

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ УКРАИНЫ
Запорожский государственный медицинский университет
Кафедра аналитической химии

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Модуль 2

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ И ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА (конспект)

Смысловой модуль 5

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

Запорожье 2016

Учебно-методическое пособие составили:

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

Рецензенты:

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

Учебно-методическое пособие утверждено:

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

ПРЕДИСЛОВИЕ

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

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

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

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

Модуль 3 состоит из двух смысловых модулей:

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

Занятие № 5

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

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

3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:

3.1. Усвоить сущность и классификацию потенциометрических методов анализа.

3.2. Изучить принцип метода прямой потенциометрии, применяемые электроды. Научиться измерять рН растворов, определять концентрацию анализируемого раствора.

3.3. Изучить принцип потенциометрического титрования, применяемые электроды. Научиться рассчитывать значения реального потенциала в различные моменты титрования (кислотно-основного, осадительного, окислительно-восстановительного и комплексиметрического), строить кривые титрования.

4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:

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

5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

5.1. Повторить из курса качественного анализа: произведение растворимости малорастворимого сильного электролита, влияние добавок электролитов на растворимость малорастворимого сильного электролита, расчет значений рН сильных и слабых кислот и оснований, буферных систем.

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

Учебные вопросы для самоподготовки студентов

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

5.3. Решить задачи:

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

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

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

Ответ: 0,469 В; 0,292 В; 0,115 В.

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

Ответ: 0,947 В.

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

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

Литература:

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. – М.: Дрофа, 2002. – С. 179-211.
2. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
3. Основы аналитической химии / Ю.А.Золотов, Е.Н.Дорохова, В.И.Фадеева и др. / Под ред. Ю.А.Золотова. – М.: Высш. шк., 2002. – С.120-151.
4. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 219-228.
5. Практикум по аналитической химии. Под общ. ред. В.Д. Пономарева, Л.И. Ивановой. – М.: Высшая школа, 1983. – С. 220-226.
6. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 447-457.

6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

1. Определение pH растворов

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

Методика работы. Предварительно иономер универсальный 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 pH. Выполняют несколько параллельных измерений.

Полученные результаты записывают в таблицу:

Исследуемый раствор	Значение pH		
	pH ₁	pH ₂	pH _{ср.}

Вывод:

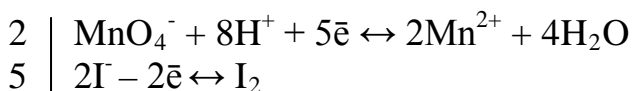
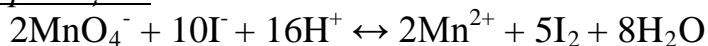
2. Определение массовой доли (в %) раствора йодида калия

Способ титрования – прямой.

Метод титрования – отдельных навесок.

Электроды – хлорсеребряный (стандартный),
платиновый (индикаторный)

Химизм реакции:



Предварительные расчеты:

$M(\text{KI}) = 166,0$ г/моль;

$f_{\text{э}}(\text{KI}) = 1$;

$M_{\text{э}}(\text{KI}) = f_{\text{э}}(\text{KI}) \cdot M(\text{KI}) = 166,0 \cdot 1 = 166,0$ г/моль.

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

Первое титрование – ориентировочное (грубое).

В процессе титрования реагент (0,1000 н. раствор KMnO_4) прибавляют по 1,00 мл. После введения в систему титранта, раствор перемешивают с помощью магнитной мешалки на протяжении 30 с и регистрируют величину редокс-потенциала. Ориентировочное титрование дает возможность определить приблизительный объем титранта, который будет затрачен на титрование.

Второе титрование – точное.

До начала скачка редокс-потенциала определяемой системы титрант (0,1000 н. раствор KMnO_4) прибавляют по 1,00 мл, а в пределах скачка потенциала – по 0,10 мл. Это дает возможность точно зафиксировать ТЭ проведенного титрования.

Результаты титрования записывают в таблицу:

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

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

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

$$\omega_{(KI)} = \frac{V_{(KMnO_4)} \cdot C_{(KMnO_4)} \cdot K_n \cdot M_{Э(KI)} \cdot 100}{a_{(KI)} \cdot 1000} \cdot$$

Вывод:

7. НАГЛЯДНЫЕ ПОСОБИЯ, ТС ОБУЧЕНИЯ И КОНТРОЛЯ

7.1. Табличный фонд по теме занятия.

7.2. Учебные пособия:

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

7.3. ТС обучения и контроля:

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

Занятие № 6

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

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

3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:

3.1. Овладеть техникой потенциометрического фиксирования КТТ.

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

4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:

- | | |
|---|---------|
| 4.1. Организационный момент | 5 мин |
| 4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя)..... | 5 мин |
| 4.3. Выявление исходного уровня знаний..... | 20 мин |
| 4.4. Коррекция исходного уровня знаний..... | 45 мин |
| 4.5. Организация самостоятельной работы студентов (целевые указания преподавателя, техника безопасности)..... | 5 мин |
| 4.6. Лабораторная работа..... | 135 мин |

- 4.7. Итоговый контроль: проверка результатов лабораторной работы и протоколов.....20 мин
 4.8. Заключительное слово преподавателя, указания к следующему занятию.....5 мин

5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

- 5.1. Повторить теоретический материал, решение расчетных задач по теме 5.
 5.2. Изучить программный материал по данной теме, пользуясь рекомендуемой литературой и лекциями.

Учебные вопросы для самоподготовки студентов

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

5.3. Решить задачи:

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

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

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

Ответ: 58,24%.

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

V_{HClO_4} , мл	3,60	3,80	4,00	4,20	4,40	4,60	4,80	5,00	5,20	5,40
E , мВ.....	431	439	450	465	490	523	550	566	573	576

Вычислить молярную концентрацию эквивалента HClO_4 . Положение точки эквивалентности определить по методу Грана.

Ответ: 0,1192 моль/л.

Литература:

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа. - М.: Дрофа, 2002. – С. 179-211.
2. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1979. – 480 с.
3. Основы аналитической химии / Ю.А.Золотов, Е.Н.Дорохова, В.И.Фадеева и др. / Под ред. Ю.А.Золотова. – М.: Высш. шк., 2002. – С.120-151.
4. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2 кн. Кн. 2. – М.: Высшая школа, 1982. – С. 219-228.
5. Практикум по аналитической химии. Под общ. ред. В.Д. Пономарева, Л.И. Ивановой. - М.: Высшая школа, 1983. – С. 220-226.
6. Харитонов Ю.Я. Аналитическая химия (аналитика). В 2 кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Высшая школа, 2001. – С. 447-457.

6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

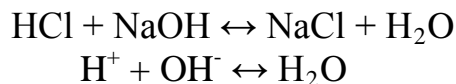
Определение содержания хлороводородной кислоты (в г/л) и борной кислоты (в г/л) в растворе при их совместном присутствии

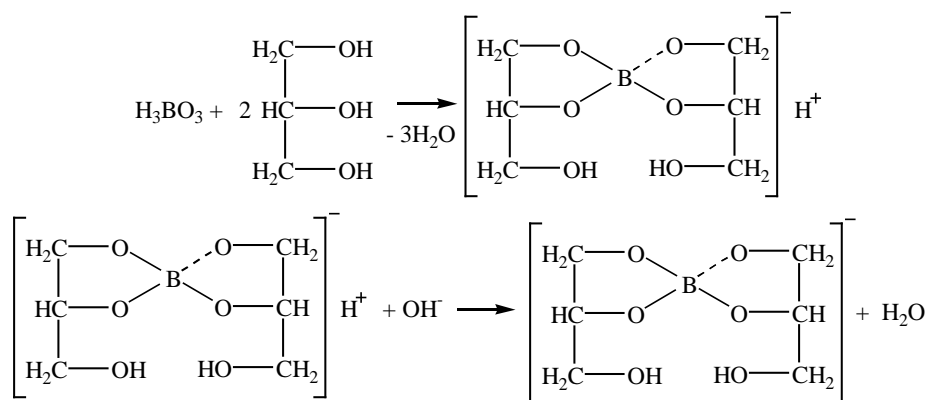
Способ титрования – прямой.

Метод титрования – отдельных навесок.

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

Химизм реакции:





Предварительные расчеты:

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

$$f_{\text{э}}(\text{HCl}) = 1;$$

$$M_{\text{э}}(\text{HCl}) = f_{\text{э}}(\text{HCl}) \cdot M(\text{HCl}) = 36,46 \cdot 1 = 36,46 \text{ г/моль};$$

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

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

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

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

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

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

Результаты титрования записывают в таблицу:

V(KMnO ₄), мл	E _p , мВ	ΔV, мл	ΔE, мВ	ΔE/ΔV

По полученным данным строят интегральную и дифференциальную кривые титрования, находят объем титранта в точках эквивалентности и рассчитывают содержание HCl и H₃BO₃ в смеси по формулам:

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

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

Вывод:

7. НАГЛЯДНЫЕ ПОСОБИЯ, ТС ОБУЧЕНИЯ И КОНТРОЛЯ

7.1. Табличный фонд по теме занятия.

7.2. Учебные пособия:

– справочник по аналитической химии;

– практикум по аналитической химии.

7.3. ТС обучения и контроля:

– карточки для выявления исходного уровня знаний-умений;

– контрольные вопросы.

Занятие № 7

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

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

3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:

3.1. Усвоить сущность хроматографических методов анализа.

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

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

4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:

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

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

5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

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

Учебные вопросы для самоподготовки студентов

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

5.2. Решить задачи:

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

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

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

Ответ: 20,02; 18,27; 13,33; 6,89 г/л.

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

Ответ: 44,71%, 0,8940 г.

Литература:

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

6. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

1. Определение массовой доли (в %) хлорида натрия

1. Подготовка хроматографической колонки

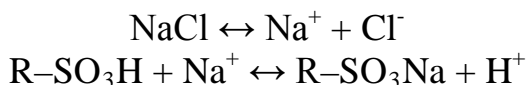
Колонку устанавливают в строго вертикальном положении. Кран закрывают и колонку на $\frac{1}{2}$ наполняют дистиллированной водой. Затем подготовленный сорбент смывают, одновременно открывая кран. Надо следить, чтобы между зернами сорбента в колонке не задерживались пузырьки воздуха. Оставшиеся пузырьки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

2. Приготовление раствора анализируемого вещества

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

3. Хроматографирование анализируемой пробы

Химизм реакции:



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

4. Титрование элюата и расчет содержимого натрия хлорида

Способ титрования – прямой.

Метод титрования – пипетирование.

Химизм реакции:



Предварительные расчеты:

$M(\text{NaCl}) = 58,44$ г/моль;

$f_{\text{э}}(\text{NaCl}) = 1$;

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

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

Массовую долю хлорида натрия в анализируемом растворе рассчитывают по формуле:

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

Вывод:

2. Анализ смеси анионов (Cl⁻, Br⁻, I⁻) методом тонкослойной хроматографии (ТСХ)

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

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

R_f рассчитывается по уравнению:

$$R_f = \frac{x}{L}, \text{ где}$$

x – расстояние от линии старта до центра пятна;

L – расстояние, пройденное за это же время растворителем.

Вывод:

7. НАГЛЯДНЫЕ ПОСОБИЯ, ТС ОБУЧЕНИЯ И КОНТРОЛЯ

7.1. Табличный фонд по теме занятия.

7.2. Учебные пособия:

– справочник по аналитической химии;

– практикум по аналитической химии.

7.3. ТС обучения и контроля:

– карточки для выявления исходного уровня знаний-умений;

– контрольные вопросы.

Занятие № 8

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

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

3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:

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

3.2. Проверить умения студентов обоснованно выбирать методику анализа предложенного химического соединения и умения решать расчетные задачи.

3.3. Дать оценку ведению протоколов лабораторных работ.

4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:

4.1. Организационный момент5 мин

- 4.2. Постановка цели занятия и мотивация изучения темы занятия (вступительное слово преподавателя).....5 мин
- 4.3. Выявление конечного уровня знаний-умений (картированный контроль).....50 мин
- 4.4. Коррекция конечного уровня знаний-умений (индивидуальное собеседование).....150 мин
- 4.5. Проверка протоколов лабораторных работ.....25 мин
- 4.6. Заключительное слово преподавателя по результатам итогового контроля.....5 мин

5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

- 5.1. Повторить теоретический материал, решение расчетных задач по темам 4-7.
- 5.2. Изучить программный материал по данной теме, пользуясь рекомендуемой литературой и лекциями.

Учебные вопросы для самоподготовки студентов

Электрохимические методы анализа

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

Потенциометрический анализ (потенциометрия)

1. Классификация электродов, применяемых в потенциометрическом методе: по механизму образования потенциала, по роду обратимости, по назначению.
2. Электроды сравнения и индикаторные электроды в потенциометрии. Зависимость их потенциала от концентрации (активности) потенциалопределяющих ионов. Указать наиболее распространенные электроды сравнения.
3. Ионоселективные мембранные электроды. Отличие их механизма действия от электрохимических электродов.
4. Электрохимические реакции. Требования, предъявляемые к ним. Привести примеры электрохимических реакций.
5. Прямая потенциометрия (ионометрия). Основы метода и его классификация. Индикаторные электроды. Способы определения концентрации веществ в методе ионометрии.
6. Прямое потенциометрическое определение рН растворов. Применяемые электроды. Электродные электрохимические процессы.
7. Потенциометрическое титрование. Его сущность. Возможности метода. Преимущества потенциометрического титрования перед химическими титриметрическими методами.

8. Кривые потенциометрического титрования (интегральная, дифференциальная и по методу Грана). Принцип их построения и определение точки эквивалентности.
9. Пример применения потенциометрического титрования при количественном определении веществ, обладающих кислотно-основными свойствами. Привести расчеты значений равновесного потенциала в различные моменты титрования (до ТЭ, в ТЭ, после ТЭ).
10. Привести пример применения потенциометрического титрования веществ, вступающих в реакцию осаждения. Привести расчеты значений равновесного потенциала для скачка титрования.
11. Привести пример потенциометрического титрования веществ, обладающих окислительно-восстановительными свойствами. На примере титрования пероксида водорода перманганатом калия рассчитать равновесный потенциал системы в точке эквивалентности.

Кондуктометрический анализ (кондуктометрия)

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

Полярографический анализ (полярография)

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

Амперометрическое титрование

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

Кулонометрический анализ

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

Хроматографические методы анализа

1. Классификация хроматографических методов анализа по механизму разделения, агрегатному состоянию фаз, по технике выполнения эксперимента. Область их применения и значение в фармации.

2. Теория хроматографии: теория теоретических тарелок и кинетическая теория.

Ионообменная хроматография.

1. Теоретические основы ионообменной хроматографии. Реакции ионного обмена, проходящие на катионитах и анионитах. Ионообменное равновесие. Константа ионного обмена.
2. Теоретические основы ионообменной хроматографии. Кинетика ионного обмена. Обменная емкость. Подготовка ионитов и хроматографических колонок к работе. Области применения ионообменной хроматографии.
3. Какие сорбенты применяют в ионообменной хроматографии? Требования, предъявляемые к сорбентам. Химическая природа ионообменников (катионитов, анионитов).
4. На чем основано определение концентрации раствора натрия хлорида методом ионообменной хроматографии? Написать уравнение ионного обмена и уравнение процесса титрования продукта ионного обмена с титрантом.
5. Понятие об ионной, ион-парной и лигандообменной хроматографии.

Тонкослойная и бумажная хроматографии.

Применение в количественном анализе. Привести примеры.

Газовая (газожидкостная и газоадсорбционная) хроматография.

1. Сущность метода. Понятие о теории метода. Параметры удерживания. Параметры разделения (степень разделения, коэффициент разделения, число теоретических тарелок).
2. Хроматографические колонки и детекторы газовой хроматографии.
3. Практика метода. Методы количественной обработки хроматограмм (абсолютной калибровки, внутреннего стандарта, внутренней нормализации).
4. Применение метода в фармацевтическом анализе.
Высокоэффективная жидкостная хроматография. Сущность метода. Применение метода в фармации.

Литература:

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

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

6. НАГЛЯДНЫЕ ПОСОБИЯ, ТС ОБУЧЕНИЯ И КОНТРОЛЯ

6.1. Табличный фонд по теме занятия.

6.2. Учебные пособия:

– справочник по аналитической химии;

– практикум по аналитической химии.

6.3. ТС обучения и контроля:

– карточки для выявления исходного уровня знаний-умений;

– контрольные вопросы;

– тесты.

Занятие № 9

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

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

3. ЦЕЛЕВЫЕ ЗАДАЧИ:

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

3.2. Проверить умения студентов обоснованно выбирать методику анализа предложенного химического соединения, решать расчетные задачи.

3.3. Дать оценку ведению протоколов лабораторных работ.

4. ПЛАН И ОРГАНИЗАЦИОННАЯ СТРУКТУРА ЗАНЯТИЯ:

4.1. Организационный момент	5 мин
4.2. Выявление конечного уровня знаний-умений (тестовый контроль).....	50 мин
4.3. Коррекция конечного уровня знаний-умений (индивидуальное собеседование).....	170 мин
4.4. Заключительное слово преподавателя по результатам итогового контроля.....	15 мин

5. ЗАДАНИЕ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ СТУДЕНТОВ:

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

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

Литература:

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

6. НАГЛЯДНЫЕ ПОСОБИЯ, ТС ОБУЧЕНИЯ И КОНТРОЛЯ

6.1. Табличный фонд по теме занятия.

6.2. Учебные пособия:

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

6.3. ТС обучения и контроля:

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