РОБОЧИЙ ЗОШИТ
З АНАЛІТИЧНОЇ ХІМІЇ
МОДУЛЬ 2

МІНІСТЕРСТВО ОХОРОНИ ЗДОРОВ'Я УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ФАРМАЦЕВТИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
КАФЕДРА АНАЛІТИЧНОЇ ХІМІЇ

РОБОЧИЙ ЗОШИТ
З АНАЛІТИЧНОЇ ХІМІЇ
МОДУЛЬ 2

Студента ___ курсу _____ групи

_____

(прізвище, ім’я)

Харків
НФаУ
2019

УДК 543(075.8)
Р 58

Рекомендовано ЦМР Національного фармацевтичного університету (протокол № 4 від 16 червня 2019 р.)

Автори: І. С. Гриценко, С. В. Колісник, І. Ю. Петухова, О. Г. Кизим.

Рецензенти: С. В. Баюрка, доктор фармацевтичних наук, професор, завідувач кафедри лікарської та аналітичної токсикології Національного фармацевтичного університету;
М. Є. Блажеєвський, доктор хімічних наук, професор кафедри фізичної та колоїдної хімії Національного фармацевтичного університету.

Робочий зошит з аналітичної хімії. Модуль 2 / І. С. Гриценко, Р 58 С. В. Колісник, І. Ю. Петухова та ін. – Харків : НФаУ, 2019. – 28 с.

Робочий зошит створено за освітньою програмою з дисципліни «Аналітична хімія» за спеціальністю 226 Фармація, промислова фармація. Видання містить лабораторні роботи Модуля 2 з кількісного (методи осадження, комплексонометрія, окисно-відновне титрування) та інструментальних (потенціометричне титрування, фотоелектроколориметрія, рефрактометрія, поляриметрія та хроматографія) методів аналізу, а також тестові питання для самопідготовки до інтегрованого ліцензійного іспиту Крок 1.

Призначено для аудиторної самостійної роботи здобувачів вищої освіти заочної форми навчання.

УДК 543(075.8)

© Гриценко І. С., Колісник С. В.,
Петухова І. Ю., Кизим О. Г., 2019
© НФаУ, 2019

ЗМІСТ

Вступ 4

Титриметричний аналіз 5

Осаджувальне та комплексонометричне титрування 5

Окисно-відновне титрування. Йодометричне визначення окисників та відновників. Нітритометрія 9

Інструментальні методи аналізу 15

Електрохімічні методи аналізу. Потенціометричне титрування 15

Оптичні методи аналізу. Фотоелектроколориметрія. Рефрактометрія. Поляриметрія 19

Хроматографічні методи аналізу. Осадова хроматографія на папері. Тонкошарова хроматографія 25

Список літературних джерел та інформаційних ресурсів 27

Вступ

Робочий зошит для аудиторної самостійної роботи студентів заочної форми навчання створено за освітньою програмою з дисципліни «Аналітична хімія» за спеціальністю 226 Фармація, промислова фармація.

Робочий зошит містить лабораторні роботи Модуля 2 з титриметричного аналізу (аргентометричне визначення масової відсоткової частки калій броміду за методом Мора; комплексонометричне визначення масової відсоткової частки кальцій хлориду та загальної твердості води; йодометричне визначення масової відсоткової частки купрум(II) сульфату та натрій арсеніту; нітритометричне визначення стрептоциду) та фізико-хімічних (інструментальних) методів аналізу (потенціометричне визначення масової відсоткової частки феруму(II); фотоелектроколориметричне визначення масової відсоткової частки ферум(III) з сульфосаліциловою кислотою; визначення концентрації калій хлориду, калій броміду та глюкози в розчині рефрактометричним методом; поляриметричне визначення концентрації глюкози в розчині; ідентифікація речовин за методом тонкошарової хроматографії та розділення і виявлення катіонів Hg_2^{2+}, Bi^{3+}, Ni^{2+}методом осадової хроматографії на папері) а також наведені тестові питання для самопідготовки до інтегрованого ліцензійного іспиту Крок 1.

Призначено для аудиторної самостійної роботи студентів заочної форми навчання з дисципліни «Аналітична хімія», спеціальності 226 Фармація, промислова фармація.

ТИТРИМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ

Заняття №___
Тема: Осаджувальне та комплексонометричне титрування

Робота 1. Аргентометричне визначення масової відсоткової частки калій броміду за методом Мора.

Рівняння реакцій:

$$KBr + AgNO_3 \rightleftharpoons AgBr\downarrow + KNO_3$$
$$2AgNO_3 + K_2CrO_4 \rightleftharpoons Ag_2CrO_4\downarrow + 2KNO_3$$

Розрахунок молярної маси речовини еквівалента E(KBr) та стехіометричного співвідношення s:

$$E(KBr) = M(KBr)\cdot f$$
$$f = 1;\ s = 1.$$

Точну наважку калію броміду переносять в колбу для титрування, розчиняють в зручному для титрування об'ємі дистильованої води, додають 2-3 краплі індикатора (розчин K_2CrO_4) і титрують стандартним розчином $AgNO_3$ до забарвлення осаду в цегляно-червоний колір. Титрування повторюють до одержання відтворюваних результатів.

Розраховують масову відсоткову частку калій броміду за молярною масою речовини еквівалента E(KBr).

Дано:
$c(AgNO_3)$ =
$V(AgNO_3)$ =
E(KBr) =
m(KBr) =
---
w (KBr) -?

Розраховують масову відсоткову частку калій броміду за величиною її молярної маси M(KBr) та коефіцієнта s:

Дано:
$c(AgNO_3)$ =
$V(AgNO_3)$ =
M(KBr) =
m(KBr) =
s=
---
w (KBr) -?

Розраховують масову відсоткову частку калій броміду згідно титру титранту за досліджуваною речовиною $T(AgNO_3/KBr)$ та $K(AgNO_3)$:

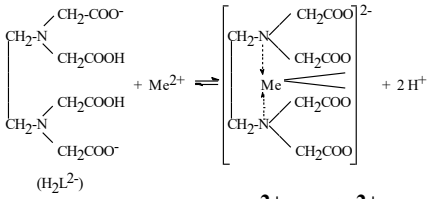
Дано:

$T(AgNO_3/KBr)$ =
$V(AgNO_3)$ =
$K(AgNO_3)$ =
m(KBr) =

w(KBr) -?

Робота 2. Комплексонометричне визначення масової відсоткової частки кальцій хлориду.

Рівняння реакцій:



(H_2L^{2-})

$Me^{2+} = Ca^{2+}$

Розрахунок молярної маси речовини $MCaCl_2$ та стехіометричного співвідношення s:

$M(CaCl_2)$ = 110,99г/моль; s= 1.

Точну наважку кальцію хлориду переносять в колбу для титрування, розчиняють в зручному для титрування об'ємі дистильованої води, додають 2-3 краплі обраного індикатора (еріохром чорний Т), 10 $см^3$ амоніачного буферного розчину і титрують стандартним розчином трилону Б (ЕДТА) до переходу червоно-фіолетового забарвлення розчину в синє. Титрування повторюють до одержання відтворюваних результатів.

Розраховують масову відсоткову частку кальцій хлориду за молярною масою досліджуваної речовини $M(CaCl_2)$ та s:

Дано:

c(ЕДТА) =
V(ЕДТА) =
$M(CaCl_2)$ =
$m(CaCl_2)$ =
s=

w ($CaCl_2$) – ?

Розраховують масову відсоткову частку кальцій хлориду згідно титру титранту за досліджуваною речовиною Т(ЕДТА/$CaCl_2$) та К(ЕДТА):

Дано:
Т(ЕДТА/$CaCl_2$) =
V(ЕДТА) =
К (ЕДТА) =
m($CaCl_2$) =
w ($CaCl_2$) – ?

Робота 3. Комплексонометричне визначення загальної твердості води.

Загальна твердість води зумовлена присутністю кальцій(II)- і магній(II)-катіонів, сумарна концентрація яких визначається комплексонометрично:

$$\mathbf{Ca^{2+} + H_2L^{2-} \rightleftharpoons [CaL]^{2-} + 2H^+}$$
$$\mathbf{Mg^{2+} + H_2L^{2-} \rightleftharpoons [MgL]^{2-} + 2H^+}$$

В колбу для титрування відміряють бюреткою точний об'єм досліджуваної водопровідної води (40,00 - 50,00 $см^3$), додають 2-3 краплі обраного індикатора (еріохром чорний Т), 10 $см^3$ амоніачного буферного розчину і титрують стандартним розчином трилону Б (ЕДТА) до переходу червоно-фіолетового забарвлення розчину в синє. Титрування повторюють до одержання відтворюваних результатів.

Розраховують загальну твердість води (Х).

Дано:
с(ЕДТА) =
V(ЕДТА) =
V(H_2O) =
Х(H_2O), ммоль/$дм^3$ - ?

ТЕСТОВІ ПИТАННЯ ДЛЯ САМОПІДГОТОВКИ

1. Приготували 0,1М розчин арґентуму нітрату. Вкажіть речовину-стандарт для стандартизації цього розчину:

A. Натрію бензоат

B. Натрію тетраборат

C. Натрію гідроксид

D. Оксалатна кислота

E. Калію хлорид

2. Які аніони можна визначити за методом Мора?

A. Хлорид та бромід

B. Нітрат та ацетат

C. Йодид та тіоціанат

D. Хромат та манґанат

E. Форміат та нітрит

3. При арґентометричному визначенні лікарського препарату, що містить KBr, за методом Мора у якості індикатора використовують:

A. Калію хромат

B. Феруму (III) тіоціанат

C. Флуоресцеїн

D. Мурексид

E. Тропеолін 00

4. Для визначення масової частки натрію хлориду в фізіологічному розчині хімік-аналітик застосував метод Мора, титрантом якого є:

A. Натрію тетраборат

B. Амонію тіоціонат

C. Арґентуму нітрат

D. Меркурію (I) нітрат

E. Меркурію (II) нітрат

5. Спеціаліст для кількісного визначення хлорид-іонів в лікарському препараті використав метод Мора. Кінцева точка титрування була зафіксована за утворенням цегляно-червоного осаду, який утворений такою сполукою:

A. Срібла хлорид

B. Калію хромат

C. Калію дихромат

D. Срібла хромат

E. Калію хлорид

6. Для стандартизації титрованого розчину трилону Б використовують стандартний розчин:

A. Натрію хлориду

B. Натрію тетраборату

C. Цинку сульфату

D. Калію дихромату

E. Оксалатної кислоти

7. В лабораторіях різного профілю для визначення загальної твердості питної води використовують метод:

A. Алкаліметрії

B. Осадження

C. Оксидиметрії **D**. Комплексонометрії **E**. Ацидиметрії
8. Яку сполуку додають при визначенні катіонів кальцію с індикатором мурексидом для створення pH>12? **A.** Аміачний буфер **B**. Ацетатний буфер **C**. Уротропін **D**. Натрію гідроксид **E**. Амонію гідроксид
9. При визначенні загальної твердості води лаборант застосовує індикатор еріохром чорний Т. Вкажіть, яким методом проводилося визначення: **A.** Аргентометрія **B**. Комплексонометрія **C**. Перманганатометрія **D**. Броматометрія **E**. Хроматометрія

Заняття №____

Тема: Окисно-відновне титрування. Йодометричне визначення окисників та відновників. Нітритометрія

Робота 1. Визначення масової відсоткової частки купрум(II) сульфату.

Рівняння реакцій:

$$2CuSO_4 + 4KI \rightarrow 2CuI\downarrow + 2K_2SO_4 + I_2$$

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$$

Розрахунок молярної маси речовини еквівалента $ECuSO_4$ та стехіометричного співвідношення s:

$$E(CuSO_4 \cdot 5H_2O) = M\ (CuSO_4 \cdot 5H_2O) \cdot f;\ f = 1;\ s = 1.$$

Точну наважку купруму сульфату переносять в колбу для титрування, розчиняють в зручному для титрування об'ємі дистильованої води, додають 10-15 $см^3$ 2М розчину сульфатної кислоти (H_2SO_4), 15 $см^3$ 20% розчину калій йодиду (KI) і титрують 0,05М розчином натрій тіосульфату ($Na_2S_2O_3$) до блідо-жовтого забарвлення розчину. Потім додають 2-3 $см^3$ розчину індикатора (крохмалю) і

титрують до зникнення синього забарвлення розчину. Титрування повторюють до одержання відтворюваних результатів.

Розраховують масову відсоткову частку купруму сульфату за молярною масою речовини еквівалента $E(CuSO_4 \cdot 5H_2O)$:

Дано:

$c\ (Na_2S_2O_3)=$

$V(Na_2S_2O_3)=$

$E(CuSO_4 \cdot 5H_2O) =$

$m(CuSO_4 \cdot 5H_2O) =$

$w\ (CuSO_4 \cdot 5H_2O)$ -?

Розраховують масову відсоткову частку купруму сульфату за молярною масою $M(CuSO_4 \cdot 5H_2O)$ та коефіцієнтом s:

Дано:

$c(Na_2S_2O_3)=$

$V(Na_2S_2O_3)=$

$M(CuSO_4 \cdot 5H_2O) =$

$s=$

$m(CuSO_4 \cdot 5H_2O) =$

$w\ (CuSO_4 \cdot 5H_2O)$ -?

Розраховують масову відсоткову частку купруму сульфату згідно титру титранту за досліджуваною речовиною $T(Na_2S_2O_3)/(CuSO_4 \cdot 5H_2O)$ та $K(Na_2S_2O_3)$:

Дано:

$T(Na_2S_2O_3)/(CuSO_4 \cdot 5H_2O)=$

$V(Na_2S_2O_3) =$

$K(Na_2S_2O_3) =$

$m(CuSO_4 \cdot 5H_2O)=$

$w\ (CuSO_4 \cdot 5H_2O)$ -?

Робота 2. Визначення масової відсоткової частки натрій арсеніту.

Рівняння реакцій:

$$\begin{array}{ll} \mathbf{-\ 2e + AsO_2^- + 4OH^- \rightleftharpoons AsO_4^{3-} + 2H_2O} & \mathbf{1} \\ \mathbf{+\ 2e + [I_3]^- \rightleftharpoons\ 3I^-} & \mathbf{1} \\ \hline \mathbf{AsO_2^- + [I_3]^- + 4OH^- \rightarrow AsO_4^{3-} + 2H_2O + 3I^-} & \end{array}$$

Розрахунок молярної маси речовини еквівалента $ENaAsO_2$ та стехіометричного співвідношення s:

$$\mathbf{E(NaAsO_2) = M\ (NaAsO_2) \cdot f;\ f = ½;\ s = 1/2}$$

Точну наважку натрій арсеніту переносять в колбу для титрування, розчиняють у зручному для титрування об'ємі дистильованої води, додають 10 $см^3$ насиченого розчину натрій гідрогенкарбонату ($NaHCO_3$), 2 $см^3$ розчину індикатора (крохмалю) і титрують розчином йоду (розчин I_2 в KI) до появи синього забарвлення розчину від додавання однієї надлишкової краплі титранту. Титрування повторюють до одержання відтворюваних результатів.

Розраховують масову відсоткову частку натрій арсеніту за молярною масою речовини еквівалента $E(NaAsO_2)$:

Дано:

$c\ (1/2[I_3]^-) =$
$V[I_3]^- =$
$E(NaAsO_2) =$
$m(NaAsO_2) =$

$w\ (NaAsO_2)$-?

Розраховують масову відсоткову частку натрій арсеніту за молярною масою $M(NaAsO_2)$ та коефіцієнтом s:

Дано:

$c[I_3]^- =$
$V[I_3]^- =$
$M(NaAsO_2) =$
$s =$
$m(NaAsO_2) =$

$w\ (NaAsO_2)$ - ?

Розраховують масову відсоткову частку натрій арсеніту згідно титру титранту за досліджуваною речовиною $T([I_3]^-/(NaAsO_2)$ та $K([I_3]^-)$:

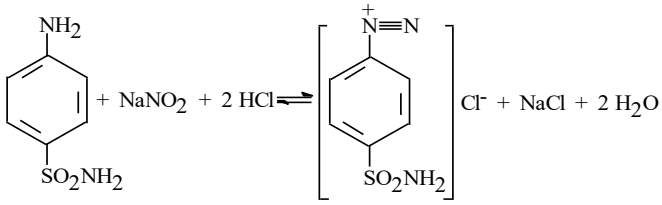
Дано:

$T([I_3]^-/(NaAsO_2) =$
$V([I_3]^-) =$
$K\ ([I_3]^-) =$
$m(NaAsO_2) =$

$w\ (NaAsO_2)$ - ?

Робота 3. Нітритометричне визначення стрептоциду.

Рівняння реакції:



Розрахунок молярної маси речовини еквівалента $E(C_6H_8N_2O_2S)$ та стехіометричного співвідношення s:

$$\mathbf{E(C_6H_8N_2O_2S) = M\ (C_6H_8N_2O_2S) \cdot f;\ f = 1;\ s = 1}$$

Точну наважку стрептоциду переносять в колбу для титрування, розчиняють в10 $см^3$ води і 10 $см^3$ розведеної хлоридної кислоти (HCl), додають 60 $см^3$ води, 1 г калій броміду (KBr) і індикаторну суміш (4 краплі розчину тропеоліна 00 і 2 краплі розчину метиленового синього). Приготовану суміш титрують при кімнатній температурі розчином натрій нітриту ($NaNO_2$). Титрування проводять при енергійному перемішуванні, додаючи титрант спочатку приблизно по 2 $см^3$/хв., а потім - по 1 краплі за хвилину. Титрування повторюють до одержання відтворюваних результатів.

Розраховують масову відсоткову частку стрептоциду за молярною масою речовини еквівалента $E(C_6H_5SO_2N_2)$:

Дано:

$c(NaNO_2)$ =
$V(NaNO_2)$ =
$E(C_6H_5SO_2N_2)$ =
$m(C_6H_5SO_2N_2)$ =

---

w $(C_6H_5SO_2N_2)$ - ?

Розраховують масову відсоткову частку стрептоциду за молярною масою $M(C_6H_5SO_2N_2)$ та коефіцієнтом s:

Дано:

$c(NaNO_2)$ =
$V(NaNO_2)$ =
$M(C_6H_5SO_2N_2)$ =
$m(C_6H_5SO_2N_2)$ =
s=

---

w $(C_6H_5SO_2N_2)$-?

Розраховують масову відсоткову частку стрептоциду згідно титру титранту за досліджуваною речовиною $T(NaNO_2/C_6H_5SO_2N_2)$ та $K(NaNO_2)$:

Дано:

$T(NaNO_2/C_6H_5SO_2N_2)$ =
$V(NaNO_2)$ =.
$K(NaNO_2)$ =
$m(C_6H_5SO_2N_2)$ =

w $(C_6H_5SO_2N_2)$-?

ТЕСТОВІ ПИТАННЯ ДЛЯ САМОПІДГОТОВКИ

1. Укажіть тип хімічної реакції при титруванні тіосульфату натрію розчином йоду:

A. Окиснення-відновлення
B. Кислотно-основний
C. Нуклеофільного заміщення
D. Осадження
E. Комплексоутворення

2. Які реакції використовують в методах перманганатометрії, дихроматометрії, йодометрії?

A. Гідролізу
B. Нейтралізації
C. Осадження
D. Комплексоутворення
E. Окисно-відновні

3. Вкажіть, у якому методі окисно-відновного титрування використовують для фіксування кінцевої точки титрування специфічний індикатор крохмаль:

A. Перманганатометрія
B. Цериметрія
C. Йодометрія
D. Нітритометрія
E. Броматометрія

4. Одним із методів редоксиметрії є йодометрія. В якості титранту методу йодометрії використовують розчин:

A. Церію сульфату
B. Натрію тіосульфату
C. Натрію нітриту
D. Натрію гідроксиду
E. Калію перманганату

5. Кількісне визначення йоду здійснюють методом:

A. Ацидиметрії

B. Алкаліметрії

C. Окисно-відновного титрування

D. Осаджувального титрування

E. Комплексонометрії

6. Який антисептик зазвичай додають до розчину $Na_2S_2O_3$ для захисту його від тіобактерій?

A. HgI_2

B. $Hg(NO_3)_2$

C. $K_2[HgI_4]$

D. $[HgNH_2]Cl$

E. $Hg_2(NO_3)_2$

7. При визначенні окисників методом йодометрії кінцеву точку титрування з індикатором крохмалем визначають за:

A. Зникненням синього забарвлення розчину

B. Зникненням червоного забарвлення розчину

C. Появою синього забарвлення розчину

D. Появою малинового забарвлення розчину

E. Появою червоного забарвлення розчину

8. Коли додають індикатор в методі йодометрії при визначенні відновників?

A. На початку титрування

B. Наприкінці титрування

C. В середині титрування

D. Після додавання першої краплі титранту

E. Не має значення

9. Вкажіть стандартний розчин (титрант) для йодометричного визначення окисників:

A. $K_2Cr_2O_7$

B. $KMnO_4$

C. I_2

D. $Na_2S_2O_3$

E. $KBrO_3$

10. Оберіть пару стандартних розчинів для стандартизації розчину $Na_2S_2O_3$:

A. $KMnO_4$, розчин I_2 в KI

B. $KBrO_3$, KBr

C. Na_2CO_3, $Na_2C_2O_4$

D. Na_2CrO_4, $NaHC_4H_4O_6$

E. $KMnO_4$, KNO_3

11. Сульфаніламідні препарати у своїй структурі містять первинну ароматичну аміногрупу. Укажіть метод кількісного визначення цих сполук:

A. Нітритометрія
B. Аскорбінометрія
C. Йодометрія
D. Дихроматометрія
E. Перманганатометрія

12. В якому із титриметричних методів аналізу використовують зовнішні і внутрішні індикатори?

A. Алкаліметрія
B. Аргентометрія
C. Перманганатометрія
D. Нітритометрія
E. Комплексонометрія

ІНСТРУМЕНТАЛЬНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ
Заняття №___
Тема: Електрохімічні методи аналізу. Потенціометричне титрування

Робота 1. Потенціометричне визначення масової відсоткової частки феруму(II).

Потенціометричне визначення засновано на потенціометричному встановленні моменту еквівалентності при титруванні солей феруму(II) в сульфатнокислому середовищі розчином калій дихромату.

Рівняння реакцій:

$$-e + Fe^{2+} \rightleftharpoons Fe^{3+} \quad | \quad 6$$
$$+6e + Cr_2O_7^{2-} + 14H^+ \rightleftharpoons 2Cr^{3+} + 7H_2O \quad | \quad 1$$
$$6Fe^{2+} + Cr_2O_7^{2-} + 14H^+ \rightleftharpoons 6Fe^{3+} + 2Cr^{3+} + 7H_2O$$

Розрахунок молярної маси речовини еквівалента $E(Fe^{2+})$ та стехіометричного співвідношення s:

$$\mathbf{E(Fe^{2+}) = M\,(Fe^{2+}) \cdot f;\ s = 6.}$$

Для проведення титрування використовують гальванічний ланцюг:

електрод порівняння (ЕВЛ-1-М3)	розчин, що аналізують	індикаторний електрод (Pt-електрод)

В якості **індикаторного електроду** використовують окисно-відновний Pt-електрод, **електроду порівняння** - насичений хлорсрібний електрод.

Вимірювання ЕРС ланцюга виконують на іономірі типа ЕВ-74.

Точну наважку досліджуваної речовини переносять в хімічний стакан, додають 20 $см^3$ 4 М сульфатної кислоти. В розчин занурюють індикаторний електрод та електрод порівняння, включають електромагнітну мішалку і записують ЕРС ланцюга, виміряну на іономірі. Потім додають порціями титрант (0,1 М розчин калій дихромату) по 1,00 $см^3$, кожного разу записуючи стале значення ЕРС. Поблизу точки еквівалентності титрант додають по 0,50 - 0,20 $см^3$.

За одержаними даними будують на міліметровому папері інтегральну і диференційну криві потенціометричного титрування феруму(II) 0,1 М розчином калію дихромату. За кривими титрування визначають еквівалентний об'єм титранту.

Розраховують масову відсоткову частку феруму(II) за молярною масою речовини еквівалента $E(Fe^{2+})$:

Дано:
$c(1/6K_2Cr_2O_7)$ =
$V(K_2Cr_2O_7)$ =
$E(Fe^{2+})$ =
$m(Fe^{2+})$ =

$w(Fe^{2+})$ - ?

Розраховують масову відсоткову частку феруму(II) за молярною масою $M(Fe^{2+})$ та коефіцієнтом s:

Дано:
$c(K_2Cr_2O_7)$ =
$V(K_2Cr_2O_7)$ =
$M(Fe^{2+})$ =
$m(Fe^{2+})$ =
s =

$w(Fe^{2+})$ -?

Розраховують масову відсоткову частку феруму(II) згідно титру титранту за досліджуваною речовиною $T(K_2Cr_2O_7/Fe^{2+})$ та $K(1/6K_2Cr_2O_7)$:

Дано:
$T(K_2Cr_2O_7/Fe^{2+})$ =
$V(K_2Cr_2O_7)$ =
$K(1/6K_2Cr_2O_7)$ =
m (Fe^{2+}) =

$w(Fe^{2+})$ -?

ТЕСТОВІ ПИТАННЯ ДЛЯ САМОПІДГОТОВКИ

1. Потенціометричний метод визначення pH, як найбільш універсальний, занесено до ДФУ. Який з електродів при цьому використовують як електрод порівняння?

A. Хінгідронний
B. Насичений каломельний
C. Скляний
D. Водневий
E. Цинковий

2. Який метод ґрунтується на функціональній залежності між концентрацією досліджуваного компонента і величиною електродного потенціалу?

A. Потенціометрія
B. Кондуктометрія
C. Атомно-абсорбційна спектроскопія
D. Амперометрія
E. Електрофорез

3. Для кількісного визначення феруму(II) сульфату методом потенціометричного титрування як індикаторний електрод застосовують:

A. Сурм'яний
B. Хлорсрібний
C. Хінгідронний
D. Платиновий
E. Скляний

4. Концентрацію ацетатної кислоти в розчині визначають методом потенціометричного титрування. Оберіть індикаторний електрод:

A. Хлорсрібний
B. Каломельний
C. Цинковий
D.Скляний
E. Ртутний

5. Оберіть пару електродів для потенціометричного визначення pH середовища:

A. Скляний **–** сурм'яний

B. Каломельний – хлорсрібний

C. Хінгідронний – сурм'яний

D. Ртутний – хлорсрібний

E. Скляний – хлорсрібний

6. Потенціометричний метод визначення pH, як найбільш універсальний, занесено до ДФУ. За допомогою якої з пар електродів можна визначити pH?

A. Скляний – водневий

B. Водневий – хінгідронний

C. Скляний – каломельний

D. Каломельний – хлорсрібний

E. Скляний – хінгідронний

7. Вкажіть електрохімічні методи аналізу:

A. Спектрофотометрія, фотоелектроколориметрія

B. Турбідиметрія, нефелометрія

C. Рефрактометрія, поляриметрія

D. Колориметрія, фотометрія

E. Кондуктометрія, потенціометрія, полярографія

8. В потенціометричному титруванні для кількісного визначення хлоридної і боратної кислот у суміші використовують такий індикаторний електрод:

A. Платиновий

B. Хлорсрібний

C. Срібний

D. Скляний

E. Каломельний

9. By what method is pH determined according to the Pharmacopoeia?

A. Potentiometry

B. Polarography

C. Conductometry

D. Spectrophotometry

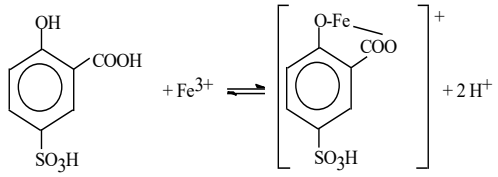
E. Indicator

Заняття №__

Тема: Оптичні методи аналізу. Фотоелектроколориметрія. Рефрактометрія. Поляриметрія

Робота 1. Фотоелектроколориметричне визначення масової відсоткової частки ферум(III) з сульфосаліциловою кислотою.

Визначення засновано на вимірюванні оптичної густини (А) розчинів *ферум(III) з сульфосаліциловою кислотою* при pH = 2-3 за реакцією:



1. Приготування стандартних розчинів ферум(III) моносульфосаліцилату.

Серію стандартних розчинів готують в мірних колбах місткістю 100,00 см^3 у відповідності з даними таблиці 1.

Таблиця 1.

№ станд. розчину	Об'єм стандартного розчину,ферум(III), см^3	Об'єм 0,5 М розчину сульфатної кислоти, см^3	Об'єм 0,01 М розчину сульфосаліцилової кислоти, см^3	Води до загального об'єму розчину, см^3	Вміст ферум(III), мг/100 см^3	**A**
1	-	4,00	20,00	100,00	-	
2	2,00	4,00	20,00	100,00	0,20	
3	4,00	4,00	20,00	100,00	0,40	
4	6.00	4,00	20,00	100,00	0,60	
5	8,00	4,00	20,00	100,00	0,80	
6	10,00	4,00	20,00	100,00	1,00	

2. Вимірювання оптичної густини стандартних розчинів на фотоелектроколориметрі.

Оптичну густину стандартних розчинів вимірюють на фотоелектроколориметрі в кюветах завтовшки 20 мм, при довжині хвилі 540 нм (зелений світофільтр). Нульовим розчином служить 0,5М розчин сульфатної кислоти в суміші з 0,01М розчином сульфосаліцилової кислоти. Результати вимірювань заносять в таблицю 1.

3. Вимірювання оптичної густини досліджуваного розчину.

Кювету ретельно промивають дистильованою водою, обполіскують її 2-3 рази приготованим розчином досліджуваної речовини і наповнюють до мітки. Встановлюють кювету в фотоелектроколориметр, вимірюють величину оптичної густини і заносять результати в табл. 2.

Таблиця 2.

Номер вимірювання	С, мг/100 $см^3$	А	$\overline{А}$		

4. Побудова градуювального графіка.

Згідно з одержаними даними будують градуювальний графік в координатах:

А (оптична густина) - **С**(вміст ферум(III), мг/100 $см^3$).

5. Обробка результатів аналізу.

Одержані значення оптичної густини еталонних розчинів використовують для побудови градуювального графіка. За допомогою градуювального графіка знаходять вміст ферум(III) в 100 $см^3$ досліджуваного розчину, визначають масову відсоткову частку за формулою:

$$w(Fe^{3+}),\% = \frac{Cx(Fe^{3+})\cdot 100}{1000\cdot m(Fe^{3+})}$$

Дано:
$c_x(Fe^{3+})$ =
$m(Fe^{3+})$ =

$w(Fe^{3+})$ -?

Робота 2. Визначення концентрації речовин в розчині рефрактометричним методом.

Визначення концентрації розчинів калій хлориду (калій броміду) виконують за наступними етапами:

2.1. Вимірювання показників заломлення.

Вимірюють показник заломлення дистильованої води $\mathbf{n_0}$ і показники заломлення **n** серії водних розчинів калій хлориду (калій броміду) з точно відомими масооб'ємними концентраціями**(С)**. Отримані результати заносять у таблицю 3.

2.2. Побудова градуювального графіка.

За отриманими даними будують градуювальний графік в координатах: **n** – **C**.

2.3. Вимірювання показника заломлення досліджуваного розчину.

Таблиця 3.

№ п/п	C, %	n	
1			
2			n_0=1,3330
3			
4			
5			
x_1			
x_2			
x_3			

2.4. Обробка результатів аналізу.

Концентрацію досліджуваних розчинів**(x)** визначають за градуювальним графіком, отримані результати заносять у таблицю 3.

Работа 3. Визначення концентрації глюкози у водних розчинах

Виміряють показник заломлення води n_0, потім показник заломлення досліджуваного розчину глюкози - n і розраховують його концентрацію за формулою:

$$C_x = \frac{n - n_0}{F}$$

Дано:

n_0 =

n=

F=

Cx-?

Робота 4. Поляриметричне визначення концентрації розчину оптично активної речовини (глюкоза).

Визначення концентрації розчинів глюкози виконують за наступними етапами:

4.1. Вимірювання кута обертання площини поляризації поляризованого світла (**α**) серії водних розчинів глюкози з точно відомими масооб'ємними концентраціями**(C)**. Отримані результати заносять у таблицю 4.

4.2. Побудова градуювального графіка.

За отриманими даними будують градуювальний графік в координатах**: α – C**.

4.3. Вимірювання **α** досліджуваного розчину.

Таблиця 4.

№ п/п	C, %	α
1		
2		
3		
4		
5		
x_1		
x_2		
x_3		

4.4. Обробка результатів аналізу.

Концентрацію досліджуваних розчинів**(**x**)** визначають за градуювальним графіком та отримані результати заносять у таблицю 4.

ТЕСТОВІ ПИТАННЯ ДЛЯ САМОПІДГОТОВКИ

1. У фотометричному методі аналізу серія з 6-8 стандартних розчинів готується для:

A. Вибору кювет

B. Оцінки методики визначення

C. Спрощення методики роботи

D. Побудови калібрувального графіку

E. Вибору світлофільтра

2. Закон Бугера – Ламберта – Бера лежить в основі молекулярного абсорбційного аналізу. Згідно з цим законом оптична густина розчину:

A. Прямо пропорційна товщині шару і концентрації речовини

B. Обернено пропорційна товщині шару і концентрації речовини

C. Прямо пропорційна концентрації речовини і обернено пропорційна товщині шару

D. Прямо пропорційна концентрації речовини і обернено пропорційна показнику поглинання

E. Прямо пропорційна товщині шару і показнику поглинання

3. Молярний коефіцієнт світлопоглинання – це значення оптичної густини

розчину при товщині поглинаючого шару 1 см і концентрації, що дорівнює:

A. 1 г/л

B. 0,1 моль/л

C. 1%

D. 1 г/мл

E. 1 моль/л

4. Яку речовину в розчині можна визначити двома методами – поляриметричним і рефрактометричним?

A. Бензоатна кислота

B. Натрій бензоат

C. Аскорбінова кислота

D. Кальцій глюконат

E. Магній сульфат

5. Фотоелектроколориметричний метод аналізу дозволяє визначити концентрацію:

A. Каламутного розчину

B. Безбарвного розчину

C. Забарвленого розчину

D. Будь-якого розчину

E. Оптично-активної речовини

6. Фізико-хімічні методи аналізу використовують для кількісного визначення лікарських речовин. Який з наведених нижче методів ґрунтується на визначенні оптичної густини розчину?

A. Спектрофотометрія

B. Полярографія

C. Потенціометрія

D. Кулонометрія

E. Електрогравіметрія

8. Кут обертання площини поляризації оптично активними речовинами вимірюють за допомогою приладу:

A. Потенціометра

B. Рефрактометра

C. Кондуктометра

D. Спектрофотометра

E. Поляриметра

9. Вкажіть джерело збудження в емісійній спектроскопії при визначенні компонентів лікарської субстанції:

A. Ультразвук

B. Світло

C. Полум’я

D. Катодна лампа

E. Лампа розжарювання

10. При визначенні ступеня чистоти глюкози поляриметричним методом розраховують величину:

A. Кута обертання площини поляризації

B. Абсолютного показника заломлення

C. Питомого кута обертання площини поляризації

D. Відносного показника заломлення питомого коефіцієнта

E. Світлопоглинання

11. Для кількісного визначення іонів Fe^{3+} провели фотометричну реакцію з сульфосаліциловою кислотою. При фотометричному визначенні отриманого розчину вимірюють:

A. Потенціал напівхвилі

B. Оптичну густину

C. Показник заломлення

D. Довжину хвилі

E. Питоме обертання

12. Який розчин можна фотоколориметрувати за власним поглинанням?

A. Калій нітрату

B. Калій хлориду

C. Калій сульфату

D. Калій хромату

E. Калій фосфату

13. Кількісне визначення фотометричним методом солей купруму(II) проводять за градуювальним графіком, який будують у координатах:

A. Оптична густина **–** довжина хвилі

B. Оптична густина – температура

C. Оптична густина – товщина шару рідини

D. Інтенсивність світлопоглинання – довжина хвилі

E. Оптична густина – концентрація

14. Концентрацію етилового спирту в деяких лікарських формах визначають рефрактометрично.

Для цього вимірюють:

A. Показник заломлення розчину

B. Кут падіння променя світла

C. Кут обертання площини поляризованого світла

D. Кут повного внутрішнього відбиття променя світла

E. Кут заломлення променя світла

Заняття №___

Тема: Хроматографічні методи аналізу. Осадова хроматографія на папері. Тонкошарова хроматографія

Робота 1. Розділення і виявлення катіонів Hg_2^{2+}, Bi^{3+}, Ni^{2+}методом осадової хроматографії на папері.

Аналіз заснований на утворенні малорозчинних сполук при взаємодії досліджуваних іонів з осаджувачем – розчином тіосечовини.

Фільтрувальний папір марки «синя стрічка» просочують 5%-м розчином тіосечовини. Виймають з розчину, дають можливість стекти надлишку і висушують на повітрі.

На приготований папір наносять капілярами по 1 краплі 0,1М стандартних розчинів Hg_2^{2+}, Bi^{3+}, Ni^{2+}.

Після вбирання розчинів хроматограму промивають дистильованою водою, торкаючись капіляром з водою до місця нанесення розчину, що хроматографують, підсушують на повітрі. Проявляють над парами концентрованого розчину амоніаку. Для виявлення Ni^{2+} хроматограму проявляють реактивом Чугаєва. Пензликом, змоченим реактивом, проводять по хроматограмі від її центру до периферії. Периферична зона забарвлюється в червоний колір.

На хроматографічний папір наносять одну краплю суміші розчинів Hg_2^{2+}, Bi^{3+}, Ni^{2+}. Хроматограму підсушують, промивають дистильованою водою. При промиванні збільшується ширина кожної зони, і межі їх стають більш чіткими. Спостерігають утворення чорної зони в центрі хроматограми, характерної для Hg_2^{2+}, потім жовтої – характерної для сполук Bi^{3+}, і червоної зони (після прояву реактивом Чугаєва) - Ni^{2+}.

Порівнюють хроматограми стандартних розчинів і досліджуваної суміші, роблять висновки про склад розчину, що аналізують.

Робота 2. Ідентифікація речовин за методом тонкошарової хроматографії.

1. Техніка виконання роботи способом висхідної хроматографії.

На лінію старту пластинки «Силуфол» наносять краплю розчину аналізованої речовини, поміщають в хроматографічну камеру, при досягненні фронтом розчинників лінії фінішу пластинку виймають з камери, підсушують. Проявляють УФ-променями.

2. Визначають величину R_f.

ТЕСТОВІ ПИТАННЯ ДЛЯ САМОПІДГОТОВКИ

1. В хімічну лабораторію поступив препарат, який є сумішшю глюкози і манози. Для ідентифікації цих речовин в суміші можна використати метод:

A. Спектрофотометрії

B. Поляриметрії

C. Полярографії

D. Амперометричного титрування

E. Хроматографії в тонкому шарі сорбенту

Список літературних джерел та інформаційних ресурсів
Базовий (основний)

1. Аналитическая химия : учеб. пособие для студентов вузов / И. С. Гриценко [и др.] ; под общ. ред. И. С. Гриценко. – 3-е изд., перераб. и доп. – Харьков : НФаУ : Оригинал, 2017. – 504 с.
2. Аналитическая химия в схемах и таблицах : учеб. пособие для студентов учреждений высш. образования / И. С. Гриценко [и др.] ; под общ. ред. И. С. Гриценко. – 2-е изд., перераб. и доп. – Харьков : НФаУ : Золотые страницы, 2019. – 320 с.
3. Аналітична хімія : навч. посіб. для студентів вищ. навч. закл. / В. В. Болотов [та ін.] ; за заг. ред. проф. В. В. Болотова. – Харків : НФаУ : Оригінал, 2004. – 480 с.
4. Аналітична хімія : навч.-довід. посіб. для студентів вищ. навч. закл. / В. В. Болотов [та ін.] ; за заг. ред. В. В. Болотова. – Харків : НФаУ, 2014. – 320 с.
5. Аналітична хімія: якісний та кількісний аналіз : навч. конспект лекцій / В. В. Болотов [та ін.]. – Вінниця : Нова книга, 2011. – 424 с.
6. Васильев, В. П. Аналитическая химия : в 2 кн. Кн. 1. Титриметрические и гравиметрический методы анализа / В. П. Васильев. – М. : Дрофа, 2003. – 368 с.
7. Васильев, В. П. Аналитическая химия : в 2 кн. Кн. 2: Физико-химические методы анализа / В. П. Васильев. – М. : Дрофа, 2003. – 384 с.
8. Державна Фармакопея України : в 3 т. / ДП «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Харків : ДП «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2015. – Т. 1. – 1128 с.
9. Державна Фармакопея України : в 3 т. / ДП «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Харків : ДП «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2014. – Т. 2. – 724 с.
10. Державна Фармакопея України : в 3 т. / ДП «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Харків : ДП «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2014. – Т. 3. – 732 с.
11. Кількісний аналіз. Титриметричні методи аналізу / В. В. Петренко [та ін.]. – Запоріжжя, 2006. – 215 с.
12. Практикум з аналітичної хімії : навч. посіб. для студентів вищ. навч. закл. / В. В. Болотов [та ін.] ; за заг. ред. В.В. Болотова. – Харків : НФаУ : Золоті сторінки, 2003. – 240 с.
13. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия (аналитика) : в 2-х кн. Кн. 1. Общие теоретические основы. Качественный аналіз / Ю. Я. Харитонов. – М. : Высш. шк., 2001. – 604 с.
14. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия (аналитика) : в 2-х кн. Кн. 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа / Ю. Я. Харитонов. – М. : Высш. шк., 2001. – 559 с.

Додатковий (допоміжний)

1. Аналитическая химия. Проблемы и подходы. (Лучший зарубежный учебник) / под ред. Р. Кельнер, Ж.-М. Мерме, М. Отто, Г. М. Видмер ; под общ. ред. акад. Ю. А. Золотова. – М : Мир «АСТ», 2004 – Т. 1. – 608 с. ; Т. 2. – 728 с.
2. Аналітична хімія : підруч. для студентів напряму «Фармація» і «Біотехнологія» ВНЗ / Н. К. Федущак [та ін.]. – Вінниця : Нова Книга, 2012. – 640 с.
3. Васильев, В. П. Аналитическая химия. Сборник вопросов, упражнений и задач / В. П. Васильев, Л. А. Кочергина, Т. Д. Орлова ; под ред. В. П. Васильева. – 2-е изд. – М. : Дрофа, 2003. – 320 с.
4. Васильев, В. П. Практикум по аналитической химии / В. П. Васильев, Р. П. Морозова, Л. А. Кочергина ; под ред. В. П. Васильева. – М. : Химия, 2000. – 328 с
5. Кристиан, Г. Аналитическая химия : в 2-х т. / Г. Кристиан ; пер. с англ. – М. : Бином, Лаборатория знаний, 2009. – Т. 1. – 627 с. ; Т. 2. – 616 с.

Навчальне видання

Гриценко Іван Семенович,
Колісник Сергій Вікторович
Петухова Ірина Юріївна
Кизим Олена Георгіївна

РОБОЧИЙ ЗОШИТ З АНАЛІТИЧНОЇ ХІМІЇ МОДУЛЬ 2

Формат 60х84/8. Ум. друк. арк. 3,5. Тираж 100 пр.

Національний фармацевтичний університет
вул. Пушкінська, 53, м. Харків, 61002
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи серії ДК № 3420 від 11.03.2009.