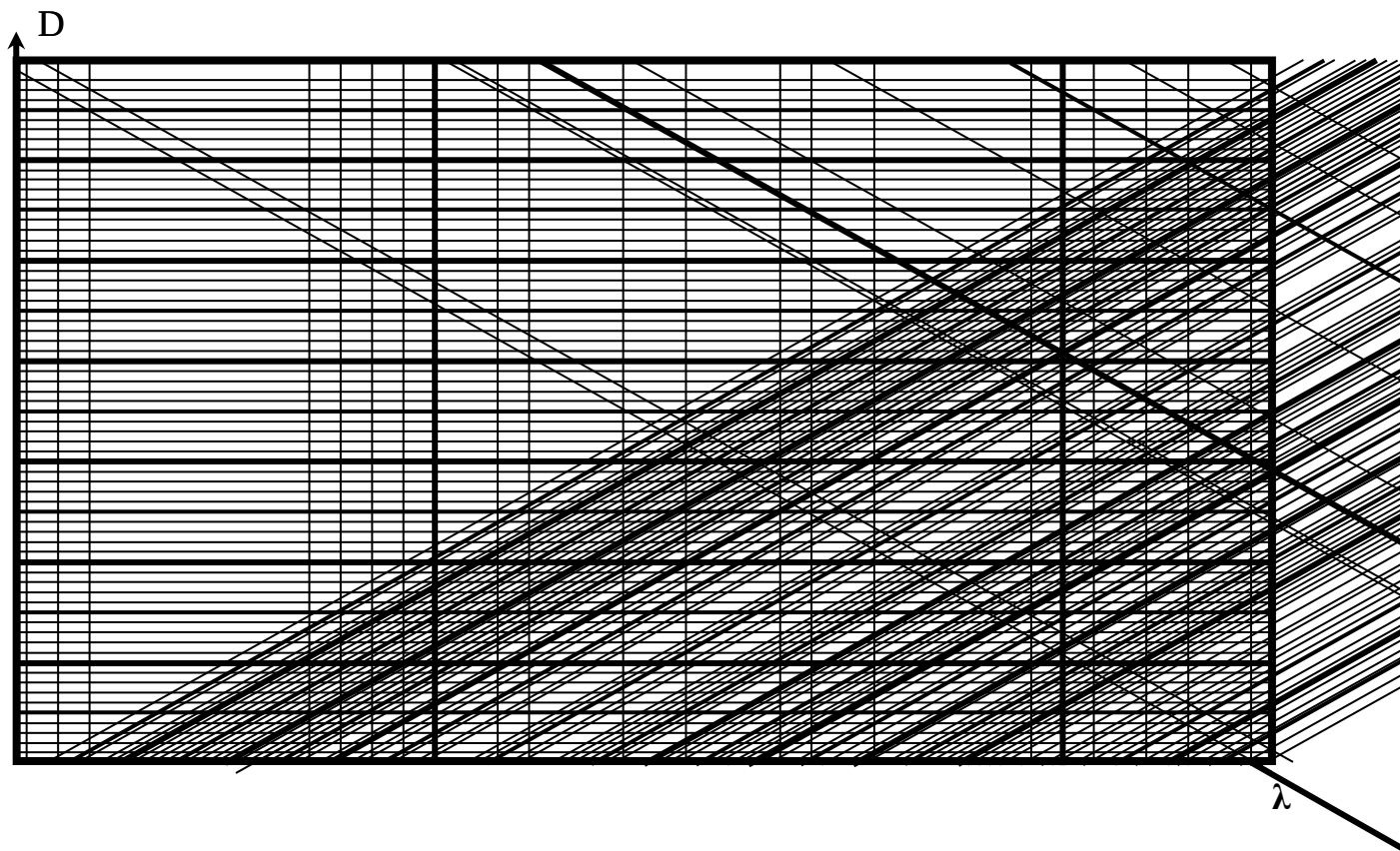
2. Хід роботи.

Готують еталонний розчин $K_2Cr_2O_7$. Для цього точну наважку хімічно чистого $K_2Cr_2O_7$ (1г) переносять у мірну колбу на 1л і доводять об'єм дистильованою водою до кільцевої позначки. Такий еталонний розчин містить 1мг/мл $K_2Cr_2O_7$. Для побудови калібрувального графіка готують серію стандартних розчинів за таблицею 1.

Таблиця 1

№ станд. р-ну	Об'єм р-ну з $\rho(K_2Cr_2O_7)$ 1мг/мл	Об'єм р-ну H_2SO_4 , мл	Об'єм води	$\rho(K_2Cr_2O_7)$ у станд. р-ні, мг/мл
1	0,00	20	до 100мл	0,00
2	1,00	20	до 100мл	0,01
3	2,00	20	до 100мл	0,02
4	3,00	20	до 100мл	0,03
5	4,00	20	до 100мл	0,04
6	5,00	20	до 100мл	0,05
7	6,00	20	до 100мл	0,06
8	7,00	20	до 100мл	0,07

Для цього у мірну колбу на 100мл за допомогою бюретки переносять вказане у таблиці число мілілітрів стандартного розчину, що має $\rho(K_2Cr_2O_7) = 1\text{мг/мл}$, а також вказані в таблиці об'єми розчину сульфатної кислоти, що має $c(1/2 H_2SO_4) = 0,05$ моль/л, і дистильованої води до кільцевої позначки.



Спектр поглинання $K_2Cr_2O_7$

Знімають оптичну густину $K_2Cr_2O_7$ для стандартного розчину № 6 у діапазоні довжин хвилі від 380нм до 580нм і записують у таблицю 2 і будують відповідний графік (спектр поглинання). Визначають довжину хвилі максимуму поглинання (λ_{max}).

Таблиця 2

λ , нм	380	400	420	430	440	460	480	500	520	540
D										

Підбирають товщину кювети так, щоб оптична густина розчину №6 при λ_{max} була в межах від 0,5 до 0,8. Вимірюють оптичну густина стандартних розчинів $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ №№ 2 – 8 при λ_{max} . Як розчин порівняння беруть стандартний розчин №1. Одержані дані записують у таблицю 3.

Таблиця 3

$\rho(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$, мг/мл	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07
D для $\lambda=$							

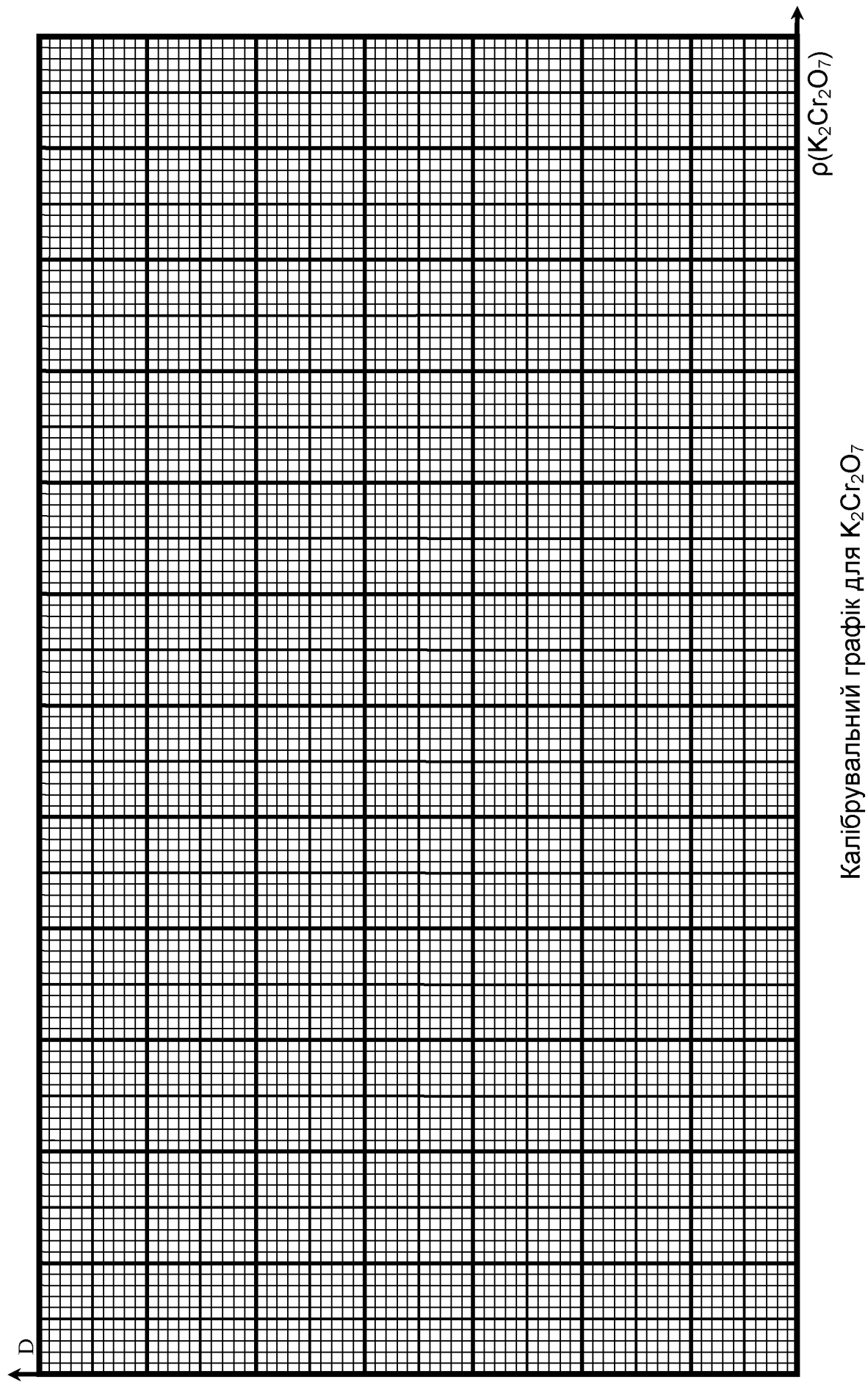
За даними таблиці 3 будують калібрувальний графік, який використовують для визначення концентрації у зразках аналізованих розчинів.

Зразок аналізованого розчину, що містить $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, наливають у кювету, вимірюють оптичну густина при λ_{max} . За калібрувальним графіком визначають концентрацію $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ у зразку аналізованого розчину.

Одержані дані оптичної густини аналізованих зразків та знайдені за калібрувальним графіком значення концентрації $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ заносять до таблиці 4.

Таблиця 4

№ зразка	1	2	3
Оптична густина			
Концентрація $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, мг/мл			



ТЕСТОВІ ПИТАННЯ З БАЗИ ДАНИХ «КРОК 1»

Прочитати тестові питання з відповідями. Обґрунтувати правильну відповідь, яка стоїть першою.

1. Фотоелектроколориметричний метод аналізу дозволяє визначити концентрацію:
 - Забарвленого розчину.
 - Каламутного розчину.
 - Оптично-активної речовини.
 - Безбарвного розчину.
 - Будь-якого розчину.
2. Закон Бугера-Ламберта-Бера лежить в основі молекулярного абсорбційного аналізу. Згідно з цим законом оптична густина розчину:
 - прямо пропорційна товщина шару і концентрації речовини;
 - прямо пропорційна товщина шару і показнику поглинання;
 - обернено пропорційна товщина шару і концентрації речовини;
 - прямо пропорційна концентрації, обернено пропорційна товщина шару;
 - прямо пропорційна концентрації і обернена пропорційна показнику поглинання.
3. На аналіз поступив розчин калію дихромату. Який із фізико-хімічних методів аналізу використав хімік для визначення його концентрації:
 - Спектрофотометричний.
 - Флуориметричний.
 - Поляриметричний.
 - Кулонометричний.
 - Кондуктометричне титрування.
4. Для аналізу лікарського препарату застосували рефрактометричний метод аналізу, в основі якого лежить залежність між:
 - Показником заломлення та концентрацією речовини у розчині.
 - Електричною провідністю розчину та його концентрацією.
 - Концентрацією у розчині речовини та його кутом обертання .
 - Концентрацією у розчині речовини та його оптичною густиною.
 - Інтенсивністю світла поглинання розчином та його концентрацією.

5. Кількісне визначення фотометричним методом солей Купруму проводять за градувальним графіком, який будують у координатах:

Оптична густина – концентрація .

Оптична густина – температура .

Оптична густина – товщина шару рідини .

Інтенсивність світлопоглинання – довжина хвилі .

Оптична густина – довжина хвилі .

6. Кількісне визначення Феруму(III) фотометричним методом у вигляді забарвленого роданідного комплексу проводять за градувальним графіком, який будують у координатах:

Оптична густина – концентрація .

Оптична густина – температура .

Оптична густина – товщина шару рідини .

Інтенсивність світлопоглинання – довжина хвилі .

Оптична густина – довжина хвилі .

7. Зазначте реагент для виявлення і фотометричного визначення катіонів Fe(II) та Fe(III):

Сульфосаліцилова кислота

Оксалатна кислота

П-амінобензойна кислота

Фенілоцтова кислота .

Хлороцтова кислота .

8. При кількісному визначенні глюкози поляриметричним методом вимірюють:

Кут обертання поляризованого променю світла.

Коефіцієнт заломлення світла.

Ступінь поглинання поляризованого променю світла розчином.

Дисперсію променю світла розчином.

Оптичну густину розчину.

8. Концентрацію етилового спирту в деяких лікарських формах і настоянках визначають рефрактометрично. Для цієї мети вимірюють:

Показник заломлення розчину.

Кут обертання площини поляризованого світла.

Кут повного внутрішнього відбиття променя світла.

Кут падіння променя світла.

Кут заломлення променя світла.

9. Молярний коефіцієнт поглинання — це оптична густина розчину при товщині поглинаючого шару 1 см і концентрації рівній:

1 моль/л

0,1 моль/л

1%

1г/мл

1 г/л

10. Питомий коефіцієнт поглинання — це оптична густина розчину при товщині поглинаючого шару 1 см і концентрації рівній:

1%

1 моль/л

0,1 моль/л

1г/мл

1 г/л

11. На аналіз надійшов розчин калій дихромату. Для його кількісного визначення був використаний один з фізико-хімічних методів аналізу:

спектрофотометричний

флюорометричний

поляриметричний

Кулонометричний

турбідиметричний

12. Одним із поширених інструментальних методів аналізу є фотометрія, яка базується на вимірюванні:

оптичної густини.

показника заломлення.

кута обертання.

довжини хвилі.

інтенсивності флуоресценції.

13. Підберіть посуд, який використовують в аналізі для відмірювання точного об'єму аналізованого розчину.

Піпетка

Бюретка

Мірна колба

Мірний циліндр

Мензурка

14. Підберіть посуд, який використовують в аналізі для відмірювання об'ємів розчинів допоміжних реагентів.

Мірний циліндр

Мірна колба

Бюретка

Піпетка

Конічна колба

15. Кут обертання площини поляризації оптично активних органічних речовин, вимірюють за допомогою приладу:

поляриметра.

рефрактометра.

кондуктометра.

спектрофотометра.

потенціометра.

16. Вкажіть метод, заснований на вимірюванні кута обертання площини поляризації поляризованого світла розчином оптично активної речовини.

Поляриметрія.

Рефрактометрія.

Інтерферометрія.

Фотоколориметрія.

Спектрофотометрія.

17. Рефрактометричний метод аналізу заснований на:

Вимірюванні показника заломлення аналізованої речовини.

Вимірюванні кута обертання площини поляризованого променя світла, що пройшло через оптично активну речовину.

Вимірюванні швидкості поширення світла в розчині.

Вимірюванні оптичної активності речовини.

Вимірюванні швидкості поширення світла в повітрі.

18. Чутливість фотометричної реакції визначається величиною молярного коефіцієнта світлопоглинання, що залежить:

- Від природи речовини.
- Від концентрації розчину.
- Від щільності розчину.
- Від об'єму поглинаючого розчину.
- Від інтенсивності падаючого світла.

19. При визначенні ступеня чистоти розчинів глюкози поляриметричним методом розраховують величину:

- Кута питомого обертання площини поляризації.
- Кута обертання площини поляризації.
- Абсолютного показника переломлення.
- Відносного показника переломлення.
- Питомого коефіцієнта світлопоглинання.

20. Нефелометрію та турбідиметрію застосовують для аналізу лікарської субстанції, якщо вона знаходиться у вигляді:

- Суспензії.
- Забарвленого розчину.
- Безбарвного розчину.
- Істинного розчину.
- Колоїдного розчину.

21. Результати визначення концентрації розчинів рефрактометричним методом аналізу можна обчислити, якщо відомі значення величин:

- n , n_0 , F
- n , F
- n , n_0
- n_0 , F
- n

22. Для вибору аналітичної довжини хвилі в методі фотометрії на базі експериментальних даних будують графік залежності:

- оптичної густини (A) від довжини хвилі (λ).
- оптичної густини (A) від концентрації розчину (C).
- оптичної густини (A) від температури (t^0).

довжини хвилі (лямбда) від температури (t^0).

довжини хвилі (лямбда) від концентрації (C).

23. Концентрацію калій перманганату у розчині визначають фотометричним методом аналізу. Вкажіть величину, яку при цьому вимірюють:

оптичну густину.

кут обертання площини поляризованого променя.

показник заломлення.

потенціал на півхвилі.

потенціал індикаторного електроду.

Заняття 3 Електрохімічні методи аналізу. Потенціометричний аналіз. Потенціометричне титрування. Графічні методи встановлення точки кінця титрування. Лабораторна робота

Питання для теоретичної підготовки

Класифікація електрохімічних методів аналізу. Методи без накладання і з накладанням зовнішнього потенціалу: прямі та непрямі електрохімічні методи.

Класифікація електродів, що застосовують в потенціометричному методі: за механізмом утворення потенціалу, за родом зворотності, за призначенням.

Електроди порівняння та індикаторні електроди в потенціометрії. Залежність їх потенціалу від концентрації (активності) потенціалвизначальних йонів. Вказати найбільш поширені електроди порівняння.

Йонселективні мембранні електроди. Відмінність їх механізму дії від електрохімічних електродів.

Електрохімічні реакції. Вимоги, до них. Навести приклади електрохімічних реакцій.

Пряма потенціометрія (йонометрія). Основи методу та класифікація. Індикаторні електроди. Способи визначення концентрації речовин в методі йонометрії.

Пряме потенціометричне визначення рН розчинів. Електроди, що

застосують. Електродні електрохімічні процеси.

Потенціометричне титрування. Його сутність. Можливості методу. Переваги потенціометричного титрування перед хімічними титриметричними методами.

Криві потенціометричного титрування (інтегральна, диференціальна та за методом Грана). Принцип їх побудови і визначення точки еквівалентності.

Приклад застосування потенціометричного титрування при кількісному визначенні речовин, які мають кислотно-основні властивості. Привести розрахунок значень рівноважного потенціалу в різні моменти титрування (до ТЕ, в ТЕ, після ТЕ).

Навести приклад застосування потенціометричного титрування речовин, що вступають в реакцію осадження. Навести розрахунки значень рівноважного потенціалу для скачка титрування.

Навести приклад потенціометричного титрування речовин, що мають окисно-відновні властивості. На прикладі титрування пероксиду водню перманганатом калію розрахувати рівноважний потенціал системи в точці еквівалентності.

Кондуктометричний аналіз (кондуктометрія)

Принцип методу, основні поняття. Зв'язок концентрації розчинів електролітів з їх електричною провідністю.

Пряма кондуктометрія. Визначення концентрації визначуваного розчину за даними електропровідності (розрахунковий метод, метод градуувального графіку).

Кондуктометричне титрування. Сутність методу. Типи кривих кондуктометричного титрування. Переваги методу кондуктометрії.

Полярографічний аналіз (полярографія)

Принцип методу. Полярографічна хвиля та її характеристика. Фактори, що впливають на величину потенціалу напівхвилі.

Полярографічний аналіз. Способи визначення концентрації речовин. Умови проведення полярографічного аналізу. Застосування методу в фармацевтичному аналізі.

Амперометричне титрування

Сутність методу. Умови проведення амперометричного титрування.

Криві амперометричного титрування. Застосування методу в фармацевтичному аналізі.

Кулонометричний аналіз

Принципи методу. Пряма кулонометрія. Сутність прямої кулонометрії при постійному потенціалі. Способи визначення кількості електрики, що перебігає крізь розчин в прямій кулонометрії.

Кулонометричне титрування, умови проведення. Індикація точки еквівалентності. Застосування кулонометричного титрування в хімічному та фармацевтичному аналізі.

ТЕСТОВІ ПИТАННЯ З БАЗИ ДАНИХ «КРОК 1»

Прочитати тестові питання з відповідями. Обґрунтувати правильну відповідь, яка стоїть першою.

1. Одним з електрохімічних методів аналізу є потенціометрія. Потенціометрія – це метод аналізу, який базується на вимірюванні (визначенні):

Потенціалу індикаторного електроду.

Потенціалу дифузного шару.

Дзета-потенціалу.

Окс-ред потенціалу системи.

Потенціалу електроду порівняння.

2. Для ідентифікації лікарських препаратів полярографічним методом визначають:

Потенціал напівхвилі.

Потенціал виділення.

Потенціал розкладу.

Граничний дифузійний струм.

Залишковий струм.

3. Для потенціометричного визначення в розчині, що містить аміак і натрію гідроксид, придатний індикаторний електрод:

скляний електрод.

платиновий електрод.

срібний електрод.

хлоросрібний електрод.

цинковий електрод.

4. Концентрацію оцтової кислоти в аналізованому розчині визначають методом потенціометричного титрування. Виберіть індикаторний електрод:

скляний електрод.

цинковий електрод.

хлоросрібний електрод.

ртутний електрод.

каломельний електрод.

5. Одним із електрохімічних методів аналізу є полярографія. Кількість речовини у досліджуваній системі в ході полярографічного аналізу визначається за:

Висотою полярографічної хвилі.

Величиною електрорушійної сили.

Силою струму.

Положенням полярографічної хвилі.

Шириною полярографічної хвилі.

6. Підберіть посуд, який використовують в аналізі для відмірювання точного об'єму аналізованого розчину.

Піпетка

Бюретка

Мірна колба

Мірний циліндр

Мензурка

7. Підберіть посуд, який використовують у титриметричних методах аналізу, для відмірювання об'ємів допоміжних реагентів.

Мірний циліндр

Мірна колба

Бюретка

Піпетка

Конічна колба

8. Укажіть фізико-хімічний метод аналізу, що базується на вимірюванні

електропровідності досліджуваних розчинів.

Кондуктометрія.

Кулонометрія.

Потенціометрія.

Полярографія.

Амперметрія.

9. Укажіть метод, що базується на вимірюванні кількості електрики, витраченої на електроліз певної кількості визначуваної речовини:

Кулонометрія.

Амперметрія.

Потенціометрія.

Полярографія.

Кондуктометрія.

10. Кулонометрія базується на вимірюванні кількості електрики, що витрачають на електродну реакцію. Вкажіть, який закон лежить в основі кулонометричного визначення речовин:

закон Фарадея.

закон Кулона

закон Ньютона.

закон Стокса

закон Бугера-Ламберта-Бера.

11. Полярографія — одночасно якісний і кількісний метод аналізу. Що є кількісною характеристикою в цьому методі?

Величина граничного дифузійного струму.

Електродний потенціал.

Потенціал напівхвилі.

Опір розчину.

Величина електрорушійної сили.

12. Потенціометричне титрування застосовують у випадках, коли неможливо застосувати візуальні індикатори. В ході цього титрування вимірюється:

Потенціал індикаторного електрода.

Потенціал електрода порівняння.

Потенціал окисно-відновної системи.

Потенціал дифузійного шару.

Дзета-потенціал.

13. Одним із електрохімічних методів аналізу є полярографія. В ході полярографічного аналізу досліджувана речовина ідентифікується за:

Потенціалом напівхвилі.

Величиною електрорушійної сили.

Висотою полярографічної хвилі.

Положенням полярографічної хвилі.

Шириною полярографічної хвилі.

14. Вкажіть електрод порівняння, який можна застосувати у потенціометричному дослідженні лікарської субстанції:

Хлоросрібний електрод.

Скляний електрод.

Хінгідронний електрод.

Сурм'яний електрод.

Цинковий електрод.

15. Від чого залежить висота полярографічної хвилі?

Концентрації відновлюваного йона.

Складу електроліту.

Характеристики капіляру.

Радіусу капіляру.

Довжини капіляру.

16. Одним з електрохімічних методів аналізу є потенціометрія. Потенціометрія – це метод аналізу, який базується на вимірюванні (визначенні):

Потенціалу індикаторного електроду.

Потенціалу дифузного шару.

Дзета-потенціалу.

Окс-ред потенціалу системи.

Потенціалу електроду порівняння.

17. Для ідентифікації лікарських препаратів полярографічним методом визначають:

Потенціал напівхвилі.

Потенціал виділення.

Потенціал розкладу.

Граничний дифузійний струм.

Залишковий струм.

18. Для потенціометричного визначення в розчині, що містить аміак і натрію гідроксид, придатний індикаторний електрод:

скляний електрод.

платиновий електрод.

срібний електрод.

хлоросрібний електрод.

цинковий електрод.

19. Концентрацію оцтової кислоти в аналізованому розчині визначають методом потенціометричного титрування. Виберіть індикаторний електрод:

скляний електрод.

цинковий електрод.

хлоросрібний електрод.

ртутний електрод.

каломельний електрод.

20. Одним із електрохімічних методів аналізу є полярографія. Кількість речовини у досліджуваній системі в ході полярографічного аналізу визначається за:

Висотою полярографічної хвилі.

Величиною електрорушійної сили.

Силою струму.

Положенням полярографічної хвилі.

Шириною полярографічної хвилі.

21. Підберіть посуд, який використовують в аналізі для відмірювання точного об'єму аналізованого розчину.

Піпетка

Бюретка

Мірна колба

Мірний циліндр

Мензурка

22. Підберіть посуд, який використовують у титриметричних методах аналізу, для відмірювання об'ємів допоміжних реагентів.

Мірний циліндр

Мірна колба

Бюретка

Піпетка

Конічна колба

23. Укажіть фізико-хімічний метод аналізу, що базується на вимірюванні електропровідності досліджуваних розчинів.

Кондуктометрія.

Кулонометрія.

Потенціометрія.

Полярографія.

Амперометрія.

24. Укажіть метод, що базується на вимірюванні кількості електрики, витраченої на електроліз певної кількості визначуваної речовини:

Кулонометрія.

Амперметрія.

Потенціометрія.

Полярографія.

Кондуктометрія.

25. Кулонометрія базується на вимірюванні кількості електрики, що витрачають на електродну реакцію. Вкажіть, який закон лежить в основі кулонометричного визначення речовин:

закон Фарадея.

закон Кулона

закон Ньютона.

закон Стокса

закон Бугера-Ламберта-Бера.

26. Полярографія — одночасно якісний і кількісний метод аналізу. Що є кількісною характеристикою в цьому методі?

Величина граничного дифузійного струму.

Електродний потенціал.

Потенціал напівхвилі.

Опір розчину.

Величина електрорушійної сили.

27. Потенціометричне титрування застосовують у випадках, коли неможливо застосувати візуальні індикатори. В ході цього титрування вимірюється:

Потенціал індикаторного електрода.

Потенціал електрода порівняння.

Потенціал окисно-відновної системи.

Потенціал дифузійного шару.

Дзета-потенціал.

28. Одним із електрохімічних методів аналізу є полярографія. В ході полярографічного аналізу досліджувана речовина ідентифікується за:

Потенціалом напівхвилі.

Величиною електрорушійної сили.

Висотою полярографічної хвилі.

Положенням полярографічної хвилі.

Шириною полярографічної хвилі.

29. Вкажіть електрод порівняння, який можна застосувати у потенціометричному дослідженні лікарської субстанції:

Хлоросрібний електрод.

Скляний електрод.

Хінгідронний електрод.

Сурм'яний електрод.

Цинковий електрод.

30. Від чого залежить висота полярографічної хвилі?

Концентрації відновлюваного йона.

Складу електроліту.

Характеристики капіляру.

Радіусу капіляру.

Довжини капіляру.

Циліндр мірний або мензурка.

Склянка хімічна, місткістю 100 мл.

Хід роботи

Визначення виконують методом потенціометричного титрування з використанням індикаторного скляного електрода.

Наважку препарату борної кислоти масою 0,1г висипають у хімічний стакан місткістю 100мл, наливають 10 - 20мл води, додають при постійному перемішуванні 15 – 20мл гліцерину.

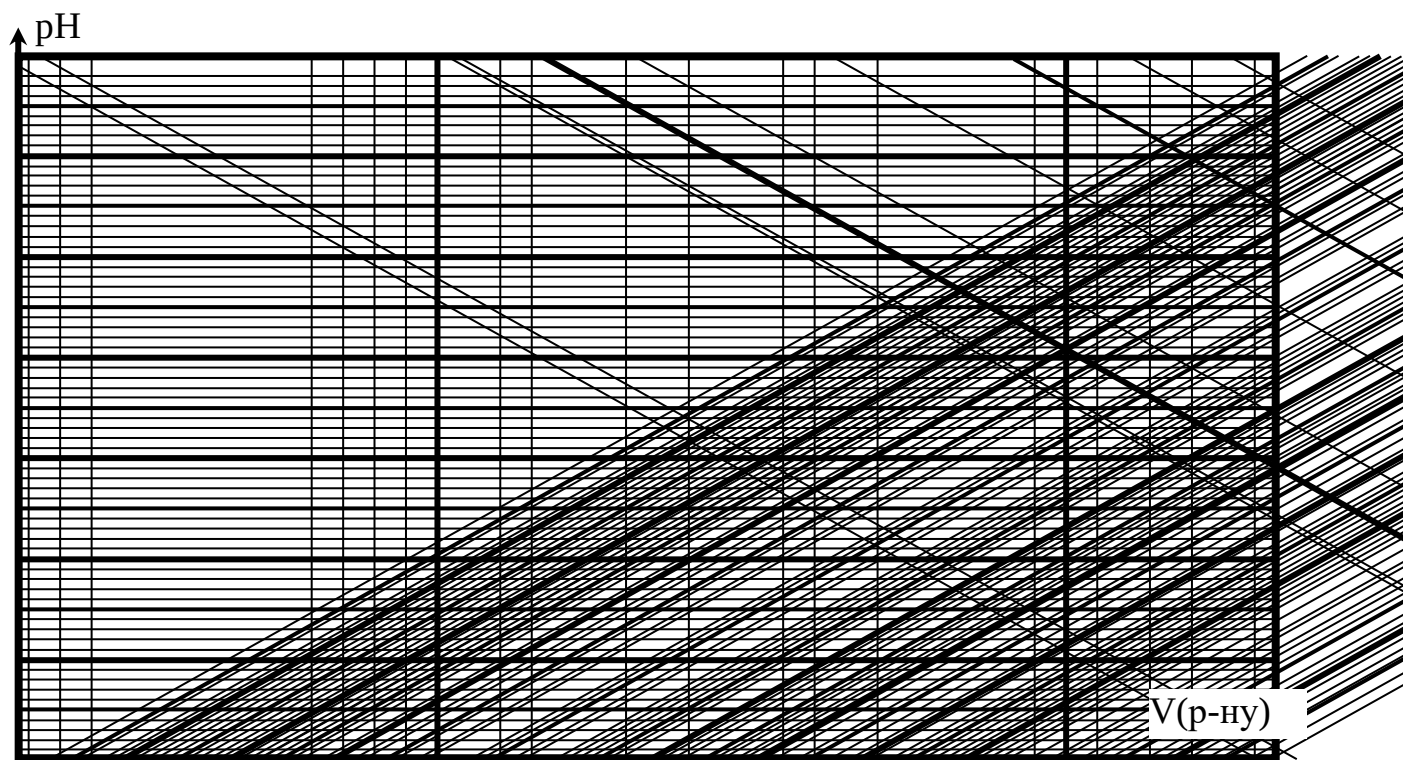
Бюретку заповнюють робочим розчином лугу і ведуть потенціометричне титрування. У процесі потенціометричного титрування записують показання приладу і об'єм робочого розчину.

На початку титрування робочий розчин доливають порціями (0,5 - 1мл). Після кожного доливання реагенту обчислюють відношення $\Delta pH/\Delta V$. Поблизу точки еквівалентності, коли співвідношення $\Delta pH/\Delta V$ починає порівняно швидко збільшуватися, реагент починають доливати невеликими порціями (0,1 мл). Після того, як подальше додавання реагенту приводить уже до зменшення співвідношення $\Delta pH/\Delta V$, здійснюють ще 3 - 4 вимірювання (доливаючи щораз реагент по 0,5мл) і на цьому титрування закінчують.

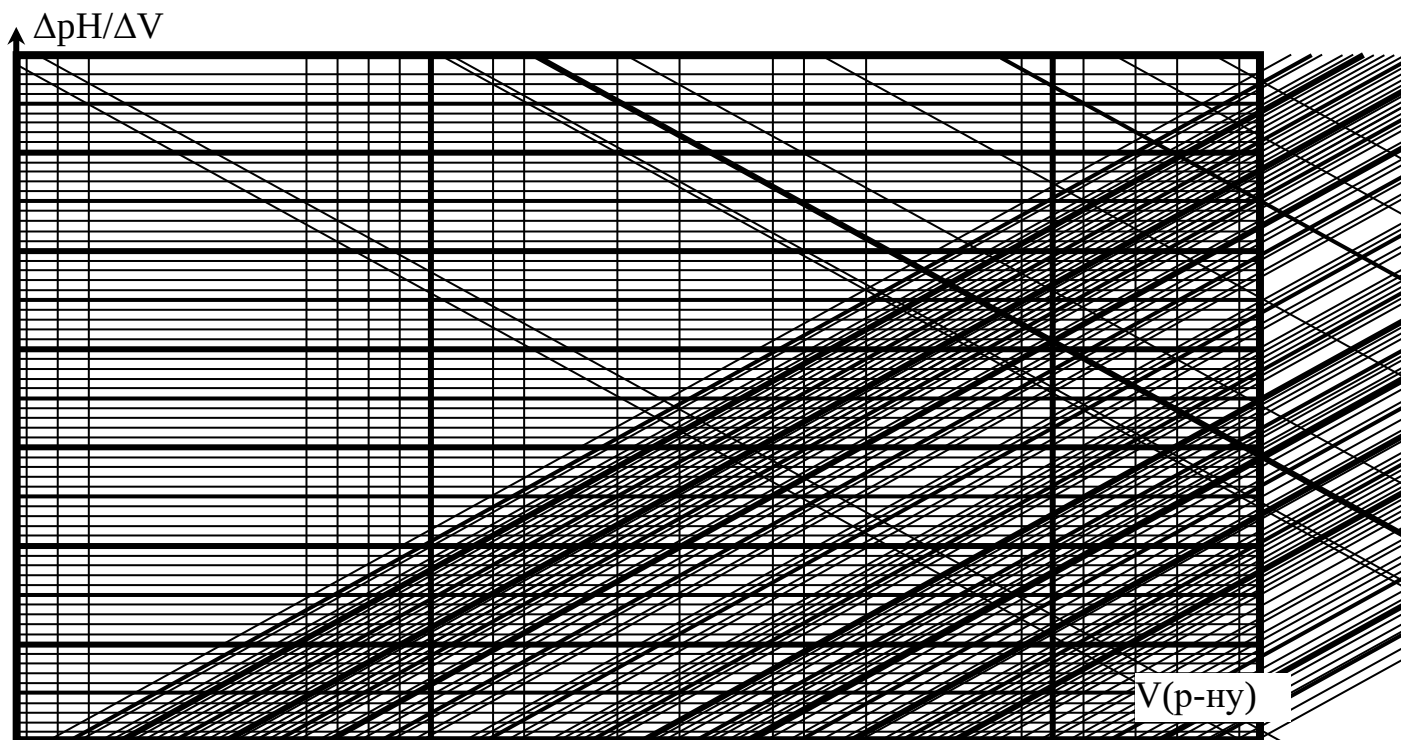
Таблиця потенціометричного титрування H_3BO_3

	V(KOH), мл	ΔV , мл	pH	ΔpH	$\Delta pH/\Delta V$
1.	0	—		—	—
2.	1,0	1,0			
3.	1,5	0,5			
4.	2,0	0,5			
5.					
6.					
7.					
8.					
9.					
10.					

11.					
12.					
13.					
14.					
15.					
16.					
17.					
18.					
19.					
20.					
21.					
22.					
23.					
24.					
25.					
26.					
27.					
28.					
29.					
30.					
31.					
32.					



Крива титрування — залежність pH від $V(\text{p-ну})$;



Диференціальна крива титрування — залежність $\Delta E/\Delta V$ від $V(p\text{-ну})$

3. Результати роботи та розрахунки

Наважка препарату..... $c(\text{KOH}) =$ моль/л

Результати вимірювань та розрахунків заносять у таблицю. За даними з таблиці будують два графіки:

- а) криву титрування — залежність pH від $V(\text{титранту})$;
- б) диференціальну криву титрування — залежність $\Delta pH/\Delta V$ від $V(\text{титранту})$.

На кожному з побудованих графіків визначають точку еквівалентності, а також об'єм робочого розчину у точці еквівалентності. Потім розраховують масову частку H_3BO_3 у препараті за формулою:

$$\omega(H_3BO_3) = \frac{c(KOH) \times V(KOH) \times M(H_3BO_3)}{m(\text{препарату})}$$

$$\omega(H_3BO_3) = \text{-----}$$

Заняття 4. Хроматографічні методи аналізу. Адсорбційна та іонообмінна хроматографія. Лабораторна робота «Визначення вмісту солей лужноземельних металів у фармацевтичному препараті методом іонообмінної хроматографії». Тестовий контроль.

Питання для теоретичної підготовки

1. Класифікація хроматографічних методів аналізу за механізмом розділення, агрегатним станом фаз, технікою виконання експерименту. Межі їх застосування. Значення в фармації.
2. Теорія хроматографії: теорія теоретичних тарілок і кінетична теорія.
3. Теоретичні основи іонообмінної хроматографії. Реакції йонного обміну, що перебігають на катіонітах й аніонітах. йонообмінна рівновага. Константа йонного обміну.
4. Кінетика йонного обміну. Обмінна ємність. Підготовка йонітів і хроматографічних колонок до роботи. Приклади застосування йонообмінної хроматографії.
5. Які сорбенти застосовують в іонообмінній хроматографії? Вимоги, до сорбентів. Хімічна природа йонообмінників (катіонітів, аніонітів).
6. На чому засновано визначення концентрації розчину натрію хлориду методом іонообмінної хроматографії? Записати рівняння йонного обміну натрій хлориду з катіонітом в Н-формі та рівняння реакції титрування продукту йонного обміну.
7. Поняття про йонну, йон-парну та лігандообмінну хроматографію.
8. Сутність методу газової хроматографії. Поняття про теорію методу. Параметри утримання. Параметри розділення (ступінь розділення, коефіцієнт розділення, число теоретичних тарілок).
9. Хроматографічні колонки і детектори газової хроматографії.

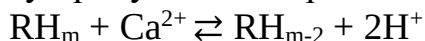
10. Практика методу. Методи кількісної обробки хроматограм (абсолютного калібрування, внутрішнього стандарту, внутрішньої нормалізації). Застосування методу в фармацевтичному аналізі.

11. Сутність методу. високоефективної рідинної хроматографії. Застосування методу в фармації.

Лабораторні роботи

Кількісне визначення кальцій хлориду в розчині.

Розчин кальцій хлориду пропускають через катіонітову колонку:



Кількість йонів H^+ , що виділяються в результаті йонного обміну, еквівалентно вмісту йонів Cl^- у розчині. Утворюється хлоридна кислота HCl , яку відтитровують розчином NaOH з індикатором фенолфталеїном.

Реактиви. Титрований розчин гідроксиду натрію NaOH , 0,1моль/л титрований розчин. Хлоридна кислота HCl , 5%-й розчин.

Посуд. Колба конічна (300 мл). Стакан (100 мл). Колба мірна (100 мл). Піпетка (25 мл). Циліндр мірний (25—50 мл).

Виконання роботи.

1. *Підготовка колонки до роботи.* Катіоніт поміщають у ділильну лійку і промивають його 5 разів 5%-ним розчином HCl для видалення йонів Феруму. При цьому об'єм промивного розчину повинен бути приблизно в 30 разів більшим, ніж об'єм катіоніту. Кожного разу катіоніт збовтують з розчином HCl і залишають у контакті з ним на 2 години при періодичному перемішуванні. Після видалення йонів Феруму промивають катіоніт дистильованою водою до нейтральної реакції по метиловому жовтогарячому. При такій обробці катіоніт переходить у H^+ -форму.

Підготовлений у такий спосіб йоніт (зазвичай близько 5 г) вносять у хроматографічну колонку. У верхню і нижню частини колонки поміщають шар (3—5 мм) скляної вати. Важливо, щоб упакування йоніту в колонці були щільним і рівномірним, щоб не утворювалися повітряні бульбашки та йоніт не спливав. Необхідно також стежити за тим, щоб катіоніт завжди знаходився під шаром води.

Хроматографічну колонку можна використовувати багаторазово, щораз перед роботою переводячи катіоніт у H^+ -форму. Для цього через колонку пропускають 200 мл розчину HCl порціями по 10—15 мл зі швидкістю 2—3 краплі в секунду (швидкість витікання регулюють краном або затискачем). Потім колонку промивають дистильованою водою до негативної реакції на йони водню (по метиловому оранжевому або метиловому червоному).

2. *Приготування й аналіз досліджуваного розчину.* Аналізований розчин (10 мл) пропускають через підготовлену до роботи катіонітову колонку (швидкість витікання не більш 2 крапель у 1 секунду). Розчин, що

витікає з колонки, збирають у конічну колбу місткістю 200 мл. Потім колонку промивають 3 – 5 разів порціями води ≈ 10 мл, збираючи промивні води в ту ж конічну колбу. Додають 3 – 5 крапель розчину фенолфталеїну, титрують робочим розчином NaOH до блідо-рожевого забарвлення, що не зникає протягом 20 секунд. Масу хлориду кальцію обчислюють за формулою:

$$m(\text{CaCl}_2) = c(\text{NaOH}) \cdot v(\text{NaOH}) \cdot M\left(\frac{1}{2} \text{CaCl}_2\right)$$

$$m(\text{CaCl}_2) = \underline{\hspace{10cm}}$$

ТЕСТОВІ ПИТАННЯ З БАЗИ ДАНИХ «КРОК 1»

Прочитати тестові питання з відповідями. Обґрунтувати правильну відповідь, яка стоїть першою.

1. Хроматографічне розділення може проводитися двома способами: планарним (на пластинках) та колоночним. В колоночних хроматографічних методах аналізу кількість досліджуваної речовини визначають за:

Площею хроматографічного піка.

Шириною хроматографічного піка.

Часом утримування.

Об'ємом утримування.

Висотою еквівалентною теоретичній тарілці.

2. В основі кількісного аналізу в газовій хроматографії лежить залежність:

Висоти хроматографічного піка і його площі від концентрації речовини.

Часу утримування від концентрації речовини.

Об'єму утримування від концентрації речовини.

Ширини хроматографічного піка від концентрації.

Висоти, еквівалентної теоретичній тарілці, від кількості речовини.

3. Провізор-аналітик проводить аналіз лікарського препарату методом тонкошарової хроматографії. У Фармакопейній статті наведено

значення величини R_f . Величина R_f є:

Показником рухливості речовини.

Абсолютною характеристикою речовини.

Показником розчинності речовини у рідкій фазі.

Показником сорбційної здатності твердої фази.

Показником сорбційної здатності речовини.

4. Явище сорбції використовується у хроматографічних методах аналізу. Активність сорбенту (ємність) характеризується кількістю електроліту, що поглинається одиницею маси або одиницею об'єму сорбенту. В якому випадку ємність сорбенту буде максимальною?

0,02г сорбенту поглинають 0,003моль іонів натрію

0,1г сорбенту поглинають 0,1ммоль іонів натрію

0,05г сорбенту поглинають 0,2ммоль іонів натрію

0,08г сорбенту поглинають 0,08ммоль іонів натрію

0,06г сорбенту поглинають 0,0002моль іонів натрію

5. У кількісному аналізі використовують метод іонообмінної хроматографії. Який процес використовують у методі іонообмінної хроматографії?

Оборотний (стехіометричний) обмін іонів, що містяться в досліджуваному розчині, на іони, що входять до складу іоніту.

Адсорбція іонів на поверхні за правилом Панета – Фаянса.

Окислювально-відновний процес з участю речовини, що визначається, і відповідного реагенту.

Реакції утворення та розчинення осадів при взаємодії речовини, що визначається, і відповідного реагенту.

Утворення внутрішньокмплесної сполуки при взаємодії речовини, що визначається, і відповідного реагенту.

6. При визначення низьких вмістів термічнонестійких сторонніх домішок найбільш раціонально використати:

Високоєфективну рідинну хроматографію

Газову хроматографію

Паперову хроматографію

Іоннообмінну хроматографію

Тонкошарову хроматографію

7. При хроматографуванні новокаїну в тонкому шарі сорбенту після проявки пластинки одержали пляму, відстань до якої від лінії старту 3 см, а відстань фронту розчинників –10 см. Яке значення R_f новокаїну?

0,3

0,4

0,5

0,6

0,7

8. Вкажіть метод хроматографічного аналізу, в якому при дослідженні компонентів лікарської субстанції в якості сорбенту використовують іоніти

Іонообмінна

Газова

Паперова

Тонкошарова

Гельфільтрація

9. Для ідентифікації лікарського препарату методом тонкошарової хроматографії використовують параметр:

R_f

n

E, mV

I, A

K_p

10. Для розділення сумішей речовин застосовують хроматографічний метод. Хроматографія – це метод аналізу, який базується на перерозподілі речовини між:

Рухомою і нерухомою фазами

Твердою і газовою фазами

Рідкою і твердою фазами

Двома рідкими фазами, які не змішуються між собою

Рідкою та газовою фазами

11. Необхідно виявити, який спирт знаходиться у водному розчині

методом ГРХ. Які величини використовують для ідентифікації речовин у методі газо-рідинної хроматографії?

Параметри утримування.

Висота хроматографічного піка.

Висота еквівалентна теоретичній тарілці.

Площа хроматографічного піка.

Число теоретичних тарілок.

12. У методі паперової хроматографії дослідження закінчується:

При досягненні розчинника лінії “фінішу”

Через 5хв. після початку досліду

При просуванні плями на відстань 10см. від лінії “старту”

Через 10хв. після початку досліду

При просуванні плями до лінії “фінішу”

13. В основі кількісного аналізу в газовій хроматографії лежить залежність:

Висоти хроматографічного піка і його площі від концентрації речовини.

Часу утримування від концентрації речовини.

Об’єму утримування від концентрації речовини.

Ширини хроматографічного піка від концентрації.

Висоти, еквівалентної теоретичній тарілці, від кількості речовини.

13. Провізор-аналітик проводить аналіз лікарського препарату методом тонкошарової хроматографії. У Фармакопейній статті наведено значення величини R_f . Величина R_f є:

Показником рухливості речовини.

Абсолютною характеристикою речовини.

Показником розчинності речовини у рідкій фазі.

Показником сорбційної здатності твердої фази.

Показником сорбційної здатності речовини.

14. У кількісному аналізі використовують метод іонообмінної хроматографії. Який процес використовують у методі іонообмінної хроматографії?

Оборотний (стехіометричний) обмін іонів, що містяться в досліджуваному розчині, на іони, що входять до складу іоніту.

Адсорбція іонів на поверхні за правилом Панета – Фаянса.

Окислювально-відновний процес з участю речовини, що визначається, і відповідного реагенту.

Реакції утворення та розчинення осадів при взаємодії речовини, що визначається, і відповідного реагенту.

Утворення внутрішньокмплексної сполуки при взаємодії речовини, що визначається, і відповідного реагенту.

15. Необхідно виявити методом ГРХ (газо-рідинної хроматографії), який спирт знаходиться у водному розчині. Які величини використовують для ідентифікації речовин у методі газо-рідинної хроматографії?

Параметри утримування.

Висота хроматографічного піка.

Висота еквівалентна теоретичній тарілці.

Площа хроматографічного піка.

Число теоретичних тарілок.

16. В основі кількісного аналізу в газовій хроматографії лежить залежність:

Висоти хроматографічного піка і його площі від концентрації речовини.

Часу утримування від концентрації речовини.

Об'єму утримування від концентрації речовини.

Ширини хроматографічного піка від концентрації.

Висоти, еквівалентної теоретичній тарілці, від кількості речовини.

17. Розподільна хроматографія заснована головним чином на:
Різній розчинності компонентів суміші у двох рідинах, що не змішуються
Різній адсорбції компонентів суміші на вибраному адсорбенті
Іонному обміні з використанням іонів різної природи
Осадженні компонентів суміші на вибраному адсорбенті
Розподілі компонентів суміші між рухомою рідкою та нерухомою твердою фазами

18. Відомо, що ментол є легко леткою речовиною. Який з фізико-хімічних методів аналізу можна використати для кількісного вмісту ментолу в краплях Зеленина, які є складним лікарським засобом:

газова хроматографія

тонкошарова хроматографія

рідинна хроматографія

диференціальна спектрофотометрія

багатохвильова спектрофотометрія

19. В основі якісного аналізу в газовій і рідинній хроматографії лежить така залежність від природи речовини:

часу або об'єму утримування
ширини піку біля основи хроматограми
півширини хроматографічного піку
ширини піку на половині висоти
висоти або площі хроматографічного піку

20. З метою кількісного визначення речовин методом газової хроматографії використовують калібрувальний графік. Калібрувальний графік для газохроматографічного визначення речовин - це залежність:

Площі хроматографічного піка від концентрації досліджуваної речовини.

Часу втримування від об'єму введеної проби.

Висоти хроматографічного піка від часу утримування.

Висоти хроматографічного піка від відстані на хроматограмі.

Висоти піку від відстані втримування.

21. При визначенні вмісту залишкових кількостей розчинників у лікарських засобах найбільш раціонально застосувати:

Метод газової хроматографії

Метод рідинної хроматографії

Екстракційно-фотометричний аналіз

Метод прямої і непрямої відгонки

Метод тонкошарової хроматографії

22. Газова хроматографія дозволяє проводити якісний та кількісний аналіз суміші летких при нагріванні речовин. Кількісний вміст потрібного компонента визначають за калібрувальним графіком, побудованими у координатах:

Висота піка на хроматограмі — концентрація речовини.

Температура хроматографічної колонки — швидкість газу-носія.

Час утримування — довжина колонки.

Висота піка на хроматограмі — швидкість газу-носія.

Температура газу-носія — час утримування.

Заняття 5

Розподільна хроматографія. Ситуаційні задачі. Лабораторна робота «Розділення компонентів суміші методом тонкошарової чи паперової хроматографії». Тестовий контроль

Питання для підготовки

Тонкошарова хроматографія. Нерухома фаза у тонкошаровій

хроматографії.

Особливості експерименту в тонкошаровій хроматографії. Ідентифікація речовин на хроматограмі з використанням стандартних зразків, а також розрахунковим методом з використанням R_f .

Як можна визначити за тонкошаровою хроматограмою кількісний вміст визначуваної речовини?

Паперова хроматографія. Нерухома фаза у паперовій хроматографії.

Особливості експерименту в паперовій хроматографії. Ідентифікація речовин на паперовій хроматограмі з використанням стандартних зразків, а також розрахунковим методом з використанням R_f .

Як можна визначити за паперовою хроматограмою кількісний вміст визначуваної речовини?

ПАПЕРОВА ХРОМАТОГРАФІЯ **Розділення Феруму (III) і Купруму (II)**

Хроматографія на папері — різновид методу розподільчої хроматографії. Носієм для нерухливого розчинника служить при цьому фільтрувальний папір.

Аналіз суміші речовин проводять за наступною схемою: на круглий фільтр у центр наносять краплю розділюваної суміші, фільтр підсушують і поміщають у хроматографічну камеру із РФ. ПФ під дією капілярних сил піднімається по «гноту», досягає стартової плями з розділюваною сумішшю, разом з нею переміщаються з різною швидкістю йони Купруму і Феруму.

Аналізований розчин наносять на стартову позначку за допомогою скляного капіляра в об'ємі не більш 5-10 мкл. Чим менша площа стартової плями, тим менш розмитою буде зона речовини після хроматографування. Тому пробу наносять у ту саму точку в кілька прийомів, щораз підсушуючи пляму.

Зони розділюваних речовин мають вигляд концентричних кілець, які можуть бути видимими й невидимими. У випадку невидимих зон хроматограмму проявляють, обприскуючи розчином відповідного реагенту. У деяких випадках піддають впливу УФ-випромінювання.

Швидкість переміщення компонентів визначається відповідними коефіцієнтами розподілу: чим менший коефіцієнт розподілу, тем швидше речовина пересувається по сорбенту.

Для характеристики утримування використовують величина R_f - відношення відстані, пройденої компонентом і фронтом рухомої фази ПФ:

$$R_f = l/L$$

де l — відстань, пройдена компонентом від старту плями, у сантиметрах;

L — відстань, пройдена фронтом рухомої фази, у сантиметрах.

Під фронтом рухомої фази розуміють видиму границю поширення рухомої фази по паперу.

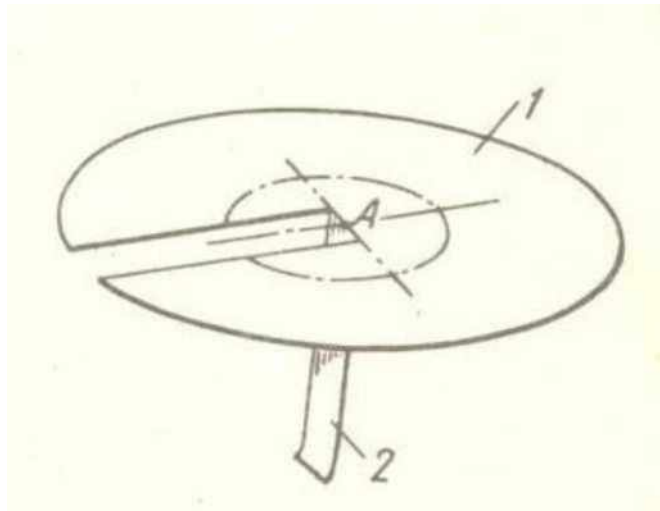


Рис. Кругова хроматограма

1 - круглий фільтр; 2 - «гніт», що занурюється в розчинник; А - місце нанесення аналізованого розчину

Величина R_f кожного катіона не залежить від концентрації катіона, присутності інших катіонів і природи аніона, з яким зв'язаний досліджуваний катіон, але залежить від сполуки й властивостей використовуваної РФ, а також сорту хроматографічного паперу.

У катіонів Феруму (III) і Купруму (II) значення R_f значно відрізняються за величиною. Тому вдається чітко розділення на папері.

Розчини, реактиви, апаратура.

1. Стандартний розчин солі Fe^{3+} , 1 мг/мл
2. Стандартний розчин солі Cu^{2+} , 1 мг/мл
3. Розчин $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$, 10% -ний
4. Рухлива фаза - суміш етанолу з 5М HCl (9:1) за об'ємом
5. Фільтрувальний папір «синя стрічка»
6. Капіляри скляні
7. Хроматографічна камера

Виконання роботи

1. На круглому фільтрі «синя стрічка» діаметром 12,5 см простим олівцем намічають контури «гніта» довжиною 40 мм і шириною 4 мм (див. мал.).

2. На центр фільтра за допомогою капіляра наносять краплю розчину розділюваної суміші. Розчин наносять у кілька прийомів, щоб усмоктування відбувалося за рахунок капілярних сил паперу. Плям, що утворилася обережно обводять простим олівцем, тобто фіксують його положення на папері. Папір висушують, вирізують «гніт», як показано на схемі.

3. У хроматографічну камеру поміщають кристалізатор і тигель із 10 мл рухомої фази. Кислоту додають до органічного розчинника, щоб запобігти адсорбції йонів папером. На кристалізатор зверху поміщають фільтр, стежачи за тим, щоб «гніт» був занурений у розчинник, і закривають камеру кришкою. Під час розділення не рекомендується відкривати кришку камери, переміщати камеру.

4. Коли відбудеться розмивання первинної плями розчинником, і фронт РФ пройде задану відстань, папір виймають, відзначають олівцем межу фронту розчинника, висушують у струмені теплого повітря й приступають до проявлення зон.

5. Для виявлення зон локалізації йонів Fe^{3+} і Cu^{2+} фільтр

обприскують розчином $K_4[Fe(CN)_6]$ зі скляного пульверизатора (металевий непридатний!). У результаті на хроматограмі проявляється синя зона $KFe[Fe(CN)_6]$ і коричнева зона $Cu_2[Fe(CN)_6]$.

6. Розраховують для обох катіонів значення R_f , вважаючи початком їх шляху зовнішню межу первісної плями, відзначену олівцем, а кінцем шляху - зовнішню межу, що з'явилися після прояву кільцевих зон локалізації. Відстань, пройдену фронтом розчинника, відраховують від центру хроматограми (центру паперового кола).

Розраховують коефіцієнт розділення α як відношення рухливості R_f і оцінюють ступінь розділення катіонів.

ТЕСТОВІ ПИТАННЯ З БАЗИ ДАНИХ «КРОК 1»

Прочитати тестові питання з відповідями. Обґрунтувати правильну відповідь, яка стоїть першою.

1. Хроматографічне розділення може проводитися двома способами: планарним (на пластинках) та колоночним. В колоночних (проточних) хроматографічних методах аналізу кількість досліджуваної речовини визначається за:

Площею хроматографічного піка.

Шириною хроматографічного піка.

Часом утримування.

Об'ємом утримування.

Висотою еквівалентною теоретичній тарілці.

2. В основі кількісного аналізу в газовій хроматографії лежить залежність:

Висоти хроматографічного піка і його площі від концентрації речовини.

Часу утримування від концентрації речовини.

Об'єму утримування від концентрації речовини.

Ширини хроматографічного піка від концентрації.

Висоти, еквівалентної теоретичній тарілці, від кількості речовини.

3. Провізор-аналітик проводить аналіз лікарського препарату методом тонкошарової хроматографії. У Фармакопейній статті наведено значення величини R_f . Величина R_f є:

Показником рухливості речовини.

Абсолютною характеристикою речовини.

Показником розчинності речовини у рідкій фазі.

Показником сорбційної здатності твердої фази.

Показником сорбційної здатності речовини.

4. Явище сорбції використовується у хроматографічних методах аналізу. Активність сорбенту (ємність) характеризується кількістю електроліту, що поглинається одиницею маси або одиницею об'єму сорбенту. В якому випадку ємність сорбенту буде максимальною?

0,02г сорбенту поглинають 0,003моль йонів Na^+

0,1г сорбенту поглинають 0,1ммоль йонів Na^+

0,05г сорбенту поглинають 0,2ммоль йонів Na^+

0,08г сорбенту поглинають 0,08ммоль йонів Na^+

0,06г сорбенту поглинають 0,0002моль йонів Na^+

5. У кількісному аналіз використовують метод йонообмінної хроматографії. Який процес використовують у методі йонообмінної хроматографії?

Оборотний (стехіометричний) обмін йонів, що містяться в досліджуваному розчині, на йони, що входять до складу йоніту.

Адсорбція йонів на поверхні за правилом Панета – Фаянса.

Окислювально-відновний процес з участю речовини, що визначається, і відповідного реагенту.

Реакції утворення та розчинення осадів при взаємодії речовини, що визначається, і відповідного реагенту.

Утворення внутрішньокмплексної сполуки при взаємодії речовини, що визначається, і відповідного реагенту.

6. При визначення низьких вмістів термічно нестійких сторонніх домішок найбільш раціонально використати:

Високоєфективну рідинну хроматографію

Газову хроматографію

Паперову хроматографію

Іонообмінну хроматографію

Тонкошарову хроматографію

7. При хроматографуванні новокаїну в тонкому шарі сорбенту після

проявки пластинки одержали пляму, відстань до якої від лінії старту 3 см, а відстань фронту розчинників –10 см. Яке значення R_f новокаїну?

0,3

0,4

0, 5

0, 6

0,7

8. Вкажіть метод хроматографічного аналізу, в якому при дослідженні компонентів лікарської субстанції в якості сорбенту використовують йоніти

Іонообмінна

Газова

Паперова

Тонкошарова

Гельфільтрація

9. Для ідентифікації лікарського препарату методом тонкошарової хроматографії використовують параметр:

R_f

n

E, mV

I, A

K_p

10. Для розділення сумішей речовин застосовують хроматографічний метод. Хроматографія – це метод аналізу, який базується на перерозподілі речовини між:

Рухомою і нерухомою фазами

Твердою і газовою фазами

Рідкою і твердою фазами

Двома рідкими фазами, які не змішуються між собою

Рідкою та газовою фазами

11. Необхідно виявити, який спирт знаходиться у водному розчині методом ГРХ. Які величини використовують для ідентифікації речовин у методі газо-рідинної хроматографії?

Параметри утримування.

Висота хроматографічного піка.

Висота еквівалентна теоретичній тарілці.

Площа хроматографічного піка.

Число теоретичних тарілок.

12. У методі паперової хроматографії дослідження закінчується:

При досягненні розчинника лінії “фінішу”

Через 5 хвилин після початку досліду

При просуванні плями на відстань 10 см. від лінії “старту”

Через 10 хв. після початку досліду

При просуванні плями до лінії “фінішу”

13. В основі кількісного аналізу в газовій хроматографії лежить залежність:

висоти хроматографічного піка і його площі від концентрації речовини.
часу утримування від концентрації речовини.

об'єму утримування від концентрації речовини.

ширини хроматографічного піка від концентрації.

висоти, еквівалентної теоретичній тарілці, від кількості речовини.

13. Провізор-аналітик проводить аналіз лікарського препарату методом тонкошарової хроматографії. У Фармакопейній статті наведено значення величини R_f . Величина R_f є:

показником рухливості речовини.

абсолютною характеристикою речовини.

показником розчинності речовини у рідкій фазі.

показником сорбційної здатності твердої фази.

показником сорбційної здатності речовини.

14. У кількісному аналізі використовують метод йонообмінної хроматографії. Який процес використовують у методі йонообмінної хроматографії?

Оборотний (стехіометричний) обмін йонів, що містяться в досліджуваному розчині, на йони, що входять до складу йоніту.

Адсорбція йонів на поверхні за правилом Панета – Фаянса.

Окислювально-відновний процес з участю речовини, що визначається, і

відповідного реагенту.

Реакції утворення та розчинення осадів при взаємодії речовини, що визначається, і відповідного реагенту.

Утворення внутрішньокмплексної сполуки при взаємодії речовини, що визначається, і відповідного реагенту.

15. Необхідно виявити, який спирт знаходиться у водному розчині методом ГРХ. Які величини використовують для ідентифікації речовин у методі газо-рідинної хроматографії?

Параметри утримування.

Висота хроматографічного піка.

Висота еквівалентна теоретичній тарілці.

Площа хроматографічного піка.

Число теоретичних тарілок.

16. В основі кількісного аналізу в газовій хроматографії лежить залежність:

Висоти хроматографічного піка і його площі від концентрації речовини.

Часу утримування від концентрації речовини.

Об'єму утримування від концентрації речовини.

Ширини хроматографічного піка від концентрації.

Висоти, еквівалентної теоретичній тарілці, від кількості речовини.

17. Розподільна хроматографія заснована головним чином на:
Різній розчинності компонентів суміші у двох рідинах, що не змішуються

Різній адсорбції компонентів суміші на вибраному адсорбенті

Іонному обміні з використанням йонів різної природи

Осадженні компонентів суміші на вибраному адсорбенті

Розподілі компонентів суміші між рухомою рідкою та нерухомою твердою фазами

18. Відомо, що ментол є легко леткою речовиною. Який з фізико-хімічних методів аналізу можна використати для кількісного вмісту ментолу в краплях Зеленина, які є складним лікарським засобом:

газова хроматографія

тонкошарова хроматографія

рідинна хроматографія

диференціальна спектрофотометрія

багатохвильова спектрофотометрія

19. В основі якісного аналізу в газовій і рідинній хроматографії лежить така залежність від природи речовини:

часу або об'єму утримування
ширини піку біля основи хроматограми
півширини хроматографічного піку
ширини піку на половині висоти
висоти або площі хроматографічного піку

20. З метою кількісного визначення речовин методом газової хроматографії використовують калібрувальний графік. Калібрувальний графік для газохроматографічного визначення речовин - це залежність:

Площі хроматографічного піка від концентрації досліджуваної речовини.

Часу втримування від об'єму введеної проби.

Висоти хроматографічного піка від часу утримування.

Висоти хроматографічного піка від відстані на хроматограмі.

Висоти піку від відстані втримування.

21. При визначенні вмісту залишкових кількостей розчинників в субстанціях лікарських засобів найбільш раціонально застосувати:

Метод газової хроматографії

Метод рідинної хроматографії

Екстракційно-фотометричний аналіз

Метод прямої і непрямой відгонки

Метод тонкошарової хроматографії

Заняття 6. Методи визначення якісного та кількісного вмісту аналіту у препаратах за даними результатів електрохімічних та хроматографічних методів аналізу. Розв'язування ситуаційних задач.

Перелік питань до підсумкового контролю знань

1. Класифікація інструментальних методів.
2. Спектрофотометричні терміни: довжина хвилі, нанометр, хвильове число, пропускання, оптична густина, молярний коефіцієнт поглинання. Області світлопоглинання: ультрафіолетова, видима, інфрачервона.
3. Абсорбційно-молекулярна спектроскопія. Спектри поглинання. Основні характеристики. Способи реєстрації.
4. Абсорбційно-молекулярна спектроскопія. Сутність спектрофотометричного методу аналізу. Спектрофотометрія, Фотоколориметрія, колориметрія.
5. Абсорбційно-молекулярна спектроскопія. Прибори, джерела

електромагнітного випромінювання.

6. Закони світлопоглинання: Бугера – Ламберта – Бера.
7. Об'єднаний закон Бугера – Ламберта – Бера. Причини відхилення від основного закону поглинання світла. Визначення меж підпорядкування.
8. Молярний та питомий коефіцієнти поглинання, їх взаємозв'язок.
9. Фотоелектроколориметрія. Сутність методу. Умови фотометричних визначень.
10. Абсорбційно-молекулярна спектроскопія. Приклади фотометричних реакцій, вимоги до них. Область застосування спектрофотометричного аналізу.
11. Абсорбційно-молекулярна спектроскопія. Способи визначення концентрації речовин у розчинах.
12. Метод спектрофотометричного титрування. Сутність методу, його переваги та недоліки.
13. Абсорбційно-молекулярна спектроскопія. Диференціальна фотометрія, галузь застосування, принцип визначення концентрації розрахунковим та графічним методом.
14. Атомно-абсорбційна спектроскопія полум'я. Сутність методу. Джерела випромінювання. Способи визначення концентрації. Порівняння атомно-абсорбційного методу з методом фотометрії полум'я.
15. Емісійна фотометрія полум'я. Сутність, принцип методу. Область застосування. Способи визначення концентрації.
16. Екстракційно-фотометричний аналіз. Екстракційні реагенти та екстрагенти. Приклади визначень.
17. Екстракційно-фотометричний аналіз. Екстракційні системи, їх класифікація. Застосування в аналізі неорганічних, органічних речовин та фармацевтичних препаратів.
18. Люмінесцентний метод аналізу. Флюорометрія. Закон Стокса – Ломмеля, правило Левшина, закон Вавілова. Способи визначення концентрацій речовин у кількісному аналізі.
19. Рефрактометрія. Сутність методу та можливості. Застосування в аналізі однокомпонентних і багатокомпонентних сумішей.
20. Поляриметрія, застосування в хімічному та фармацевтичному

аналізі. Переваги та недоліки методу.

21. Потенціометричні методи аналізу.

22. Пряма потенціометрія (іонометрія). Класифікація. Індикаторні електроди. Способи визначення концентрації речовин методом йонометрії.

23. Класифікація електродів за механізмом утворення потенціалу; за зворотністю; за призначенням.

24. Електрохімічні реакції. Вимоги до них. Навести приклади електрохімічних реакцій.

25. Потенціометричне титрування. Переваги й недоліки методу. Його застосування в аналізі.

26. Кондуктометричний аналіз. Принцип методу, основні поняття. Пряма кондуктометрія. Використання в аналізі.

27. Кондуктометричне титрування. Застосування кондуктометричного титрування.

28. Полярографічний аналіз. Принцип методу. Полярографічна хвиля, її характеристики. Фактори, які впливають на величину потенціалу напівхвилі.

29. Кількісний полярографічний аналіз. Способи визначення концентрації речовин. Умови проведення полярографічного аналізу.

30. Амперметричне титрування. Криві амперметричного титрування. Переваги та недоліки методу амперметричного титрування.

31. Кулонометричні методи аналізу. Класифікація методів. Умови проведення кулонометричного титрування та його застосування.

32. Газова та газорідинна хроматографія. Сутність методів. Застосування в аналізі.

33. Іонообмінна хроматографія. йонообмінні смоли. Застосування методу для розділення речовин і кількісних визначень компонентів сумішей.

34. Тонкошарова хроматографія. Сутність і можливості хроматографії в якісному та кількісному аналізі індивідуальних речовин і сумішей.

35. Високоєфективна рідинна хроматографія. Сутність методу. Застосування в аналізі речовин і сумішей.

36. Приклади використання інструментальних методів аналізу для

Типові задачі до модуля

1. Наважку технічного препарату масою 0,4737 г, що містить кристалогідрат барій броміду $\text{BaBr}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ розчинили у воді у мірній колбі на 200мл. Об'єм розчину довели до кільцевої позначки дистильованою водою і старанно перемішали. Піпеткою відміряли і перенесли у кондуктометричну комірку 50мл розчину з мірної колби. Кондуктометричне титрування провели робочим розчином AgNO_3 , $c(\text{AgNO}_3) = 0,04224 \text{ моль/л}$. Точці еквівалентності відповідає об'єм робочого розчину 18,84 мл. Визначити масову частку барій броміду у препараті. $M(\text{BaBr}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 297,135 \text{ г/моль}$.

Відповідь: $\omega(\text{BaBr}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 99,81\%$.

2. Наважку препарату масою 0,1037 г, що містить цинк бромід, розчинили у воді і провели потенціометричне титрування робочим розчином AgNO_3 , $c(\text{AgNO}_3) = 0,04864 \text{ моль/л}$. Точці еквівалентності відповідає об'єм робочого розчину 18,85 мл. Визначити масову частку цинк броміду у препараті, а також титр робочого розчину по броміду натрію. $M(\text{ZnBr}_2) = 225,198 \text{ г/моль}$.

Відповідь: $\omega(\text{ZnBr}_2) = 99,5\%$.

3. Наважку препарату масою 0,2248г, що містить цинк оксид, розчинили в HCl . Розчин перенесли у мірну колбу місткістю 200 мл. Об'єм розчину довели до кільцевої позначки водою і старанно перемішали. Піпеткою 25мл розведеного розчину перенесли у конічну колбу, додали буферний розчин, металохромний індикатор і провели потенціометричне титрування робочим розчином трилону Б, що мав молярну концентрацію еквівалента $c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) = 0,0502 \text{ моль/л}$. На титрування було витрачено 13,62мл розчину трилону Б. Визначити масову частку ZnO у препараті. $M(\text{ZnO}) = 81,39 \text{ г/моль}$.

Відповідь: $\omega(\text{ZnO}) = 99,0\%$.

4. Визначити масову концентрацію кальцій хлориду за такими даними: на кондуктометричне титрування 10 мл розчину хлориду кальцію було витрачено 20,63 мл розчину нітрату срібла з $c(\text{AgNO}_3) = 0,05242$

моль/л. Розрахувати також титр цього робочого розчину AgNO_3 по хлориду кальцію. $M(\text{CaCl}_2) = 110,98$ г/моль

Відповідь: $\rho(\text{CaCl}_2) = 6,0$ г/л або $0,001$ г/мл

5. Наважку препарату натрій броміду масою $0,2227$ г розчинили у воді і провели кондуктометричне титрування робочим розчином AgNO_3 , $c(\text{AgNO}_3) = 0,09864$ моль/л. Точці еквівалентності відповідає об'єм робочого розчину $20,85$ мл. Визначити масову частку NaBr у зразку препарату, що аналізувався. $M(\text{NaBr}) = 102,894$ г/моль.

6. Для визначення масової концентрації CaBr_2 10 мл аналізованого розчину перенесли у мірну колбу на 100 мл. Об'єм розчину у мірній колбі довели водою до кільцевої позначки і старанно перемішали. На потенціометричне титрування 25 мл розведеного розчину натрій броміду було витрачено $12,14$ мл розчину аргентум нітрату з $c(\text{AgNO}_3) = 0,04123$ моль/л. Визначити масову концентрацію CaBr_2 у початковому аналізованому розчині. $M(\text{CaBr}_2) = 199,89$ г/моль.

Відповідь: $\rho(\text{CaBr}_2) = 20,01$ г/л або $0,02001$ г/мл.

7. Визначити масову концентрацію кальцій хлориду кальцію у розчині за такими даними: 10 мл аналізованого розчину перенесли у мірну колбу на 200 мл. Об'єм розчину доводять до кільцевої позначки дистильованою водою і старанно перемішують. На кондуктометричне титрування відміряли за допомогою піпетки 10 мл розбавленого у мірній колбі розчину кальцій хлориду. Точці еквівалентності відповідав об'єм робочого розчину аргентум нітрату $17,88$ мл; $c(\text{AgNO}_3) = 0,0504$ моль/л. $M(\text{CaCl}_2) = 110,98$ г/моль

8. Визначити масову концентрацію хлориду алюмінію в аналізованому розчині за такими даними: 10 мл розчину хлориду алюмінію перенесли у мірну колбу на 250 мл. Об'єм розчину у мірній колбі довели водою до кільцевої позначки і старанно перемішали. Для потенціометричного титрування робочим розчином трилону Б взяли з мірної колби 20 мл розведеного розчину хлориду алюмінію. Точці еквівалентності у потенціометричному титруванні відповідав об'єм $12,05$ мл розчину трилону Б з $c(\frac{1}{3} \text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) = 0,04482$ моль/л. $M(\text{AlCl}_3) = 133,34$ г/моль.

Відповідь: $\rho(\text{AlCl}_3) = 30\text{г/л}$ або $0,03\text{г/мл}$.

9. Визначити масову концентрацію хлориду алюмінію в аналізованому розчині за такими даними: 10мл розчину хлориду алюмінію перенесли у мірну колбу на 200мл. Об'єм розчину у мірній колбі довели водою до кільцевої позначки і старанно перемішали. Для потенціометричного титрування робочим розчином AgNO_3 взяли з мірної колби 20мл розведеного розчину хлориду алюмінію. Точці еквівалентності у потенціометричному титруванні відповідав об'єм 10,08мл розчину нітрату срібла з $c(\text{AgNO}_3) = 0,04468\text{моль/л}$. $M(\text{AlCl}_3) = 133,34\text{ г/моль}$.

Відповідь: $\rho(\text{AlCl}_3) = 20,017\text{г/л}$ або $0,02002\text{г/мл}$

10. Наважку препарату масою 0,5146г, що містить кристалогідрат щавлевої кислоти $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, розчинили у воді. Розчин перенесли у мірну колбу на 100мл, Об'єм розчину довели до кільцевої позначки дистильованою водою і старанно перемішали. Відібрали піпеткою 20мл виготовленого розчину і провели потенціометричне титрування робочим розчином гідроксиду натрію із $c(\text{NaOH}) = 0,1060\text{ моль/л}$. З кривої потенціометричного титрування визначили, що точці еквівалентності відповідає об'єм робочого розчину 16,48мл. Визначити масову частку $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ у препараті.

Відповідь: $\omega(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 99,0\%$.

11. Визначити масову концентрацію кальцій хлориду за такими даними: на потенціометричне титрування 20 мл розчину кальцій хлориду було витрачено 16,15 мл розчину аргентум нітрату з $c(\text{AgNO}_3) = 0,0448\text{ моль/л}$. $M(\text{CaCl}_2) = 110,98\text{ г/моль}$.

12. 10мл розчину $\text{Ba}(\text{OH})_2$ перенесли у мірну колбу місткістю 100мл. Об'єм розчину довели до кільцевої позначки дистильованою водою і старанно перемішали. За допомогою піпетки 20мл цього розчину перенесли у хімічний стакан і провели кондуктометричне титрування робочим розчином HCl , $c(\text{HCl}) = 0,01\text{моль/л}$. Точка еквівалентності зафіксована, коли об'єм HCl становив 18,15мл. Визначити масову концентрацію $\text{Ba}(\text{OH})_2$ у розчині, що аналізувався. $M(\text{Ba}(\text{OH})_2) = 171,342\text{г/моль}$.

13. Вирахувати масу оптимальної наважки препарату, що містить за

попередніми даними 75% кристалогідрату $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, для потенціометричного титрування робочим розчином барій хлориду з $c(\frac{1}{2}\text{BaCl}_2) = 0,1$ моль/л. Об'єм робочого розчину BaCl_2 має бути у межах інтервалу від 10мл до 20мл. $M(\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 322,20$ г/моль.

14. За допомогою піпетки 15 мл розчину магній хлориду перенесли у комірку для кондуктометричного титрування. Кондуктометричне титрування провели розчином аргентум нітрату з $c(\text{AgNO}_3) = 0,09482$ моль/л. Точці еквівалентності відповідав об'єм титранту 21,12 мл. Визначити масову концентрацію магній хлориду у розчині, який аналізували. Розрахувати титр цього робочого розчину AgNO_3 по магній хлориду. $M(\text{MgCl}_2) = 95,21$ г/моль.

15. Наважку 0,2597г препарату, який містить кристалогідрат магній сульфату $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, перенесли у конічну колбу, розчинили у воді, додали 5мл амонійного буферного розчину металохромний індикатор і провели потенціометричне титрування робочим розчином трилону Б. Точці еквівалентності відповідав об'єм 11,12мл розчину трилону Б з молярною концентрацією еквівалента 0,0498моль/л. Визначити масову частку $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ у препараті. $M(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 246,48$ г/л

Відповідь: оптимальна наважка в межах інтервалу від 0,3248г до 0,4872.

16. Вирахувати масу оптимальної наважки препарату, що містить за попередніми даними 75% кристалогідрату $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, для потенціометричного титрування робочим розчином хлориду барію з $c(\frac{1}{2}\text{BaCl}_2) = 0,1$ моль/л. Об'єм робочого розчину BaCl_2 має бути у межах інтервалу від 10мл до 20мл. $M(\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 322,20$ г/моль.

Відповідь: оптимальна наважка в межах інтервалу від 0,2148г до 0,4296г.

17. Розрахувати оптимальну наважку препарату, який за попередніми даними містить приблизно 90% кристалогідрату $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, для точного визначення вмісту $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Методика кількісного визначення: наважку препарату розчиняють у воді в мірній колбі на 200мл. Об'єм розчину доводять до кільцевої позначки дистильованою водою і старанно перемішують. Відбирають піпеткою 50мл виготовленого розчину і провели потенціометричне титрують робочим розчином трилону Б з молярною

концентрацією еквівалента $c(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{H}_2\text{L}) = 0,05\text{моль/л}$. Об'єм робочого розчину трилону Б має бути у межах інтервалу від 10мл до 20мл. $M(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 249,69\text{г/моль}$.

Відповідь: оптимальна наважка в межах інтервалу від 0,2628г до 0,5256г

18. Наважку 0,1534 г препарату, який містив кристалогідрат щавлевої кислоти $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ розчинили у воді. Провели потенціометричне титрування робочим розчином натрій гідроксиду, $c(\text{NaOH}) = 0,1047\text{ моль/л}$. З кривої потенціометричного титрування визначили, що точці еквівалентності відповідає об'єм робочого розчину натрій гідроксиду рівний 23,02 мл. Визначити масову частку $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ у препараті. $M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 126,066\text{ г/моль}$. Фактор еквівалентності для щавлевої кислоти $\frac{1}{2}$

ЗАНЯТТЯ 7. Контроль засвоєння змістового модуля «Інструментальні методи аналізу». Письмова контрольна робота. Контроль практичних навичок

Студент має знати:

1. Предмет та задачі аналітичної хімії, хімічного аналізу, шляхи і способи їх, рішення.
2. Роль і значення методів аналітичної хімії у фармації.
3. Зв'язок аналітичних властивостей сполук у залежності від положення відповідних елементів у періодичній системі Д.І. Менделєєва.
4. Застосування основних положень теорії розчинів в аналітичній хімії, вчення про хімічну рівновагу, хімічну кінетику, каталіз, адсорбцію в аналітичній хімії.
5. Принципи якісного аналізу. Якісний аналіз основних класів неорганічних та органічних речовин.
6. Основи методів виділення, розподілу, концентрування речовин.
7. Використання сучасних фізичних та фізико-хімічних методів у якісному аналізі неорганічних та органічних речовин.
8. Основи гравіметрії, титриметрії, інструментальних методів аналізу.
9. Основи математичної статистики стосовно до оцінки вірності та

відтворюваності результатів кількісного аналізу.

10. Основні літературні джерела та довідкову літературу з аналітичної хімії.

Вміти:

1. Самостійно працювати з навчальною та довідковою літературою з аналітичної хімії.
2. Відбирати середню пробу, складати схему аналізу, проводити якісний та кількісний аналіз речовин у межах використання основних прийомів та методів, передбачених програмою.
3. Виконувати початкові розрахунки, підсумкові розрахунки результатів кількісного аналізу.
4. Користування мірним посудом, аналітичними терезами.
5. Володіти технікою виконання основних аналітичних операцій.
6. Готувати та стандартизувати розчини аналітичних реагентів.
7. Працювати з основними типами приладів, які використовують в аналізі.
8. Оформлювати протоколи проведення аналізу.
9. Застосовувати набути знання для аналізу лікарських засобів та інших біологічно-активних речовин.



РЕКОМЕНДОВАНА НАВЧАЛЬНО-МЕТОДИЧНА ЛІТЕРАТУРА

1. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2-х кн. Кн.1. Общие теоретические основы. Качественный анализ. М: Высш. шк., 2001. – 604 с.
2. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2-х кн. Кн.2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. — М.: Высш. шк., 2001.
3. Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия: В 2 кн. — М.: Химия, 1990. — 846 с.
4. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 1: Титриметрические и гравиметрические методы анализа. — М.: Дрофа, 2003. — 368 с.
5. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2: Физико-химические методы анализа. — М.: Дрофа, 2003. — 384 с.
6. Алексеев В.Н. Курс качественного химического полумикроанализа. — М: Химия. 1973.

7. Алексеев В.Н. Количественный анализ. – М. Химия, 1972 – 504 с.
8. Практикум по аналитической химии / Под ред. В.Д. Пономарева, Л.И. Ивановой. – М.: Высшая школа, 1983. – 288 с.
9. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – М.: Химия, 1989. – 448 с.
10. Державна Фармакопея України. – 1-е вид. – Харків: РІРЕГ, 2001. – 556 с.
11. Державна Фармакопея України. – 1-е вид. – Харків: РІРЕГ, Доповнення 1. – 2004. – 520 с.
12. Аналітична хімія: навчальний посібник / О.М. Гайдукевич, В.В. Болотов, Ю.В. Сич та ін. – Х.: Основа, Вид-во НФАУ, 2000. – 432 с.
13. Практикум з аналітичної хімії: Навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. / В.В. Болотов, Ю.В. Сич, О.М. Свєчнікова, С.В. Колісник, О.Г. Кизим, Т.В. Жукова, М.А. Зареченський, Т.А. Бережна; За заг. ред. В.В. Болотова. – Х.: Вид-во НФАУ; Золоті сторінки, 2003. – 240 с.
14. Аналитическая химия в схемах и таблицах: Справочник для студ. фармац. вузов / В.В. Болотов, Т.В. Жукова, Е.Е. Микитенко, Е. М. Свєчникова, Ю.В. Сыч, Т.А. Костина, И.Ю. Петухова, В.П. Мороз; Под общ. ред. В.В. Болотова. – Х.: Изд-во НФАУ; Золотые страницы, 2002. – 172 с.



ЗМІСТ

ОСОБЛИВОСТІ АНАЛІТИЧНИХ ВИЗНАЧЕНЬ В ІНСТРУМЕНТАЛЬНИХ МЕТОДАХ АНАЛІЗУ.....	3
Заняття 1. Оптичні методи аналізу. Лабораторна робота «Визначення вмісту речовини у препараті методами візуальної колориметрії». Тестовий контроль.	3
Питання для теоретичної підготовки	3
Лабораторна робота №1. Визначення вмісту речовини у препараті методом візуальної колориметрії.	4
ТЕСТОВІ ПИТАННЯ З БАЗИ ДАНИХ «КРОК 1»	8
Заняття 2. Спектрофотометрія. Лабораторна робота	

«Спектрофотометричне визначення вмісту речовини у препараті». Контроль засвоєння змістового модуля «Оптичні методи аналізу». Тестові завдання з бази даних «КРОК 1».	
Письмова контрольна робота	14
Питання для теоретичної підготовки	14
Лабораторна робота №2	14
Фотоелектроколориметричне визначення вмісту $K_2Cr_2O_7$ у розчині	14
ТЕСТОВІ ПИТАННЯ З БАЗИ ДАНИХ «КРОК 1»	19
Заняття 3 Електрохімічні методи аналізу. Потенціометричний аналіз. Потенціометричне титрування. Графічні методи встановлення точки кінця титрування. Лабораторна робота..	24
Питання для теоретичної підготовки	24
ТЕСТОВІ ПИТАННЯ З БАЗИ ДАНИХ «КРОК 1»	26
Лабораторна робота №3	33
Визначення вмісту борної кислоти у препараті методом потенціометричного титрування.	33
Заняття 4. Хроматографічні методи аналізу. Адсорбційна та йонообмінна хроматографія. Лабораторна робота «Визначення вмісту солей лужноземельних металів у фармацевтичному препараті методом йонообмінної хроматографії». Тестовий контроль.	38
Питання для теоретичної підготовки	38
Лабораторні роботи.....	39
<i>Кількісне визначення кальцій хлориду в розчині.</i>	<i>39</i>
ТЕСТОВІ ПИТАННЯ З БАЗИ ДАНИХ «КРОК 1»	40
Заняття 5.....	45
Розподільна хроматографія. Ситуаційні задачі. Лабораторна робота «Розділення компонентів суміші методом тонкошарової чи паперової хроматографії». Тестовий контроль.....	45
Питання для підготовки.....	45
ТЕСТОВІ ПИТАННЯ З БАЗИ ДАНИХ «КРОК 1»	48

Заняття 6. Методи визначення якісного та кількісного вмісту аналіту у препаратах за даними результатів електрохімічних та хроматографічних методів аналізу. Розв’язування ситуаційних задач.	53
Перелік питань до підсумкового контролю знань	53
Типові задачі до модуля	56
ЗАНЯТТЯ 7. Контроль засвоєння змістового модуля «Інструментальні методи аналізу». Письмова контрольна робота. Контроль практичних навичок.....	60
РЕКОМЕНДОВАНА НАВЧАЛЬНО-МЕТОДИЧНА ЛІТЕРАТУРА ..	61

