

**Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
“Башкирский государственный медицинский университет”
Министерства здравоохранения Российской Федерации**

Кафедра фармацевтической химии с курсами аналитической и
токсикологической химии

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ДЛЯ ОБУЧАЮЩИХСЯ
по самостоятельной контактной/внеаудиторной работе
к практическим занятиям**

Дисциплина Аналитическая химия
Специальность 06.05.01 – Биоинженерия и биоинформатика
Курс II
Семестр 3

Уфа

Рецензенты:

1. Главный научный сотрудник Института биохимии и генетики – обособленного структурного подразделения ФГБНУ Уфимского федерального исследовательского центра Российской академии наук, д.б.н., профессор А.В. Чемерис
2. Декан биологического факультета ФГБОУ ВО «Уфимский университет науки и технологий», заведующий кафедрой биохимии и биотехнологии, д.б.н., профессор, почетный работник ВПО РФ, Заслуженный деятель наук РБ, Отличник образования РБ, награжден медалью «За вклад в реализацию государственной политики в области образования» С.А. Башкатов

Авторы: д.фарм.н., профессор Халиуллин Ф.А.

к.фарм.н. Шабалина Ю.В.

к.фарм.н. Давлетьярова А.В.

Утверждено на заседании № 12 кафедры фармацевтической химии с курсами аналитической и токсикологической химии от 10 апреля 2023 г.

СОДЕРЖАНИЕ

Занятие № 1-2.....	4
Предмет и методы аналитической химии. Основы качественного анализа.....	4
Занятие № 3-4.....	9
Кислотно-основные равновесия.....	9
Занятие № 5.....	15
Гетерогенные равновесия и равновесия комплексообразования.....	15
Занятие № 6.....	20
Окислительно-восстановительные равновесия.....	20
Занятие № 7.....	25
Контрольная работа № 1.....	25
Занятие № 8.....	32
Количественный анализ. Титриметрический анализ. Основные термины, формулы расчета.....	32
Занятие № 9-10.....	38
Методы кислотно-основного титрования.....	38
Ацидиметрия, алкалометрия. Кислотно-основное титрование в неводных средах.....	38
Занятие № 11.....	45
Методы осадительного титрования. Аргентометрия.....	45
Занятие № 12-13.....	52
Методы комплексиметрического титрования. Комплексонометрия.....	52
Занятие № 14-15.....	60
Методы окислительно-восстановительного титрования.....	60
Занятие 16.....	70
Контрольная работа № 2.....	70
ЗАНЯТИЕ № 1.....	79
Оптические методы анализа.....	79
Спектрофотометрия в УФ и видимой области. Фотоэлектроколориметрия.....	79
Задание 3. Колориметрия относится к.....	82
ЗАНЯТИЕ № 2.....	86
Люминесцентный анализ. Флуориметрия.....	86
ЗАНЯТИЕ № 3.....	93
Атомный спектральный анализ.....	93
Занятие № 4.....	99
Контрольная работа № 1.....	99
ЗАНЯТИЕ № 5.....	104
Хроматографические методы анализа. Хроматография на бумаге, тонкослойная хроматография.....	104

ЗАНЯТИЕ №6.....	110
Газовая хроматография.....	110
ЗАНЯТИЕ № 7.....	117
Высокоэффективная жидкостная хроматография.....	117
ЗАНЯТИЕ № 8.....	123
Ионообменная хроматография.....	123
ЗАНЯТИЕ № 9.....	129
Электрохимические методы анализа. Потенциометрия.....	129
ЗАНЯТИЕ № 10.....	135
Контрольная работа № 2.....	135
ЗАНЯТИЕ № 11.....	145
Контрольная работа по практическим навыкам.....	145
ЗАНЯТИЕ № 12.....	148
Итоговое занятие.....	148

Занятие № 1-2

Предмет и методы аналитической химии. Основы качественного анализа.

1. Актуальность темы. Химический анализ служит средством контроля производства и качества продукции в ряде отраслей народного хозяйства, в том числе и фармацевтической промышленности. Научная основа химического анализа – аналитическая химия, наука о методах качественного и количественного анализа веществ. В аналитической химии проводят элементный (определение химических элементов), функциональный (определение различных функциональных групп) и молекулярный анализ (определение молекулярного состава анализируемого вещества).

На основе методов аналитической химии осуществляется фармацевтический анализ – анализ качества лекарственных средств, изготавливаемых промышленностью и аптеками. Для контроля качества лекарственных средств используют фармакопейные методы анализа – методы, описанные в утвержденных на государственном уровне Фармакопейных статьях или включенных в Государственную Фармакопею – сборник обязательных общегосударственных стандартов и положений, нормирующих качество лекарственных средств.

В химической лаборатории большинство применяемых веществ в той или иной степени ядовито, поэтому перед началом работы обучающиеся должны ознакомиться с правилами техники безопасности.

Таким образом, знание вопросов химического анализа, техники безопасности в химическом анализе необходимо для дальнейшего изучения фармацевтической химии.

2. Учебные цели: овладение предметом аналитической химии, вопросами химического анализа, техники безопасности в химическом анализе.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- предмет аналитической химии, химический анализ;
- основные разделы аналитической химии;
- основные понятия аналитической химии: метод анализа вещества, методика анализа, качественный химический анализ, количественный химический анализ, элементный анализ, функциональный анализ, молекулярный анализ, фазовый анализ;

- применение методов аналитической химии в фармации, фармацевтический анализ, фармакопейные методы.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **владеть и уметь**:

- работать в химической лаборатории, соблюдая технику безопасности.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Предмет аналитической химии. Химический анализ.
2. Основные разделы аналитической химии.
3. Основные понятия аналитической химии: метод анализа вещества, методика анализа, качественный химический анализ, количественный химический анализ, элементный анализ, функциональный анализ, молекулярный анализ, фазовый анализ.

4. Применение методов аналитической химии в фармации. Фармацевтический анализ. Фармакопейные методы.

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 6 академических часов.

6. Оснащение:

Стандартное рабочее место на 2 обучающихся: штатив с пробирками, глазная пипетка, колба и химический стакан на 100 мл.

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Проверка выживаемости знаний по общей химии.

1. Напишите электронное строение атома кальция.
2. Определите степени окисления элементов в соединениях: KJ, H₂SO₄.
3. Среди приведенных веществ выберите электролиты: KJ, H₂SO₄, C₂H₆, N₂, CH₃COOH.

4. Выберите вещество, которое подвергается гидролизу: NaHCO₃, K₂SO₄, KBr. Напишите уравнения гидролиза в молекулярной и ионной формах, pH среды.

5. Уравняйте, используя метод электронного или электронно-ионного баланса:



7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия.

1. Предмет аналитической химии. Химический анализ.
2. Основные разделы аналитической химии.
3. Основные понятия аналитической химии: метод анализа вещества, методика анализа, качественный химический анализ, количественный химический анализ, элементный анализ, функциональный анализ, молекулярный анализ.

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов по данной теме.

7.4. Самостоятельная работа обучающихся под контролем преподавателя.

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Тестовые задания.

Задание 1. Аналитическая химия изучает

- А) получение и свойства органических веществ
- Б) получение и свойства неорганических веществ
- В) методы качественного анализа веществ
- Г) химические процессы в организме человека
- Д) методы количественного анализа веществ

Задание 2. Количественный химический анализ – это

А) определение качественного состава вещества, т.е. установление наличия химических элементов, ионов, функциональных групп, молекул в анализируемом веществе

Б) определение количественного состава вещества, т.е. установление количества химических элементов, ионов, функциональных групп, молекул в анализируемом веществе

В) определение химических элементов и их количественного соотношения в анализируемом веществе

Г) определение различных функциональных групп

Д) открытие молекул и определение молекулярного состава анализируемого вещества

Задание 3. Элементный анализ – это

А) определение качественного состава вещества, т.е. установление наличия химических элементов, ионов, функциональных групп, молекул в анализируемом веществе

Б) определение количественного состава вещества, т.е. установление количества химических элементов, ионов, функциональных групп, молекул в анализируемом веществе

В) определение химических элементов и их количественного соотношения в анализируемом веществе

Г) определение различных функциональных групп

Д) открытие молекул и определение молекулярного состава анализируемого вещества

Задание 4. Функциональный анализ – это

А) определение качественного состава вещества, т.е. установление наличия химических элементов, ионов, функциональных групп, молекул в анализируемом веществе

Б) определение количественного состава вещества, т.е. установление количества химических элементов, ионов, функциональных групп, молекул в анализируемом веществе

В) определение химических элементов и их количественного соотношения в анализируемом веществе

Г) определение различных функциональных групп

Д) открытие молекул и определение молекулярного состава анализируемого вещества

Задание 5. Молекулярный анализ – это

А) определение качественного состава вещества, т.е. установление наличия химических элементов, ионов, функциональных групп, молекул в анализируемом веществе

Б) определение количественного состава вещества, т.е. установление количества химических элементов, ионов, функциональных групп, молекул в анализируемом веществе

В) определение химических элементов и их количественного соотношения в анализируемом веществе

Г) определение различных функциональных групп

Д) открытие молекул и определение молекулярного состава анализируемого вещества

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная лаборатория и др.

Учебно-исследовательская работа обучающихся по данной теме: работа с основной и дополнительной литературой.

Литература:

Основная:

1. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
2. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.

Дополнительная:

3. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.
4. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
5. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
6. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

Занятие № 3-4

Кислотно-основные равновесия

1. Тема и ее актуальность. Правильность и достоверность результатов анализа зависит от создания соответствующих условий проведения аналитических реакций. Большинство химических анализов проводится в водных растворах. Поэтому при анализе очень важно знать, в какой мере разные электролиты распадаются в растворе на ионы, т.е. диссоциируют на ионы или ионизируются. Для этого и для определения условий проведения реакций необходимо прибегнуть к расчету всевозможных ионных равновесий, имеющих место в конкретных условиях проведения анализа. Умение проводить расчеты этих равновесий определяет правильный выбор методики анализа, а, следовательно, и ее результат.

2. Учебные цели: овладение практическими умениями и навыками по кислотно-основным равновесиям.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- сильные и слабые электролиты, степень диссоциации, концентрацию и активность ионов в растворе; ионную силу раствора, влияние ионной силы раствора на коэффициенты активности ионов;

- показатель pH, характеристику pH водных растворов электролитов;

- закон действующих масс, химическое равновесие, константу химического равновесия (термодинамическую, концентрационную, условную);

- кислотно-основные равновесия, протолитическую теорию кислот и оснований, протолитические равновесия в воде;

- pH растворов сильных кислот и сильных оснований;

- характеристику силы слабых кислот, константу кислотности, показатель константы кислотности, расчет pH;

- характеристику силы слабых оснований, константу основности, показатель константы основности, расчет pH;

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **владеть и уметь:**

- проводить лабораторные опыты по определению pH кислот и оснований;

- оформлять отчетную документацию по экспериментальным данным.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Сильные и слабые электролиты. Степень диссоциации. Концентрация и активность ионов в растворе. Ионная сила раствора, влияние ионной силы раствора на коэффициенты активности ионов.
2. Закон действующих масс. Химическое равновесие. Константа химического равновесия (термодинамическая, концентрационная, условная).
3. Кисотно-основные равновесия. Протолитическая теория кислот и оснований. Протолитические равновесия в воде.
4. Показатель рН. Характеристика рН водных растворов электролитов.
5. рН растворов сильных кислот и сильных оснований.
6. Характеристика силы слабых кислот. Константа кислотности, показатель константы кислотности.
7. Расчет рН в растворах слабых кислот.
8. Характеристика силы слабых оснований. Константа основности, показатель константы основности.
9. Расчет рН в растворах слабых оснований.
10. Решение задач на расчет рН растворов кислот и оснований.

Вопросы для самоподготовки:

11. Химическое равновесие. Константа химического равновесия.
12. Гидролиз. Константа и степень гидролиза.
13. Гидролиз соли сильного основания и слабой кислоты. Расчет рН.
14. Гидролиз соли слабого основания и сильной кислоты. Расчет рН.
15. Гидролиз соли слабого основания и слабой кислоты. Расчет рН.
16. Значение гидролиза в химическом анализе. Подавление и усиление гидролиза солей.
17. Буферные системы (растворы). Классификация.
18. Буферные системы, содержащие слабую кислоту и ее соль, буферные системы, содержащие слабое основание и его соль. Расчет рН.
19. Буферная емкость. Факторы, влияющие на буферную емкость.
20. Использование буферных систем в аналитической химии.

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 6 академических часов.

6. Оснащение:

Стандартное рабочее место на 2 обучающихся:

штатив с пробирками
глазная пипетка
предметное стекло
химический стакан
колба
стеклянная палочка

Дополнительно:

спиртовка, плитка, универсальный индикатор, слив
--

Реактивы:

растворы: 0,1 М растворы кислоты хлористоводородной, натрия гидроксида, кислоты уксусной
--

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Задания для самоконтроля: решение обучающимися индивидуальных наборов тестовых заданий по теме:

Задание 1. Выберите сильный электролит

- А) соляная кислота
- Б) уксусная кислота
- В) гидроксид аммония
- Г) гидроксид алюминия
- Д) перекись водорода

Задание 2. Показатель рН – это отрицательный десятичный логарифм

- А) активности (концентрации) ионов водорода
- Б) активности (концентрации) гидроксид-ионов
- В) константы кислотности
- Г) константы основности
- Д) константы автопротолиза воды

Задание 3. Значение рН 10 соответствует реакции среды

- А) сильнокислой
- Б) слабокислой
- В) нейтральной
- Г) слабощелочной
- Д) сильнощелочной

Задание 4. Раствор ацетата натрия имеет реакцию среды

- А) кислую
- Б) нейтральную
- В) щелочную

Задание 5. При $pOH=7$ значение pH раствора равно

- А) 11
- Б) 7
- В) 10
- Г) 12
- Д) 13

7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия:

1. Сильные и слабые электролиты. Степень диссоциации. Концентрация и активность ионов в растворе. Ионная сила раствора.

2. Закон действующих масс. Константа химического равновесия. Кислотно-основные равновесия. Протолитическая теория кислот и оснований. Протолитические равновесия в воде.

3. Показатель pH растворов сильных кислот и сильных оснований.

4. Характеристика силы слабых кислот и слабых оснований. Константы и показатели константы кислотности и основности. Расчет pH в растворах слабых кислот и слабых оснований.

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов по данной теме.

7.4. Самостоятельная работа обучающихся под контролем преподавателя.

Определение и расчет pH растворов сильных и слабых кислот, сильных оснований.

1. Определить pH (с помощью универсального индикатора) 0,1 М растворов кислоты хлористоводородной, натрия гидроксида, кислоты уксусной.

На полоску универсальной индикаторной бумаги наносят 1 к. раствора и сравнивают возникающую окраску с цветовой шкалой, на которой указаны значения pH .

2. Рассчитать pH 0,1 М растворов кислоты хлористоводородной, натрия гидроксида, кислоты уксусной.

3. Оформление протокола по результатам работы.

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

1. Закон действующих масс. Химическое равновесие.
2. Константа кислотности, показатель константы кислотности, расчет рН в растворах слабых кислот на примере уксусной кислоты.

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная лаборатория и др.

Учебно-исследовательская работа обучающихся по данной теме:

Решение задач:

1. Рассчитайте концентрацию ионов водорода и гидроксид-ионов при рН раствора 8.
2. Рассчитайте значения рН и рОН раствора с концентрацией ионов водорода 0,1 моль/л.
3. Рассчитайте значения рН и рОН 1 М раствора хлористоводородной кислоты.
4. Рассчитайте значения рН и рОН 0,01 М раствора гидроксида натрия.
5. Рассчитайте значения рН и рОН 0,01 М раствора уксусной кислоты.
6. Рассчитайте значения рН и рОН 0,1 М раствора аммиака.
7. Рассчитайте значения рН и рОН 1%-ного раствора гидроксида натрия.
8. Рассчитайте значения рН и рОН раствора, полученного при растворении 0,1 г гидроксида натрия в 250 мл воды.
9. Рассчитайте значения рН и рОН 0,5%-ного раствора уксусной кислоты.
10. Рассчитайте значения рН и рОН раствора, полученного при растворении 0,01 г аммиака в 100 мл воды.
11. Как изменится рН раствора, если 10 мл 0,1 М раствора калия гидроксида разбавить до 50 мл?

Литература:

Основная:

7. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭО-ТАР-Медиа, 2014. - 687 с.

8. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.
Дополнительная:
9. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.
10. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
11. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
12. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

Занятие № 5

Гетерогенные равновесия и равновесия комплексообразования

1. Тема и ее актуальность. В химическом анализе наряду с другими типами реакций широкое применение находят реакции комплексообразования и реакции, приводящие к образованию малорастворимых соединений – осадков. Они лежат в основе многих химических методов анализа. Для получения достоверных результатов о качественном составе пробы, необходимо знать свойства комплексных соединений и уметь управлять равновесными процессами в системе осадок – его насыщенный раствор.

2. Учебные цели: овладение практическими умениями и навыками по гетерогенным равновесиям и равновесиям комплексообразования.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- химическое равновесие, константу химического равновесия;
- гетерогенные равновесия в системе осадок – насыщенный раствор малорастворимого электролита;
- произведение растворимости малорастворимого сильного электролита, условие образования осадков малорастворимых сильных электролитов;
- дробное осаждение и дробное растворение осадков малорастворимых электролитов;
- перевод одних малорастворимых электролитов в другие;
- влияние различных факторов на полноту осаждения осадков и их растворение: влияние посторонних электролитов (электролита с одноименным ионом, индифферентного электролита), рН среды, природы растворителя, температуры;
- дробное осаждение и дробное растворение осадков малорастворимых электролитов, перевод одних малорастворимых электролитов в другие;
- общую характеристику комплексных соединений металлов,
- классификацию комплексных соединений;
- равновесия в растворах комплексных соединений.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **владеть и уметь:**

- проводить лабораторные опыты с применением реакций комплексообразования и осаждения;

- оформлять отчетную документацию по экспериментальным данным.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки.

1. Химическое равновесие. Константа химического равновесия.
2. Гетерогенные равновесия в системе осадок – насыщенный раствор малорастворимого электролита.
3. Произведение растворимости малорастворимого сильного электролита. Условие образования осадков малорастворимых сильных электролитов.
4. Влияние различных факторов на полноту осаждения осадков и их растворение: влияние посторонних электролитов (электролита с одноименным ионом, индифферентного электролита), рН среды, природы растворителя, температуры.
5. Дробное осаждение и дробное растворение осадков малорастворимых электролитов. Перевод одних малорастворимых электролитов в другие.
6. Общая характеристика комплексных соединений металлов. Классификация комплексных соединений.
7. Равновесия в растворах комплексных соединений.
8. Константы устойчивости и константы нестойкости комплексных соединений. Условные константы устойчивости комплексов.
9. Влияние различных факторов на процессы комплексообразования в растворах.
10. Задачи по определению растворимости малорастворимых веществ и равновесных концентраций ионов в растворах комплексных соединений.

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: Закадемических часов.

6. Оснащение:

Стандартное рабочее место на 2 обучающихся:

штатив с пробирками
глазная пипетка
предметное стекло
химический стакан
колба
стеклянная палочка

Дополнительно:

слив

Реактивы:

растворы: AgNO_3 , NaCl , FeCl_3 ,
 NH_4CNS , NaF

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Задания для самоконтроля: решение обучающимися индивидуальных наборов тестовых заданий по теме:

Задание 1. Произведение растворимости – это величина равная

А) произведению равновесных активностей (концентраций) ионов малорастворимого сильного электролита в его насыщенном растворе в степенях, равных соответствующим стехиометрическим коэффициентам

Б) произведению равновесных активностей (концентраций) ионов растворителя

В) произведению ступенчатых констант диссоциации

Задание 2. Если $\text{ИП} > \text{ПР}$

А) осадок образуется, количество осадка увеличивается

Б) осадок растворяется, количество осадка уменьшается

В) количество осадка не изменяется

Задание 3. Растворимость сульфата бария увеличится при добавлении

А) сульфата натрия

Б) хлорида натрия

В) хлорида бария

Г) сульфата магния

Д) нитрата бария

Задание 4. Прочность комплексных соединений характеризует

А) константа кислотности

Б) константа основности

В) произведение растворимости

Г) константа устойчивости

Д) окислительно-восстановительный потенциал

Задание 5. К комплексам катионного типа относится:

А) $\text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$

Б) $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$

В) $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{NO}_3$



7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия:

1. Гетерогенные равновесия в системе осадок – насыщенный раствор малорастворимого электролита. Произведение растворимости. Условие образования осадков малорастворимых сильных электролитов.

2. Влияние различных факторов на полноту осаждения осадков и их растворение.

3. Дробное осаждение и дробное растворение осадков малорастворимых электролитов. Перевод одних малорастворимых электролитов в другие.

4. Равновесия в растворах комплексных соединений. Константы устойчивости и константы нестойкости, условные константы устойчивости комплексов.

5. Влияние различных факторов на процессы комплексообразования в растворах.

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов по данной теме.

7.4. Самостоятельная работа обучающихся под контролем преподавателя.

1. К 5 мл $1 \cdot 10^{-6}$ М раствора нитрата серебра добавляют 5 мл $1 \cdot 10^{-6}$ М раствора хлорида натрия. Осадок не образуется. Раствор делят на две пробирки: в одну добавляют 1 мл 0,01М раствора нитрата серебра, в другую – 1 мл 0,01М раствора хлорида натрия. В обоих случаях происходит образование белого творожистого осадка. Обоснуйте полученные результаты, подтвердите их расчетами.

2. К 1 мл 0,01М раствора хлорида железа (III) добавляют 5 мл 0,01М роданида аммония. Образуется красное окрашивание. Прибавляют 5 мл 0,01М раствора фторида натрия. Раствор обесцвечивается. Обоснуйте полученные результаты, подтвердите их расчетами.

3. Оформление протокола по результатам работы.

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

1. Гетерогенные равновесия в системе осадок – насыщенный раствор малорастворимого электролита на примере хлорида серебра.

2. Классификация комплексных соединений, их применение в аналитической химии.

3. Выпадет ли осадок сульфата бария при сливании равных объемов 0,002 М растворов хлорида бария и серной кислоты ($PP(\text{BaSO}_4)=1,1 \cdot 10^{-10}$).

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная лаборатория и др.

Учебно-исследовательская работа обучающихся по данной теме:

Решение задач:

1. Сколько граммов сульфата бария растворится в 1 л. воды.
2. Выпадет ли осадок сульфата бария при сливании равных объемов 0,002 М растворов хлорида бария и серной кислоты ($PP(\text{BaSO}_4)=1,1 \cdot 10^{-10}$).
3. Какой осадок выпадет первым при действии сульфида натрия на раствор, содержащий ионы Mn^{2+} - и Cd^{2+} в концентрациях 0,01 и 0,001 моль/л соответственно.
4. Вычислить равновесную концентрацию ионов ртути (II) в 0,02 М растворе $\text{K}_2[\text{HgI}_4]$
5. Вычислить равновесную концентрацию ионов серебра в растворе, содержащем 0,01 М нитрата серебра и 0,1 М цианида калия.

Литература:

Основная:

1. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
2. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.

Дополнительная:

3. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.
4. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
5. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.

6. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

Занятие № 6

Окислительно-восстановительные равновесия

1. Тема и ее актуальность. Многие методы качественного и количественного анализа основаны на использовании окислительно-восстановительных реакций, в которых взаимодействие веществ сопровождается переходом электронов от восстановителя к окислителю. Окисленная и восстановленная формы образуют редокс-пары, характеризующиеся стандартными электродными или окислительно-восстановительными потенциалами. По величинам стандартных потенциалов можно судить о силе окислителя и восстановителя, а также о направлении и глубине протекания окислительно-восстановительных реакций.

2. Учебные цели: овладение практическими умениями и навыками по окислительно-восстановительным равновесиям.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать**:

- химическое равновесие, константу химического равновесия;
- равновесия в окислительно-восстановительных реакциях, окислительно-восстановительные системы (редокс-пары);
- гальванический элемент, электродвижущую силу (потенциал) реакции;
- окислительно-восстановительный потенциал редокс-пары, стандартный окислительно-восстановительный потенциал (стандартный электродный потенциал), знак потенциала, оценку окислительно-восстановительной способности;
- уравнение Нернста, влияние различных факторов на значения окислительно-восстановительных потенциалов;
- константу равновесия окислительно-восстановительных реакций, направление и глубину протекания окислительно-восстановительных реакций;
- окислительно-восстановительные реакции, методы их уравнивания.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **владеть и уметь**:

- проводить лабораторные опыты с применением окислительно-восстановительных реакций;
- оформлять отчетную документацию по экспериментальным данным.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Химическое равновесие. Константа химического равновесия.
2. Равновесия в окислительно-восстановительных реакциях. Окислительно-восстановительные системы (редокс-пары).
3. Гальванический элемент. Электродвижущая сила (потенциал) реакции.
4. Окислительно-восстановительный потенциал редокс-пары. Стандартный окислительно-восстановительный потенциал, стандартный электродный потенциал. Знак потенциала. Оценка окислительно-восстановительной способности.
5. Уравнение Нернста. Влияние различных факторов на значения окислительно-восстановительных потенциалов.
6. Константа равновесия окислительно-восстановительных реакций. Направление и глубина протекания окислительно-восстановительных реакций.
7. Окислительно-восстановительные реакции, методы их уравнивания. Использование в химическом анализе.
8. Задачи по расчету константы равновесия ОВР, ОВ потенциалов.

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 5 академических часов.

6. Оснащение:

Стандартное рабочее место на 2 обучающихся:

штатив с пробирками
глазная пипетка
предметное стекло
химический стакан
колба
стеклянная палочка

Дополнительно:

слив, медная проволока, скрепка

Реактивы:

растворы: CuSO_4 , FeCl_3 , FeCl_2 , KJ, J_2

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Задания для самоконтроля: решение обучающимися индивидуальных наборов тестовых заданий по теме:

Задание 1. Величина окислительно-восстановительного потенциала характеризует

- А) кислотность среды
- Б) основность среды
- В) силу слабых кислот
- Г) силу слабых оснований
- Д) силу окислителя, восстановителя

Задание 2. Выберите более сильный окислитель

- А) перманганат калия $E^0 \text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+}=1,51\text{В}$
- Б) нитрит натрия $E^0 \text{NO}_2^-/\text{NO}=1,20\text{В}$
- В) йод $E^0 \text{J}_2/2\text{J}^-=0,54\text{В}$
- Г) хлорид железа (III) $E^0 \text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}=0,77\text{В}$
- Д) дихромат калия $E^0 \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}/2\text{Cr}^{3+}=1,33\text{В}$

Задание 3. Выберите более сильный восстановитель

- А) хлорид-ионы $E^0 \text{Cl}_2/2\text{Cl}^-=1,35\text{В}$
- Б) бромид-ионы $E^0 \text{Br}_2/2\text{Br}^-=1,09\text{В}$
- В) йодид-ионы $E^0 \text{J}_2/2\text{J}^-=0,54\text{В}$
- Г) тиосульфат натрия $E^0 \text{S}_4\text{O}_6^{2-}/2\text{S}_2\text{O}_3^{2-}=0,22\text{В}$

Задание 4. Реакция протекает в прямом направлении, если:

- А) $E=E_1-E_2<0$
- Б) $E=E_1-E_2>0$
- В) $E=E_1-E_2=0$

7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия:

1. Равновесия в окислительно-восстановительных реакциях. Окислительно-восстановительный потенциал редокс-пары. Оценка окислительно-восстановительной способности.

2. Уравнение Нернста. Влияние различных факторов на значения окислительно-восстановительных потенциалов.

3. Константа равновесия окислительно-восстановительных реакций. Направление и глубина протекания окислительно-восстановительных реакций.

4. Окислительно-восстановительные реакции, методы их уравнивания. Использование в химическом анализе.

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов по данной теме.

7.4. Самостоятельная работа обучающихся под контролем преподавателя.

Определение возможности протекания ОВР.

1. В раствор сульфата меди поместите металлическое железо, а в раствор хлорида железа (II) – металлическую медь.

Опишите наблюдаемые результаты.

Обоснуйте результаты эксперимента, подтвердите их расчетами: определите возможность протекания ОВР по значению ЭДС между двумя редокс-парами Fe^{2+}/Fe и Cu^{2+}/Cu

$$E^0_{\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}} = -0,44\text{В}. E^0_{\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}} = +0,153\text{В}.$$

2. Определите возможность протекания ОВР $\text{Fe}^{3+} + 2\text{J}^- \rightarrow \text{Fe}^{2+} + \text{J}_2$:

А) расчетным путем, сравнивая значения стандартных окислительно-восстановительных потенциалов:

$$E^0_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}} = +0,771\text{В}$$

$$E^0_{\text{J}_2/2\text{J}^-} = +0,54\text{В}.$$

Б) экспериментально: в одной пробирке – к 1 мл раствора FeCl_3 добавьте 1 мл раствора KJ , в другой – к 1 мл раствора FeCl_2 добавьте 1 мл раствора J_2 .

Опишите наблюдаемые результаты, подтвердите их расчетами константы равновесия реакции.

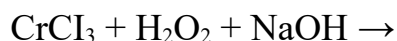
3. Оформление протокола по результатам работы.

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

1. Понятие ОВР. Редокс-пары.

2. Влияние рН среды и процессов комплексообразования на значения окислительно-восстановительных потенциалов.

3. Закончите и уравняйте методом полуреакций, укажите окислитель и восстановитель:



4. Вычислите реальный окислительно-восстановительный потенциал редокс-пары $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}/2\text{Cr}^{3+}$ при условии, что $[\text{ox}] = 0,22$ моль/л, $[\text{red}] = 0,32$ моль/л, $[\text{H}^+] = 1$ моль/л. $E^0_{\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}/2\text{Cr}^{3+}} = +1,33\text{В}$.

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная лаборатория и др.

Учебно-исследовательская работа обучающихся по данной теме:

1. Закончите и уравняйте методом полуреакций. Укажите окислитель и восстановитель. $KI + KMnO_4 + H_2SO_4 \rightarrow$
2. Закончите и уравняйте методом полуреакций. Укажите окислитель и восстановитель. $H_2O_2 + KMnO_4 + H_2SO_4 \rightarrow$
3. Закончите и уравняйте методом полуреакций. Укажите окислитель и восстановитель. $CrCl_3 + H_2O_2 + NaOH \rightarrow$
4. Рассчитайте реальный окислительно-восстановительный потенциал редокс-пары $2ClO_3^-/Cl_2$ при условии, что $[ox] = 0,1$ моль/л, $[H^+] = 1$ моль/л. $E^0_{2ClO_3^-/Cl_2} = +1,47V$
5. Рассчитайте значение константы равновесия реакции $Cr^{2+} + Fe^{3+} - Cr^{3+} + Fe^{2+}$, если $E^0_{Cr^{3+}/Cr^{2+}} = 0,41V$, $E^0_{Fe^{3+}/Fe^{2+}} = +0,771V$
6. Рассчитайте реальный окислительно-восстановительный потенциал редокс-пары $Cr_2O_7^{2-}/2Cr^{3+}$ при условии, что $[ox] = 0,22$ моль/л, $[red] = 0,32$ моль/л, $[H^+] = 1$ моль/л. $E^0_{Cr_2O_7^{2-}/2Cr^{3+}} = +1,33V$.

Литература:

Основная:

1. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
2. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.

Дополнительная:

3. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.
4. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
5. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
6. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

Занятие № 7

Контрольная работа № 1

1. Тема и ее актуальность. Правильность и достоверность результатов анализа, зависит от создания соответствующих условий проведения аналитических реакций. Большинство химических анализов проводится в водных растворах. Поэтому при анализе очень важно знать, в какой мере разные электролиты распадаются в растворе на ионы, т.е. диссоциируют или ионизируются. Для этого и для определения условий проведения реакций необходимо прибегнуть к расчету всевозможных ионных равновесий, имеющих место в конкретных условиях проведения анализа. Умение проводить расчеты этих равновесий определяет правильный выбор методики анализа, а, следовательно, и ее успех. Гидролиз-это реакция обменного разложения между водой и растворенным в ней веществом, сопровождающаяся изменением величины рН раствора. Гидролизу подвергаются многие химические соединения. В анализе необходимо учитывать явления гидролиза, так как этот процесс может изменить реакцию среды, и желаемые реакции могут не протекать.

Также, при проведении анализа очень часто возникает необходимость поддерживать постоянным значение рН среды. Для этого используют буферные растворы, они способны сохранять практически неизменным значение рН при добавление некоторого количества сильной кислоты или сильного основания и при разбавлении раствора.

В химическом анализе наряду с другими типами реакций широкое применение находят реакции комплексообразования и реакции приводящие к образованию малорастворимых соединений (осадков). Они лежат в основе многих химических методов анализа. Для получения достоверных результатов о качественном составе пробы, необходимо знать свойства комплексных соединений и уметь управлять равновесными процессами в системе осадок-раствор.

2. Учебные цели: контроль и самопроверка усвоения знаний по кислотно-основным, гетерогенным, окислительно-восстановительным равновесиям и равновесиям комплексообразования.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Сильные и слабые электролиты. Степень диссоциации. Концентрация и активность ионов в растворе. Ионная сила раствора, влияние ионной силы раствора на коэффициенты активности ионов.
2. Закон действующих масс. Химическое равновесие. Константа химического равновесия (термодинамическая, концентрационная, условная).
3. Кислотно-основные равновесия. Протолитическая теория кислот и оснований. Протолитические равновесия в воде.
4. Показатель рН. Характеристика рН водных растворов электролитов.
5. рН растворов сильных кислот и сильных оснований.
6. Характеристика силы слабых кислот. Константа кислотности, показатель константы кислотности.
7. Расчет рН в растворах слабых кислот.
8. Характеристика силы слабых оснований. Константа основности, показатель константы основности.
9. Расчет рН в растворах слабых оснований.
10. Гидролиз. Константа и степень гидролиза.
11. Гидролиз соли сильного основания и слабой кислоты. Расчет рН.
12. Гидролиз соли слабого основания и сильной кислоты. Расчет рН.
13. Гидролиз соли слабого основания и слабой кислоты. Расчет рН.
14. Значение гидролиза в химическом анализе. Подавление и усиление гидролиза солей.
15. Буферные системы (растворы). Классификация.
16. Буферные системы, содержащие слабую кислоту и ее соль. Расчет рН.
17. Буферные системы, содержащие слабое основание и его соль. Расчет рН.
18. Буферная емкость. Факторы, влияющие на буферную емкость.
19. Использование буферных систем в аналитической химии.
20. Гетерогенные равновесия в системе осадок – насыщенный раствор малорастворимого электролита.

21. Производство растворимости малорастворимого сильного электролита. Условие образования осадков малорастворимых сильных электролитов.

22. Влияние посторонних электролитов на полноту осаждения осадков и их растворение, влияние добавок электролита с одноименным ионом, влияние добавок индифферентного электролита.

23. Дробное осаждение и дробное растворение осадков малорастворимых электролитов. Перевод одних малорастворимых электролитов в другие.

24. Общая характеристика комплексных соединений металлов. Классификация комплексных соединений.

25. Равновесия в растворах комплексных соединений. Константы устойчивости и константы нестойкости, условные константы устойчивости комплексов.

26. Влияние различных факторов на процессы комплексообразования в растворах.

27. Равновесия в окислительно-восстановительных реакциях. Окислительно-восстановительные системы (редокс-пары).

28. Гальванический элемент. Электродвижущая сила (потенциал) реакции.

29. Окислительно-восстановительный потенциал редокс-пары. Стандартный окислительно-восстановительный потенциал, стандартный электродный потенциал. Знак потенциала. Оценка окислительно-восстановительной способности.

30. Уравнение Нернста. Влияние различных факторов на значения окислительно-восстановительных потенциалов.

31. Константа равновесия окислительно-восстановительных реакций. Направление и глубина протекания окислительно-восстановительных реакций.

32. Окислительно-восстановительные реакции, методы их уравнивания. Использование в химическом анализе.

33. Задачи по расчету рН в растворах кислот и оснований, гидролизующихся солей и в буферных растворах, константы комплексообразования и равновесной концентрации, константы равновесия ОВР, ОВ потенциалов.

4. Вид занятия: лабораторное занятие.

5. Продолжительность занятия: 3 академических часов.

6. Оснащение: таблицы, справочники.

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Задания для самоконтроля: решение обучающимися индивидуальных наборов тестовых заданий по теме:

Задание 1. Выберите сильный электролит

- А) соляная кислота
- Б) уксусная кислота
- В) гидроксид аммония
- Г) гидроксид алюминия
- Д) перекись водорода

Задание 2. Если $IP > IP$

- А) осадок образуется, количество осадка увеличивается
- Б) осадок растворяется, количество осадка уменьшается
- В) количество осадка не изменяется

Задание 3. Растворимость сульфата бария увеличится при добавлении

- А) сульфата натрия
- Б) хлорида натрия
- В) хлорида бария
- Г) сульфата магния
- Д) нитрата бария

Задание 4. Прочность комплексных соединений характеризует

- А) константа кислотности
- Б) константа основности
- В) произведение растворимости
- Г) константа устойчивости
- Д) окислительно-восстановительный потенциал

Задание 5. К комплексам катионного типа относится:

- А) $Na[Sb(OH)_6]$
- Б) $K_2[HgI_4]$
- В) $[Ag(NH_3)_2]NO_3$
- Г) $Na_3[Co(NO_2)_6]$

Задание 6. При $pOH=7$ значение pH раствора равно

- А) 11
- Б) 7
- В) 10
- Г) 12
- Д) 13

Задание 7. Укажите формулу для расчета рН буферных систем содержащих слабое основание и его соль:

- А) $pH = pK_a + p(C_a/C_b)$
- Б) $pH = 14 - pK_b - p(C_b/C_a)$
- В) $pH = 7 - 0,5(pK_a - pC_a)$
- Г) $pH = 7 - 0,5(pK_a - pC_b)$
- Д) $pH = 0,5(pK_a + pC_a)$

Задание 8. Выберите более сильный окислитель

- А) перманганат калия $E^0 MnO_4^-/Mn^{2+} = 1,51V$
- Б) нитрит натрия $E^0 NO_2^-/NO = 1,20V$
- В) йод $E^0 J_2/2J^- = 0,54V$
- Г) хлорид железа (III) $E^0 Fe^{3+}/Fe^{2+} = 0,77V$
- Д) дихромат калия $E^0 Cr_2O_7^{2-}/2Cr^{3+} = 1,33V$

Задание 9. Выберите более сильный восстановитель

- А) хлорид-ионы $E^0 Cl_2/2Cl^- = 1,35V$
- Б) бромид-ионы $E^0 Br_2/2Br^- = 1,09V$
- В) йодид-ионы $E^0 J_2/2J^- = 0,54V$
- Г) тиосульфат натрия $E^0 S_4O_6^{2-}/2S_2O_3^{2-} = 0,22V$

Задание 10. Реакция протекает в прямом направлении, если:

- А) $E = E_1 - E_2 < 0$
- Б) $E = E_1 - E_2 > 0$
- В) $E = E_1 - E_2 = 0$

7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия:

1. Закон действующих масс. Химическое равновесие. Константа химического равновесия. Кислотно-основные равновесия. Протолитическая теория кислот и оснований. Протолитические равновесия в воде.

2. Показатель рН. Характеристика рН водных растворов электролитов. рН растворов сильных кислот и сильных оснований.

3. Характеристика силы слабых кислот и слабых оснований. Константа кислотности, показатель константы кислотности. Константа основности, показатель константы основности.
4. Расчет pH в растворах слабых кислот. Расчет pH в растворах слабых оснований.
5. Гидролиз. Константа и степень гидролиза. Гидролиз соли сильного основания и слабой кислоты. Расчет pH.
6. Гидролиз соли слабого основания и сильной кислоты. Расчет pH. Гидролиз соли слабого основания и слабой кислоты. Расчет pH.
7. Значение гидролиза в химическом анализе. Подавление и усиление гидролиза солей.
8. Буферные системы (растворы). Классификация. Буферные системы, содержащие слабую кислоту и ее соль. Расчет pH.
9. Буферные системы, содержащие слабое основание и его соль. Расчет pH.
10. Буферная емкость. Факторы, влияющие на буферную емкость. Использование буферных систем в аналитической химии.
11. Гетерогенные равновесия в системе осадок – насыщенный раствор малорастворимого электролита. Произведение растворимости малорастворимого сильного электролита. Условие образования осадков малорастворимых сильных электролитов.
12. Влияние посторонних электролитов на полноту осаждения осадков и их растворение, влияние добавок электролита с одноименным ионом, влияние добавок индифферентного электролита.
13. Константы устойчивости и константы нестойкости комплексных соединений. Условные константы устойчивости комплексов.
14. Влияние различных факторов на процессы комплексообразования в растворах.
15. Равновесия в окислительно-восстановительных реакциях. Окислительно-восстановительные системы (редокс-пары).
16. Уравнение Нернста. Влияние различных факторов на значения окислительно-восстановительных потенциалов.
17. Константа равновесия окислительно-восстановительных реакций. Направление и глубина протекания окислительно-восстановительных реакций.

18. Окислительно-восстановительные реакции, методы их уравнения. Использование в химическом анализе.

19. Задачи по расчету рН в растворах кислот и оснований, гидролизующихся солей и в буферных растворах, константы комплексообразования и равновесной концентрации, константы равновесия ОВР, ОВ потенциалов.

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов по данной теме.

7.4. Самостоятельная работа обучающихся под контролем преподавателя.

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

1. Кислотно-основные равновесия. Протолитическая теория кислот и оснований. Протолитические равновесия в воде. рН растворов сильных кислот и сильных оснований.

2. Общая характеристика комплексных соединений металлов. Типы комплексных соединений, их применение в аналитической химии. Влияние различных факторов на процессы комплексообразования в растворах.

3. Вычислите реальный окислительно-восстановительный потенциал редокс-пары $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}/2\text{Cr}^{3+}$ при условии, что $[\text{ox}] = 0,22$ моль/л, $[\text{red}] = 0,32$ моль/л, $[\text{H}^+] = 1$ моль/л. $E^0 \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}/2\text{Cr}^{3+} = +1,33\text{В}$.

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная лаборатория и др.

Литература:

Основная:

1. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
2. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.

Дополнительная:

1. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.

2. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
3. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
4. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.
5. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

Количественный анализ. Титриметрический анализ. Основные термины, формулы расчета.

1. Тема и ее актуальность. Титриметрические методы анализа основаны на измерении объема титранта, затраченного в эквивалентном количестве на реакцию с определяемым веществом. В зависимости от типа используемой реакции титриметрические методы делят на кислотно-основное, окислительно-восстановительное, комплексиметрическое и осадительное титрование. В титриметрическом анализе применяют прямое, обратное и косвенное (заместительное) титрование.

Титриметрические методы анализа широко используются в количественном анализе лекарственных средств; они отличаются значительно меньшей трудоемкостью, чем гравиметрический метод, и достаточно высокой точностью.

Таким образом, знание вопросов титриметрического анализа, основных терминов и формул расчета необходимо для дальнейшего изучения фармацевтической химии.

2. Учебные цели: овладение практическими умениями и навыками титриметрического анализа, овладение основными терминами, формулами расчета.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- основные законы, лежащие в основе аналитической химии;
- методы, приемы и способы выполнения химического анализа для количественных определений.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **владеть и уметь:**

- проводить лабораторные опыты, использовать простейшие операции при выполнении количественного анализа;
- объяснять суть конкретных реакций и их аналитических эффектов;
- оформлять отчетную документацию по экспериментальным данным;

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Титриметрический анализ. Требования, предъявляемые к реакциям в титриметрии.

2. Классификация методов титриметрического анализа: кислотно-основное, осадительное, комплексиметрическое, окислительно-восстановительное титрование.

3. Этапы титриметрического анализа: отбор пробы, взятие навески, титрование, расчет количественного содержания.

4. Способы титриметрического определения по взятию навески: способ отдельных навесок, способ аликвотных частей (пипетирования).

5. Титрование. Приемы титрования: прямое, обратное, косвенное.

6. Точка эквивалентности, конечная точка титрования. Методы установления конечной точки титрования: визуальные (по индикатору, без индикатора), инструментальные. Выбор индикатора (по кривой титрования).

7. Титрант. Молярная концентрация (M), молярная концентрация эквивалента (N).

8. Приготовление титрантов и их стандартизация. Расчет массы стандартного вещества, необходимой для приготовления титранта. Расчет концентрации титранта при его стандартизации. Расчет поправочного коэффициента.

9. Титр, титр по определяемому веществу (титр соответствия). Расчет количественного содержания определяемого вещества по результатам титрования.

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 3 академических часов.

6. Оснащение:

Стандартное рабочее место на 2 обучающихся:

бюретка на 25 мл с воронкой
колба коническая и химический стакан на 100 мл

Дополнительно:

фиксанал серной кислоты
мерная колба на 1 л

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Задания для самоконтроля:

Типовой тест входного контроля

Задание 1. Методы количественного химического анализа, основанные на

измерении объема титранта, затраченного в эквивалентном количестве на титрование определяемого вещества

- А) гравиметрические методы
- Б) титриметрические методы
- В) оптические методы
- Г) электрохимические методы
- Д) хроматографические методы

Задание 2. Методы титрования, основанные на реакции образования малорастворимых соединений между титрантом и определяемым веществом

- А) кислотно-основное титрование
- Б) осадительное титрование
- В) комплексиметрическое титрование
- Г) окислительно-восстановительное титрование

Задание 3. Титрование, когда определяемое вещество непосредственно титруется титрантом

- А) прямое титрование
- Б) обратное титрование
- В) заместительное (косвенное) титрование

Задание 4. Точка (момент) титрования, в которой количество прибавленного титранта эквивалентно количеству титруемого вещества

- А) точка эквивалентности
- Б) конечная точка титрования
- В) интервал перехода индикатора

Задание 5. Раствор реагента с точно известной концентрацией, с помощью которого проводят титрование

- А) титрант
- Б) анализируемый раствор
- В) буферный раствор
- Г) индикатор

7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия.

1. Титриметрический анализ. Требования, предъявляемые к реакциям в титриметрии. Классификация методов титриметрического анализа. Этапы титриметрического анализа.

2. Способы титриметрического определения по взятию навески. Приемы титрования: прямое, обратное, косвенное.

3. Точка эквивалентности, конечная точка титрования. Выбор индикатора (по кривой титрования).

4. Титрант. Приготовление титрантов и их стандартизация. Расчеты массы стандартного вещества, необходимой для приготовления титранта, концентрации титранта при его стандартизации, поправочного коэффициента.

5. Титр, титр по определяемому веществу (титр соответствия). Расчет количественного содержания определяемого вещества по результатам титрования.

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов по приготовлению титрантов.

7.4. Самостоятельная работа обучающихся под контролем преподавателя.

Приготовление 0,05 М раствора серной кислоты из фиксаля.

Под руководством преподавателя обучающиеся готовят 0,05 М раствор серной кислоты из фиксаля в мерной колбе на 1 л.

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Подготовка к выполнению практических приемов по теме занятия.

Материалы для контроля уровня освоения темы:

Типовой вариант выходного контроля

1. Титриметрический анализ. Требования, предъявляемые к реакциям в титриметрии. Классификация методов титриметрического анализа.

2. Точка эквивалентности, конечная точка титрования. Методы установления конечной точки титрования: визуальные (по индикатору, без индикатора), инструментальные. Выбор индикатора (по кривой титрования).

Типовые задачи:

1. Напишите химизм, рассчитайте титр соответствия при количественном определении натрия гидрокарбоната методом ацидиметрии с использованием в качестве титранта 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты. М.м. (NaHCO_3)=84,01.

2. Напишите химизм, рассчитайте титр соответствия при количественном определении калия хлорида методом аргентометрии с использованием в качестве титранта 0,02 М раствора серебра нитрата. М.м.(KCl)=74,56.

3. Напишите химизм, рассчитайте титр соответствия при количественном определении перекиси водорода методом перманганатометрии с использованием в качестве титранта 0,02 М раствора калия перманганата. М.м. (H₂O₂)=34,02.

4. Напишите химизм, рассчитайте титр соответствия при количественном определении натрия тиосульфата методом йодометрии с использованием в качестве титранта 0,1 М раствора йода. М.м.(Na₂S₂O₃·5H₂O)=248,17.

5. Напишите химизм, рассчитайте титр соответствия при количественном определении перекиси водорода методом перманганатометрии с использованием в качестве титранта 0,02 М раствора калия перманганата. М.м. (H₂O₂)=34,02.

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная комната для самостоятельной работы обучающихся, учебная лаборатория и др.

Учебно-исследовательская работа обучающихся по данной теме:

1. Рассчитайте молярность и поправочный коэффициент 1 М раствора натрия гидроксида, если на титрование 5,0026 г калия гидрофталата израсходовано 24,40 мл приготовленного раствора натрия гидроксида. М.м.(гидрофталата калия)=204,22.

2. Рассчитайте молярность и поправочный коэффициент 0,1 М раствора натрия гидроксида, если на титрование 10 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты израсходовано 10,10 мл приготовленного раствора натрия гидроксида.

3. Рассчитайте процентное содержание натрия тетрабората, если на титрование 0,5094 г препарата израсходовано 26,25 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты (Кп=1,0143).

1 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 19,07 мг Na₂B₄O₇·10H₂O.

Литература:

Основная:

1. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭО-ТАР-Медиа, 2014. - 687 с.

2. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.
3. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.
Дополнительная:
4. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
5. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
6. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

Методы кислотно-основного титрования.

Ацидиметрия, алкалиметрия. Кислотно-основное титрование в неводных средах

1. Тема и ее актуальность. В основе методов кислотно-основного титрования лежат реакции кислотно-основного взаимодействия между титрантом и определяемым веществом. В зависимости от используемого титранта методы кислотно-основного титрования делят на ацидиметрию (титрантами являются растворы сильных кислот) и алкалиметрию (титранты – растворы сильных оснований).

Методами кислотно-основного титрования проводят анализ большого количества лекарственных препаратов, обладающих кислотными (хлористоводородная, бензойная, салициловая кислоты, гидрохлориды органических оснований) или основными свойствами (натрия гидрокарбонат, натрия тетраборат и др.).

Таким образом, знание методов кислотно-основного титрования (ацидиметрии, алкалиметрии) необходимо для дальнейшего изучения фармацевтической химии.

2. Учебные цели: овладение практическими умениями и навыками кислотно-основного титрования (ацидиметрии, алкалиметрии).

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- основные законы, лежащие в основе аналитической химии;
- методы, приемы и способы выполнения химического анализа для количественных определений.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **владеть и уметь:**

- проводить лабораторные опыты, использовать простейшие операции при выполнении количественного анализа;
- объяснять суть конкретных реакций и их аналитических эффектов;
- оформлять отчетную документацию по экспериментальным данным.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Кислотно-основное титрование. Сущность метода. Требования к реакциям.

2. Методы установления конечной точки титрования. Индикаторы кислотно-основного титрования, требования к ним. Классификация индикаторов.

3. Теории индикаторов кислотно-основного титрования. Интервал изменения окраски индикатора, точка перехода индикатора.

4. Кривые кислотно-основного титрования. Построение (расчетное, экспериментальное) и анализ кривых кислотно-основного титрования. Влияние различных факторов на скачок на кривой титрования. Выбор индикаторов по кривой титрования.

5. Ошибки кислотно-основного титрования, их расчет и устранение.

6. Классификация методов кислотно-основного титрования: ацидиметрия, алкалиметрия.

7. Ацидиметрия. Сущность метода, химизм. Титранты, их приготовление и стандартизация. Определение конечной точки титрования, типичные индикаторы. Область применения ацидиметрии.

8. Алкалиметрия. Сущность метода, химизм. Титранты, их приготовление и стандартизация. Определение конечной точки титрования, типичные индикаторы. Область применения алкалиметрии.

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 6 академических часов.

6. Оснащение:

Стандартное рабочее место на 2 обучающихся:

бюретка на 25 мл с воронкой

колба коническая и химический стакан на 100 мл
--

Дополнительно:

мерная колба на 200 мл

пипетки на 10 мл

Реактивы:

<u>растворы:</u>

10% Na_2CO_3 , 0,05 М H_2SO_4 , метиловый оранжевый

1,5% спиртовой раствор салициловой кислоты, 0,1

М NaOH , фенолфталеин+

7. Содержание занятия:

7.1. Задания для самоконтроля:

Контроль исходного уровня знаний и умений.

Типовой тест входного контроля.

Задание 1. Методы титрования, основанные на кислотно-основном взаимодействии между титрантом и определяемым веществом, относятся к методам

- А) кислотно-основного титрования
- Б) осадительного титрования
- В) комплексиметрического титрования
- Г) окислительно-восстановительного титрования

Задание 2. Титрантом в алкалиметрии является

- А) гидроксид натрия
- Б) хлористоводородная кислота
- В) нитрат серебра
- Г) перманганат калия

Задание 3. Для установления конечной точки титрования в ацидиметрии в качестве индикатора используют

- А) ферроин
- Б) крахмал
- В) метиловый оранжевый
- Г) хромат калия
- Д) флуоресцеин

Задание 4. При титровании 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты 0,1 М раствором гидроксида натрия реакция среды в точке эквивалентности будет

- А) сильноокислая
- Б) слабоокислая
- В) нейтральная
- Г) слабощелочная
- Д) сильнощелочная

Задание 5. Количественное определение натрия гидрокарбоната проводят методом

- А) аргентометрии
- Б) комплексонометрии
- В) ацидиметрии
- Г) перманганатометрии
- Д) йодометрии

7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия.

1. Кривые кислотно-основного титрования. Построение (расчетное, экспериментальное) и анализ кривых кислотно-основного титрования. Влияние различных факторов на скачок на кривой титрования. Выбор индикаторов по кривой титрования.

2. Классификация методов кислотно-основного титрования: ацидиметрия, алкалиметрия.

3. Ацидиметрия. Сущность метода, химизм. Титранты, их приготовление и стандартизация. Определение конечной точки титрования, типичные индикаторы. Область применения ацидиметрии.

4. Алкалиметрия. Сущность метода, химизм. Титранты, их приготовление и стандартизация. Определение конечной точки титрования, типичные индикаторы. Область применения алкалиметрии.

5. Кислотно-основное титрование в неводных средах. Сущность метода. Преимущества и недостатки перед титрованием в воде.

6. Растворители, применяемые в кислотно-основном титровании. Классификация растворителей по характеру участия в кислотно-основном процессе.

7. Ацидиметрия в неводных средах. Растворители. Титранты, приготовление и стандартизация. Индикаторы. Применение. Химизм.

8. Алкалиметрия в неводных средах. Растворители. Титранты, приготовление и стандартизация. Индикаторы. Применение. Химизм

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов по титрованию с помощью градуированных пипеток и бюреток.

7.4. Самостоятельная работа обучающихся под контролем преподавателя.

1. Количественное определение 10%-ного раствора карбоната натрия методом ацидиметрии.

В мерную колбу на 200 мл отмеривают пипеткой 10 мл исследуемого раствора карбоната натрия, доводят водой до метки. В колбу для титрования отмеривают пипеткой 10 мл полученного раствора, добавляют 1-2 капли индикатора – метилового оранжевого и титруют 0,05 М раствором серной кислоты до перехода желтой окраски в оранжевую. Процентное содержание раствора карбоната натрия рассчитывают по формуле:

$$V_{т-га} \cdot K_{п} \cdot T_{с} \quad V_{м.к.}$$

$$C\% = \frac{\text{-----}}{a \cdot 10} \cdot \frac{\text{-----}}{V_{\text{п.}}}$$

$V_{\text{T-та}}$ – объем 0,05 М раствора серной кислоты, пошедший на титрование;

$K_{\text{п}}$ – поправочный коэффициент 0,05 М раствора серной кислоты;

$T_{\text{с}}$ – титр соответствия 0,05 М раствора серной кислоты по карбонату натрия, рассчитанный по формуле

$$T_{\text{с}} = \frac{K_{\text{в-ва}} \cdot M_{\text{м.в-ва}} \cdot M_{\text{T-та}}}{K_{\text{T-та}}}$$

$M_{\text{м.}}(\text{Na}_2\text{CO}_3)=106,01$;

a – навеска (объем приготовленного раствора карбоната натрия, взятый на титрование);

$V_{\text{м.к.}}$ – объем мерной колбы;

$V_{\text{п.}}$ – объем пипетки (объем исследуемого раствора карбоната натрия, взятый на приготовление разведения).

По результатам определений рассчитывают среднее значение.

Оформить протокол анализа.

Количественное определение 1,5%-ного спиртового раствора салициловой кислоты методом алкалиметрии в смешанной спирто-водной среде.

В колбу для титрования отмеривают 10 мл исследуемого раствора салициловой кислоты, добавляют 5-6 капель индикатора – фенолфталеина и титруют 0,1 М раствором гидроксида натрия до бледно-розовой окраски. Процентное содержание спиртового раствора салициловой кислоты рассчитывают по формуле:

$$C\% = \frac{V_{\text{T-та}} \cdot K_{\text{п}} \cdot T_{\text{с}}}{a \cdot 10}$$

$V_{\text{T-та}}$ – объем 0,1 М раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование;

$K_{\text{п}}$ – поправочный коэффициент 0,1 М раствора гидроксида натрия;

$T_{\text{с}}$ – титр соответствия 0,1 М раствора гидроксида натрия по салициловой кислоте, рассчитанный по формуле:

$$T_{\text{с}} = \frac{K_{\text{в-ва}} \cdot M_{\text{м.в-ва}} \cdot M_{\text{T-та}}}{K_{\text{T-та}}}$$

М.м.(салициловой кислоты) = 138,12;

a – навеска (объем исследуемого спиртового раствора салициловой кислоты, взятый на титрование).

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Подготовка к выполнению практических приемов по теме занятия.

Материалы для контроля уровня освоения темы:

Типовой вариант выходного контроля.

1. Кислотно-основное титрование. Сущность метода. Классификация методов. Требования к реакциям. Методы установления конечной точки титрования. Индикаторы кислотно-основного титрования, требования к ним. Классификация индикаторов.

2. Ошибки кислотно-основного титрования, их расчет и устранение.

Типовые задачи.

1. Рассчитайте молярность и поправочный коэффициент 1 М раствора хлористоводородной кислоты, если на титрование 0,6006 г натрия карбоната израсходовано 11,30 мл приготовленного раствора хлористоводородной кислоты. М.м.(Na₂CO₃)=106,01.

2. Рассчитайте молярность и поправочный коэффициент 0,05 М раствора натрия гидроксида, если на титрование 10 мл 0,05 М раствора хлористоводородной кислоты израсходовано 10,15 мл приготовленного раствора натрия гидроксида.

3. Напишите химизм, рассчитайте титр соответствия при количественном определении натрия тетрабората методом ацидиметрии с использованием в качестве титранта 0,05 М раствора хлористоводородной кислоты. М.м. (Na₂B₄O₇·10H₂O)=381,37.

4. Рассчитайте предварительный объем титранта 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты (K_п=0,9926) при количественном определении 5% раствора гидрокарбоната натрия, если 5 мл исследуемого раствора поместили в мерную колбу на 50 мл, довели до метки водой и на титрование взяли 4 мл полученного раствора.

1 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты соответствует 8,401 мг гидрокарбоната натрия.

5. Рассчитайте процентное содержание бензойной кислоты, если на титрование 0,2531 г препарата израсходовано 20,60 мл 0,1 М раствора гидроксида натрия ($K_p=1,0063$).

1 мл 0,1 М раствора гидроксида натрия соответствует 12,21 мг бензойной кислоты.

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная комната для самостоятельной работы обучающихся, учебная лаборатория и др.

Учебно-исследовательская работа обучающихся по данной теме:
Проведение статистической обработки результатов анализа.

Литература:

Основная:

1. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
2. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.
3. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.

Дополнительная:

4. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
5. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
6. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

Методы осадительного титрования. Аргентометрия

1. Тема и ее актуальность. Методы осадительного титрования основаны на реакциях образования малорастворимых соединений между титрантом и определяемым веществом. Наиболее часто для количественного анализа лекарственных средств, например, соединений галогенидов, применяется метод аргентометрии, основанный на реакциях осаждения раствором нитрата серебра и раствором тиоцианата аммония. К методам осадительного титрования относятся и меркурометрический метод, применяемый более ограниченно вследствие ядовитости соединений ртути.

Как и другие методы, аргентометрия может проводится прямым и обратным титрованием. Конечную точку титрования при прямом аргентометрическом титровании устанавливают с использованием индикатора – хромата калия (метод Мора) или с адсорбционными индикаторами – флуоресцеином, эозином (метод Фаянса). При обратном аргентометрическом титровании (метод Фольгарда) индикатором служат железоаммонийные квасцы, а избыток нитрата серебра оттитровывают тиоцианатом аммония. Метод аргентометрии применяется для определения галогенидов щелочных металлов, солей галогеноводородных кислот, органических соединений, образующих нерастворимые соли серебра (сульфаниламиды) и др.

Таким образом, знание методов осадительного титрования, методов аргентометрии необходимо для дальнейшего изучения фармацевтической химии.

2. Учебные цели: овладение методами осадительного титрования, методами аргентометрии.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- осадительное титрование, сущность метода, требования, предъявляемые к реакциям в методе осадительного титрования;
- классификацию методов осадительного титрования;
- кривые осадительного титрования, построение (расчетное, экспериментальное) и анализ кривых осадительного титрования, влияние различных факторов на скачок титрования (концентрация растворов реагентов, растворимость осадка и др.);

- определение конечной точки титрования, индикаторы осадительного титрования: осадительные, металлохромные, адсорбционные;

- аргентометрию, сущность метода, титрант, его приготовление и стандартизацию;

- разновидности методов аргентометрии (методы Гей-Люссака, Мора, Фаянса, Фольгарда), химизм, условия проведения, индикаторы, область применения, примеры;

- ошибки осадительного титрования, их происхождение, расчет, устранение.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **владеть и уметь:**

- проводить лабораторные опыты, использовать простейшие операции при выполнении количественного анализа;

- объяснять суть конкретных реакций и их аналитических эффектов;

- оформлять отчетную документацию по экспериментальным данным;

- и овладеть следующими **компетенциями:** ОК-1, ОК-5, ОПК-5, ОПК-7, ОПК-8, ПК-1, ПК-10, ПК-12, ПК-22, ТФ А/01.7, А/02.7, А/03.7, А/04.7, А/05.7.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Осадительное титрование. Сущность метода. Требования, предъявляемые к реакциям в методе осадительного титрования.

2. Классификация методов осадительного титрования.

3. Определение конечной точки титрования. Индикаторы осадительного титрования: осадительные, металлохромные, адсорбционные.

4. Аргентометрия. Сущность метода. Титрант, его приготовление и стандартизация.

5. Разновидности методов аргентометрии (методы Гей-Люссака, Мора, Фаянса, Фольгарда). Химизм, условия проведения, индикаторы. Область применения, примеры.

6. Ошибки осадительного титрования. Их происхождение, расчет, устранение.

7. Задачи на расчет молярной концентрации титранта, поправочного коэффициента. Расчет титра соответствия (титра по определяемому веществу). Расчет предварительного объема титранта. Расчет количественного содержания определяемого вещества по результатам титрования.

УИРС. Кривые осадительного титрования. Построение (расчетное, экспериментальное), анализ кривых осадительного титрования. Влияние различных факторов на скачок титрования (концентрация растворов реагентов, растворимость осадка и др.).

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 3 академических часов.

6. Оснащение:

Стандартное рабочее место на 3 обучающихся:

бюретка на 25 мл с воронкой
колба коническая и химический стакан на 100 мл
колба для слива

Дополнительно:

пипетки на 1 мл

Реактивы:

<u>растворы:</u> 0,9% NaCl, 0,02 М AgNO ₃ , 5% K ₂ CrO ₄
--

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Задания для самоконтроля: решение обучающимися индивидуальных наборов тестовых заданий по теме:

Задание 1. Титриметрические методы анализа, основанные на реакциях образования малорастворимых соединений между титрантом и определяемым веществом, относятся к методам

- А) кислотно-основного титрования
- Б) осадительного титрования
- В) комплексиметрического титрования
- Г) окислительно-восстановительного титрования

Задание 2. Титрантом в методе меркурометрии является

- А) нитрат серебра
- Б) нитрат ртути (I)
- В) гексацианоферрат (II) калия
- Г) серная кислота
- Д) хлорид бария

Задание 3. Для установления конечной точки титрования в методе Фольгарда в качестве индикатора используют

- А) хромат калия
- Б) флуоресцеин
- В) эозин
- Г) железоаммонийные квасцы

Задание 4. В конечной точки титрования в методе Фаянса индикатор – эозин

А) с избыточной каплей титранта образует красный осадок хромата серебра

- Б) адсорбируется осадком и изменяет окраску
- В) с избыточной каплей титранта образует окрашенный комплекс

Задание 5. Необходимым условием титрования хлоридов и бромидов методом Мора является

- А) pH 6,5-10,3
- Б) pH 2,0-10,3
- В) pH ≤ 1

Задание 6. При определении бромид-ионов методом Фольгарда во время титрования роданидом аммония до точки эквивалентности протекает реакция

- А) $\text{Br}^- + \text{AgNO}_3 \rightarrow \text{AgBr}\downarrow + \text{NO}_3^-$
- Б) $2\text{AgNO}_3 + \text{K}_2\text{CrO}_4 \rightarrow \text{Ag}_2\text{CrO}_4\downarrow + 2\text{KNO}_3$
- В) $\text{AgNO}_3 + \text{NH}_4\text{SCN} \rightarrow \text{AgSCN}\downarrow + \text{NH}_4\text{NO}_3$
- Г) $3\text{NH}_4\text{SCN} + \text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \rightarrow \text{Fe}(\text{SCN})_3 + 2(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия.

1. Осадительное титрование. Сущность метода. Требования, предъявляемые к реакциям в методе осадительного титрования. Классификация методов осадительного титрования.

2. Определение конечной точки титрования. Индикаторы осадительного титрования: осадительные, металлохромные, адсорбционные.

3. Аргентометрия. Сущность метода. Титрант, его приготовление и стандартизация.

4. Разновидности аргентометрии (методы Мора, Фаянса, Фольгарда). Титранты, условия проведения, индикаторы. Химизм, область применения, примеры.

УИРС. Выступление обучающихся, подготовивших доклады по темам УИРС.

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов по данной теме.

7.4. Самостоятельная работа обучающихся под контролем преподавателя.

Количественное определение 0,9% раствора натрия хлорида аргентометрическим методом Мора.

В колбу для титрования отмеривают 1,0 мл исследуемого раствора, добавляют 2 к. индикатора (раствора хромата калия) и титруют 0,02 М раствором нитрата серебра до появления красноватого цвета.

Процентное содержание рассчитывают по формуле:

$$C\% = \frac{V_{T-га} \cdot K_{п} \cdot T_{с}}{a \cdot 10}$$

$V_{T-га}$ – объем 0,02 М раствора нитрата серебра, пошедший на титрование;

$K_{п}$ – поправочный коэффициент 0,02 М раствора нитрата серебра;

$T_{с}$ – титр соответствия 0,02 М раствора нитрата серебра по хлориду натрия, рассчитанный по формуле

$$T_{с} = \frac{K_{в-ва} \cdot M_{.м.в-ва} \cdot M_{T-га}}{K_{T-га}}$$

$M_{.м.}(NaCl)=58,44;$

a – навеска натрия хлорида (объем исследуемого раствора хлорида натрия, взятый на титрование).

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Подготовка к выполнению практических приемов по теме занятия.

Материалы для контроля уровня освоения темы:

Типовой вариант выходного контроля.

1. Осадительное титрование, сущность метода. Требования, предъявляемые к реакциям. Классификация методов осадительного титрования.

2. Метод Мора, сущность метода, титрант. Условия проведения, определение конечной точки титрования. Химизм, область применения, примеры.

Типовые задачи:

1. Рассчитайте молярность и поправочный коэффициент 0,1 М раствора серебра нитрата, если на титрование 0,1503 г натрия хлорида израсходовано 25,65 мл приготовленного раствора серебра нитрата. $M.м.(NaCl)=58,44$.

2. Рассчитайте молярность и поправочный коэффициент 0,1 М раствора аммония тиоцианата, если на титрование 20 мл 0,1 М раствора серебра нитрата израсходовано 20,90 мл приготовленного раствора аммония тиоцианата.

3. Напишите химизм, рассчитайте титр соответствия при количественном определении кальция хлорида методом аргентометрии с использованием в качестве титранта 0,1 М раствора нитрата серебра. $M.м.(CaCl_2 \cdot 6H_2O)=219,08$.

4. Рассчитайте процентное содержание раствора калия бромида, если 5 мл исследуемого раствора поместили в мерную колбу на 50 мл и довели до метки водой, на титрование 1 мл полученного раствора израсходовали 1,68 мл 0,1 М раствора нитрата серебра ($K_p=1,0007$). 1 мл 0,1 М раствора нитрата серебра соответствует 11,90 мг калия бромида.

5. Рассчитайте предварительный объем титранта 0,1 М раствора нитрата серебра ($K_p=0,9754$) при количественном определении 0,3017 г натрия йодида. 1 мл 0,1 М раствора нитрата серебра соответствует 14,99 мг натрия йодида, которого в высушенном препарате должно быть не менее 99,0%.

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная комната для самостоятельной работы обучающихся, учебная лаборатория и др.

Учебно-исследовательская работа обучающихся по данной теме:

Расчетное построение кривой осадительного титрования 10 мл 0,1 М раствора йодида натрия 0,1 М раствором нитрата серебра.

Литература:

Основная:

13. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
14. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.
15. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.

Дополнительная:

16. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
17. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
18. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

Занятие № 12-13

Методы комплексиметрического титрования. Комплексонометрия

1. Тема и ее актуальность. Методы комплексиметрического титрования основаны на реакциях образования малодиссоциирующих комплексных соединений между титрантом и определяемым веществом. В зависимости от титранта различают комплексонометрию (титрантом является раствор трилона Б), меркуриметрию (титрант – нитрат ртути (II)), фторометрию, цианометрию и др. В основе комплексонометрии лежат реакции образования внутрикомплексных, устойчивых, малодиссоциирующих соединений ионов металлов с трилоном Б. Комплексонометрическое титрование проводят с использованием специальных металлохромных индикаторов, при определенном значении pH среды. В фармацевтическом анализе комплексонометрическим методом определяется количественное содержание солей магния, кальция, алюминия, висмута, цинка, свинца и др.

Метод меркуриметрии основан на образовании устойчивых, малодиссоциирующих, растворимых соединений ртути (II) и может использоваться для определения хлоридов, бромидов, йодидов и др.

Таким образом, знание методов комплексиметрического титрования, комплексонометрии необходимо для дальнейшего изучения фармацевтической химии.

2. Учебные цели: овладение методами комплексиметрического титрования, метода комплексонометрии.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- комплексиметрическое титрование, сущность метода, требования, предъявляемые к реакциям в комплексонометрии;
- классификацию методов комплексиметрического титрования;
- комплексоны, строение, равновесия в водных растворах трилона Б, химизм образования комплексонов металлов различной валентности, устойчивость комплексонов металлов;
- комплексонометрическое титрование, сущность метода, условия комплексонометрического титрования;
- титрант комплексонометрии, его приготовление и стандартизацию;

- индикаторы комплексонометрии, классификацию, строение, принцип действия, выбор индикаторов;

- кривые комплексонометрического титрования, построение (расчетное, экспериментальное) и анализ кривых комплексонометрического титрования, влияние различных факторов на скачок титрования (устойчивость комплексонов, концентрация ионов металла и комплекса, рН раствора);

- виды комплексонометрического титрования, химизм;

- область применения комплексонометрии, примеры;

- ошибки комплексонометрического титрования, их происхождение, расчет, устранение;

- меркуриметрию, сущность метода, химизм, титрант, его приготовление и стандартизацию, индикаторы меркуриметрии, область применения меркуриметрии, примеры.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **владеть и уметь:**

- проводить лабораторные опыты, использовать простейшие операции при выполнении количественного анализа;

- объяснять суть конкретных реакций и их аналитических эффектов;

- оформлять отчетную документацию по экспериментальным данным;

- и овладеть следующими **компетенциями:** ОК-1, ОК-5, ОПК-5, ОПК-7, ОПК-8, ПК-1, ПК-10, ПК-12, ПК-22, ТФ А/01.7, А/02.7, А/03.7, А/04.7, А/05.7.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Комплексиметрическое титрование, сущность метода. Требования, предъявляемые к реакциям в комплексиметрии.

2. Классификация методов комплексиметрического титрования.

3. Комплексоны. Строение. Равновесия в водных растворах трилона Б.

4. Химизм образования комплексонов металлов различной валентности. Устойчивость комплексонов металлов.

5. Комплексонометрическое титрование. Сущность метода. Условия комплексонометрического титрования.

6. Титрант комплексонометрии, его приготовление и стандартизация.

7. Индикаторы комплексонометрии. Классификация, строение, принцип действия. Выбор индикаторов.

8. Виды комплексонометрического титрования. Химизм.

9. Область применения комплексонометрии, примеры.

10. Меркуриметрия. Сущность метода, химизм. Титрант, его приготовление и стандартизация. Индикаторы меркуриметрии. Область применения меркуриметрии, примеры.

УИРС.

1. Построение (расчетное, экспериментальное) и анализ кривых комплексонометрического титрования. Влияние различных факторов на скачок титрования (устойчивость комплексонов, концентрация ионов металла и комплекса, рН раствора).

2. Ошибки комплексонометрического титрования. Их происхождение, расчет, устранение.

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 6 академических часов.

6. Оснащение:

Стандартное рабочее место на 2 обучающихся:

бюретка на 25 мл с воронкой
колба коническая и химический стакан на 100 мл
колба для слива

Дополнительно:

весы ручные, аналитические
разновесы
мерная колба на 250 мл
пипетки Мора на 10, 20 мл
цилиндр на 10 мл

Реактивы:

<u>порошки:</u> магния сульфат, кислотный хром черный специальный (индикаторная смесь), хромовый темно-синий (индикаторная смесь)
<u>растворы:</u> аммиачный буферный раствор, 0,05 М раствор трилона Б

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Задания для самоконтроля: решение обучающимися индивидуальных наборов тестовых заданий по теме:

Задание 1. Титриметрические методы анализа, основанные на реакциях образования малодиссоциирующих комплексных соединений между титрантом и определяемым веществом, относятся к методам

- А) кислотно-основного титрования
- Б) осадительного титрования
- В) комплексиметрического титрования
- Г) окислительно-восстановительного титрования

Задание 2. Титрантом в методе комплексонометрии является

- А) нитрат ртути (II)
- Б) цианид калия
- В) фторид натрия
- Г) трилон Б

Задание 3. Для установления конечной точки титрования в методе комплексонометрии используют

- А) кислотно-основные индикаторы
- Б) осадительные индикаторы
- В) адсорбционные индикаторы
- Г) металлохромные индикаторы

Задание 4. Окраска раствора в конечной точке титрования при заместительном комплексонометрическом титровании обусловлена образованием

- А) комплекса катиона металла с трилоном Б
- Б) комплекса катиона металла с индикатором
- В) свободного индикатора
- Г) комплекса катиона металла с буферным раствором

Задание 5. Количественное определение магния сульфата можно проводить методом

- А) ацидиметрии
- Б) алкалиметрии
- В) аргентометрии
- Г) комплексонометрии

7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия.

1. Комплексиметрическое титрование, сущность метода. Требования, предъявляемые к реакциям в комплексиметрии. Классификация методов комплексиметрического титрования.

2. Комплексонометрия, сущность метода. Условия комплексонометрического титрования. Индикаторы комплексонометрии.

3. Титрант комплексонометрии, его приготовление и стандартизация.

4. Меркуриметрия, сущность метода. Титрант, его приготовление и стандартизация. Условия проведения, определение конечной точки титрования. индикаторы. Химизм, область применения, примеры.

УИРС. Выступление обучающихся, подготовивших доклады по темам УИРС.

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов по данной теме.

7.4. Самостоятельная работа обучающихся под контролем преподавателя.

Количественное определение магния сульфата методом комплексонометрии.

Около 2,6 г магния сульфата (точная навеска) растворяют в мерной колбе на 250 мл. К 10,0 мл полученного раствора прибавляют 5 мл аммиачного буферного раствора (рН 9,5-10,0), 0,1 г (на кончике шпателя) индикаторной смеси кислотного хром черного специального и титруют при перемешивании 0,05 М раствором трилона Б до синего окрашивания. Процентное содержание магния сульфата рассчитывают по формуле:

$$C\% = \frac{V_{т-та} \cdot K_{п} \cdot T_{с} \cdot V_{м.к}}{a \cdot 10 \cdot V_{п}}$$

$V_{т-та}$ – объем 0,05 М раствора трилона Б, пошедший на титрование;

$K_{п}$ – поправочный коэффициент 0,05 М раствора трилона Б;

$T_{с}$ – титр соответствия 0,05 М раствора трилона Б по сульфату магния, рассчитанный по формуле

$$T_{с} = \frac{K_{в-ва} \cdot M_{.м.в-ва} \cdot M_{т-та}}{K_{т-та}}$$

$M_{.м.}(MgSO_4 \cdot 7H_2O) = 246,48$;

$M_{.м.}(MgSO_4) = 120,37$;

a – навеска магния сульфата;

$V_{м.к.}$ – объем мерной колбы;

$V_{п.}$ – объем пипетки (объем приготовленного раствора магния сульфата, взятый на титрование).

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Подготовка к выполнению практических приемов по теме занятия.

Материалы для контроля уровня освоения темы:

Типовой вариант выходного контроля.

1. Комплексиметрическое титрование, сущность метода. Требования, предъявляемые к реакциям в комплексиметрии. Классификация методов комплексиметрического титрования.

2. Меркуриметрия. Сущность метода, химизм. Титрант, его приготовление и стандартизация. Индикаторы меркуриметрии. Область применения меркуриметрии, примеры.

Типовые задачи:

1. Рассчитайте молярность и поправочный коэффициент 0,05 М раствора трилона Б, если на титрование 0,1015 г цинка (после растворения в растворе хлористоводородной кислоты) израсходовано 30,85 мл приготовленного раствора трилона Б. $M_{м.}(Zn)=65,37$.

2. Рассчитайте молярность и поправочный коэффициент 0,05 М раствора магния сульфата, если на титрование 40 мл раствора магния сульфата израсходовано 20,15 мл 0,1 М раствора трилона Б.

3. Напишите химизм, рассчитайте титр соответствия при количественном определении цинка сульфата методом комплексонометрии с использованием в качестве титранта 0,05 М раствора трилона Б. $M_{м.}(ZnSO_4 \cdot 7H_2O)=287,54$.

4. Рассчитайте предварительный объем титранта 0,05 М раствора трилона Б с $K_{п}=0,9902$ при количественном определении кальция хлорида, если на титрование взяли 25 мл раствора, полученного при растворении 0,7984 г препарата в мерной колбе на 100 мл. Объем контрольного опыта равен 0,05 мл. 1 мл 0,05 М раствора трилона Б соответствует 10,95 мг $CaCl_2 \cdot 6H_2O$, которого в препарате должно быть не менее 98,0%.

5. Рассчитайте процентное содержание магния сульфата, если на титрование навески массой 0,1588 г израсходовано 12,75 мл 0,05 М раствора

трилона Б с $K_p=1,0146$. Объем контрольного опыта равен 0,05 мл. 1 мл 0,05 М раствора трилона Б соответствует 12,32 мг $MgSO_4 \cdot 7H_2O$.

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная комната для самостоятельной работы обучающихся, учебная лаборатория и др.

Учебно-исследовательская работа обучающихся по данной теме:

Определение общей жесткости воды.

В колбу для титрования пипеткой Мора отмеривают 20,0 мл водопроводной воды, добавляют 20 мл дистиллированной воды и 5 мл аммиачного буферного раствора (рН 9,5-10,0). В полученную смесь вносят 0,1 г (на кончике шпателя) индикаторной смеси кислотного хром темно-синего и медленно, хорошо перемешивая, титруют 0,05 М раствором трилона Б до перехода красной окраски раствора в сине-фиолетовую. Общую жесткость воды (в мг·экв/л) рассчитывают по формуле:

$$Ж = \frac{M_{т-та} \cdot V_{т-та} \cdot K_p \cdot 1000}{V_{H_2O}}$$

$M_{т-та}$ – молярность раствора трилона Б;

$V_{т-та}$ – объем раствора трилона Б, пошедший на титрование;

K_p – поправочный коэффициент раствора трилона Б;

V_{H_2O} – объем водопроводной воды, взятый на титрование.

Литература:

Основная:

1. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
2. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.
3. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.

Дополнительная:

4. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.

5. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
6. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.
- 7.

Занятие № 14-15

Методы окислительно-восстановительного титрования.

Перманганатометрия, йодометрия, дихроматометрия.

1. Тема и ее актуальность. Методы окислительно-восстановительного титрования основаны на реакциях окисления-восстановления между титрантом и определяемым веществом. В зависимости от используемого титранта различают методы дихроматометрии, перманганатометрии, йодометрии, йодатометрии, йодхлорметрии, броматометрии, цериметрии, нитритометрии и др.

Метод перманганатометрии основан на окислении определяемого вещества титрантом перманганатом калия, титрование проводят в сернокислой среде без индикатора, конечную точку титрования определяют по появлению устойчивого розового окрашивания раствора. В фармацевтическом анализе методом перманганатометрического титрования определяется количественное содержание перекиси водорода, натрия нитрита, железа восстановленного, железа сульфата и других лекарственных препаратов. Для проведения перманганатометрического титрования лекарственных средств необходимо знать титрант метода, условия проведения, определение конечной точки титрования.

Таким образом, знание методов окислительно-восстановительного титрования, перманганатометрии необходимо для дальнейшего изучения фармацевтической химии.

2. Учебные цели: овладение методами окислительно-восстановительного титрования, метода перманганатометрии.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- равновесия в окислительно-восстановительных реакциях;
- окислительно-восстановительное титрование, сущность метода, классификацию методов окислительно-восстановительного титрования;
- условия проведения окислительно-восстановительного титрования, требования, предъявляемые к реакциям в окислительно-восстановительном титровании, виды окислительно-восстановительного титрования (прямое, обратное, заместительное);

- индикаторы окислительно-восстановительного титрования, классификацию, окислительно-восстановительные индикаторы (обратимые и необратимые), интервал изменения окраски индикатора;

- кривые окислительно-восстановительного титрования, построение (расчетное, экспериментальное) и анализ кривых окислительно-восстановительного титрования, выбор индикатора;

- ошибки окислительно-восстановительного титрования, их происхождение, расчет, устранение;

- перманганатометрию, сущность метода, химизм;

- титрант перманганатометрии, его приготовление, стандартизацию, особенности восстановления перманганата калия в различных средах;

- условия проведения перманганатометрического титрования, определение конечной точки титрования;

- область применения перманганатометрии, примеры.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **владеть и уметь:**

- проводить количественное определение веществ методом перманганатометрического титрования;

- проводить лабораторные опыты, использовать простейшие операции при выполнении количественного анализа;

- оформлять отчетную документацию по экспериментальным данным;

- и овладеть следующими **компетенциями:** ОК-1, ОК-5, ОПК-5, ОПК-7, ОПК-8, ПК-1, ПК-10, ПК-12, ПК-22, ТФ А/01.7, А/02.7, А/03.7, А/04.7, А/05.7.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Равновесия в окислительно-восстановительных реакциях.

2. Окислительно-восстановительное титрование. Сущность метода.

Классификация методов окислительно-восстановительного титрования.

3. Условия проведения окислительно-восстановительного титрования.

Требования, предъявляемые к реакциям в окислительно-восстановительном титровании. Виды окислительно-восстановительного титрования (прямое, обратное, заместительное).

4. Индикаторы окислительно-восстановительного титрования.

Классификация. Окислительно-восстановительные индикаторы (обратимые и необратимые). Интервал изменения окраски индикатора.

5. Кривые окислительно-восстановительного титрования. Построение (расчетное, экспериментальное) и анализ кривых окислительно-восстановительного титрования. Выбор индикатора.

6. Ошибки окислительно-восстановительного титрования, их происхождение, расчет, устранение.

7. Перманганатометрия. Сущность метода, химизм.

8. Титрант перманганатометрии, его приготовление, стандартизация. Особенности восстановления перманганата калия в различных средах.

9. Условия проведения перманганатометрического титрования. Определение конечной точки титрования.

10. Область применения перманганатометрии, примеры.

11. Задачи на расчет молярной концентрации титранта, поправочного коэффициента. Расчет титра соответствия (титра по определяемому веществу). Расчет предварительного объема титранта. Расчет количественного содержания определяемого вещества по результатам титрования.

12. Йодометрическое титрование. Сущность метода. Титранты йодометрии, их приготовление и стандартизация.

13. Условия проведения йодометрического титрования. Определение конечной точки титрования. Применение йодометрии для определения восстановителей, окислителей, веществ, не обладающих окислительно-восстановительными свойствами. Химизм.

14.

УИРС. Кривые окислительно-восстановительного титрования. Построение (расчетное, экспериментальное) и анализ кривых окислительно-восстановительного титрования. Выбор индикатора.

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 6 академических часов.

6. Оснащение:

Стандартное рабочее место на 2 обучающихся:

бюретка на 25 мл с воронкой

колба коническая и химический стакан на 100 мл
--

Дополнительно:

весы аптечные, аналитические

разновесы

цилиндр на 50 мл
водяная баня
мерная колба на 100 мл
пипетки на 5, 10 мл

Реактивы:

<u>растворы:</u> 0,02 М KMnO_4 , разв. H_2SO_4 , 3% H_2O_2
<u>порошки:</u> $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,05 М I_2 , 0,1 М $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,1% р-р крахмала, 25% р-р глюкозы, 10% р-р NaOH , разв. H_2SO_4

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Задания для самоконтроля: решение обучающимися индивидуальных наборов тестовых заданий по теме:

Задание 1. Методы окислительно-восстановительного титрования основаны на реакциях

- А) кислотно-основного взаимодействия
- Б) образования малорастворимых соединений
- В) образования малодиссоциирующих комплексных соединений
- Г) окисления-восстановления

Задание 2. Титрантом в методе перманганатометрии является

- А) перманганат калия
- Б) йод
- В) тиосульфат натрия
- Г) бромат калия
- Д) нитрит натрия

Задание 3. При выборе индикатора по кривой титрования интервал изменения окраски должен лежать

- А) до скачка титрования
- Б) в пределах скачка титрования
- В) после скачка титрования

Задание 4. Для создания кислой реакции среды в перманганатометрии используют

- А) хлористоводородную кислоту
- Б) бромистоводородную кислоту
- В) азотную кислоту
- Г) серную кислоту
- Д) уксусную кислоту

Задание 5. Количественное определение перекиси водорода можно проводить методом

- А) ацидиметрии
- Б) алкалиметрии
- В) аргентометрии
- Г) перманганатометрии

7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия.

1. Окислительно-восстановительное титрование. Классификация. Условия проведения окислительно-восстановительного титрования. Требования к реакциям. Индикаторы окислительно-восстановительного титрования, классификация. Интервал изменения окраски индикатора.

2. Кривые окислительно-восстановительного титрования. Построение (расчетное, экспериментальное) и анализ кривых окислительно-восстановительного титрования. Выбор индикатора.

3. Ошибки окислительно-восстановительного титрования, их происхождение, расчет, устранение.

4. Перманганатометрия. Сущность метода, условия, химизм. Применение.

5. Титрант перманганатометрии, его приготовление, стандартизация. Особенности восстановления перманганата калия в различных средах. Определение конечной точки титрования.

УИРС. Выступление обучающихся, подготовивших доклады по темам УИРС.

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов по данной теме.

7.4. Самостоятельная работа обучающихся под контролем преподавателя.

Количественное определение натрия оксалата методом перманганатометрии.

Около 0,1 г (точная навеска) натрия оксалата растворяют в 40 мл разведенной серной кислоты, нагревают на водяной бане ~ до 70°C и медленно титруют 0,02 М раствором калия перманганата до появления устойчивого слабо-розового окрашивания. При окончании титрования температура раствора не должна быть ниже 60°C.

Процентное содержание рассчитывают по формуле:

$$C\% = \frac{V_{\text{т-та}} \cdot K_{\text{п}} \cdot T_{\text{с}}}{a \cdot 10}$$

$V_{\text{т-та}}$ – объем 0,02 М раствора калия перманганата, пошедший на титрование;

$K_{\text{п}}$ – поправочный коэффициент 0,02 М раствора калия перманганата;

$T_{\text{с}}$ – титр соответствия 0,02 М раствора калия перманганата по натрия оксалату, рассчитанный по формуле

$$T_{\text{с}} = \frac{K_{\text{в-ва}} \cdot M_{\text{.м.в-ва}} \cdot M_{\text{т-та}}}{K_{\text{т-та}}}$$

$M_{\text{.м.}}(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 134,00$;

a – навеска натрия оксалата.

Стандартизация 0,05 М раствора йода.

По ГФ установку титра 0,05 М раствора йода проводят по 0,1 М раствору тиосульфата натрия.

К 10,0 мл исследуемого раствора йода прибавляют 1 мл 2 М раствора уксусной кислоты и 15 мл воды. Титруют 0,1 М раствором натрия тиосульфата, используя в качестве индикатора 1 мл 0,1% раствора крахмала. Молярность раствора йода рассчитывают по стандартному титрованному раствору:

$$M_{\text{п-ракт}} = \frac{K_{\text{т-та}} \cdot M_{\text{ст}} \cdot V_{\text{ст}}}{K_{\text{ст}} \cdot V_{\text{т-та}}}$$

$M_{\text{ст}}$ – молярность стандартного раствора тиосульфата натрия;

$V_{\text{ст}}$ – объем стандартного раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование;

$V_{\text{т-та}}$ – объем исследуемого раствора йода, взятый на титрование;

$K_{\text{т-та}}$ и $K_{\text{ст}}$ – стехиометрические коэффициенты в уравнении реакции.

Рассчитывают поправочный коэффициент:

$$K_{\text{п}} = \frac{M_{\text{практ}}}{M_{\text{теор}}}$$

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Подготовка к выполнению практических приемов по теме занятия.

Материалы для контроля уровня освоения темы:

Типовой вариант выходного контроля.

1. Индикаторы окислительно-восстановительного титрования.

Классификация. Окислительно-восстановительные индикаторы (обратимые и необратимые). Интервал изменения окраски индикатора.

2. Условия проведения перманганатометрического титрования. Определение конечной точки титрования.

Типовые задачи:

1. Рассчитайте молярность и поправочный коэффициент 0,02 М раствора калия перманганата, если на титрование 20,0 мл приготовленного раствора калия перманганата (после добавления калия йодида и разведенной серной кислоты) израсходовали 20,55 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата.

2. Напишите химизм, рассчитайте титр соответствия при количественном определении железа (II) сульфата методом перманганатометрии с использованием 0,02 М раствора калия перманганата. М.м.(FeSO₄·7H₂O)=278,02.

3. Напишите химизм, рассчитайте титр соответствия при количественном определении натрия нитрита методом перманганатометрии с использованием 0,02 М раствора калия перманганата. М.м.(NaNO₂) = 69,00.

4. Рассчитайте предварительный объем титранта 0,02 М раствора калия перманганата (K_п=1,0219) при количественном определении 3% раствора перекиси водорода, если 5 мл исследуемого раствора поместили в мерную колбу на 50 мл и довели до метки водой, на титрование взяли 1 мл приготовленного раствора. 1 мл 0,02 М раствора калия перманганата соответствует 1,701 мг перекиси водорода.

5. Рассчитайте процентное содержание перекиси водорода, если 10 мл исследуемого раствора поместили в мерную колбу на 100 мл, на титрование 10 мл приготовленного раствора израсходовали 17,2 мл 0,02 М раствора калия

перманганата ($K_p=0,9902$). 1 мл 0,02 М раствора калия перманганата соответствует 1,701 мг перекиси водорода.

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная комната для самостоятельной работы обучающихся, учебная лаборатория и др.

Учебно-исследовательская работа обучающихся по данной теме:

Количественное определение 3%-ного раствора перекиси водорода методом перманганатометрии.

В мерную колбу на 100 мл отмеривают пипеткой 5,0 мл исследуемого раствора и доводят до метки водой. Для титрования берут 10,0 мл полученного раствора, добавляют 5 мл разведенной серной кислоты и медленно титруют 0,02 М раствором перманганата калия до появления устойчивого слабо-розового окрашивания. Процентное содержание перекиси водорода рассчитывают по формуле:

$$C\% = \frac{V_{T-та} \cdot K_p \cdot T_c \cdot V_{M.к.}}{a \cdot 10 \cdot V_{п.}}$$

$V_{T-та}$ – объем 0,02 М раствора перманганата калия, пошедший на титрование;

K_p – поправочный коэффициент 0,02 М раствора перманганата калия;

T_c – титр соответствия 0,02 М раствора перманганата калия по перекиси водорода, рассчитанный по формуле

$$T_c = \frac{K_{B-ва} \cdot M_{M.B-ва} \cdot M_{T-та}}{K_{T-та}}$$

$M_{M.(H_2O_2)} = 34,02$;

a – навеска (объем приготовленного раствора перекиси водорода, взятый на титрование);

$V_{M.к.}$ – объем мерной колбы;

$V_{п.}$ – объем пипетки (объем исследуемого раствора перекиси водорода, взятый на приготовление разведения).

Количественное определение 25%-ного раствора глюкозы методом йодометрии.

В мерную колбу на 100 мл помещают 10,0 мл исследуемого раствора глюкозы и доводят до метки водой. В колбу для титрования с притертой пробкой отмеривают 2,0 мл полученного раствора, добавляют 10,0 мл 0,05 М раствора йода, 1 мл 10% раствора гидроксида натрия, закрывают и оставляют на 5 мин. в темном месте. Далее прибавляют 2 мл разв. серной кислоты и титруют выделившийся йод 0,1 М раствором тиосульфата натрия (индикатор – крахмал, добавляют в конце титрования). Процентное содержание глюкозы рассчитывают по формуле:

$$C\% = \frac{(V_1 \cdot K_1 - V_2 \cdot K_2) \cdot T_c \cdot V_{м.к.}}{a \cdot 10 \cdot V_{п.}}$$

V_1 и K_1 – объем и поправочный коэффициент 0,05 М раствора йода;

V_2 и K_2 – объем и поправочный коэффициент 0,1 М раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование;

T_c – титр соответствия 0,05 М раствора йода по глюкозе, рассчитанный по формуле

$$T_c = \frac{K_{в-ва} \cdot M_{м.в-ва} \cdot M_{т-та}}{K_{т-та}}$$

$M_{м.}(C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O) = 198,17$;

a – навеска (объем приготовленного раствора глюкозы, взятый на титрование);

$V_{м.к.}$ – объем мерной колбы;

$V_{п.}$ – объем пипетки (объем исследуемого раствора глюкозы, взятый на приготовление разведения).

Литература:

Основная:

19. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
20. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.
21. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.

Дополнительная:

22. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
23. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
24. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

Занятие 16

Контрольная работа № 2

1. Тема и ее актуальность. Для количественного определения лекарственных средств в индивидуальном виде или в лекарственных формах используют различные методы количественного анализа. Для титрования веществ, обладающий кислотными или основными свойствами, применяется методы кислотно-основного титрования, основанные на кислотно-основном взаимодействии.

Для проведения титриметрического анализа необходимо знать титранты метода, их приготовление и стандартизацию, условия титрования и методы определения конечной точки титрования.

Таким образом, знание вопросов титриметрического анализа, методов кислотно-основного титрования необходимо для дальнейшего изучения фармацевтической химии.

2. Учебные цели: контроль освоения обучающимися вопросов титриметрического анализа, методов кислотно-основного титрования.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- основные законы, лежащие в основе аналитической химии;
- методы, приемы и способы выполнения химического анализа для количественных определений;

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Количественный анализ. Классификация методов количественного анализа.
2. Источники ошибок в количественном анализе. Классификация ошибок. Оценка правильности результатов, устранение ошибок.
3. Обработка результатов количественного анализа. Статистическая обработка. Расчет среднего значения. Значащие цифры, правила округления.
4. Количественный химический анализ. Классификация методов количественного химического анализа. Требования к реакциям.
5. Титриметрический анализ. Требования, предъявляемые к реакциям в титриметрии.

6. Классификация методов титриметрического анализа: кислотно-основное, осадительное, комплексиметрическое, окислительно-восстановительное титрование.

7. Этапы титриметрического анализа: отбор пробы, взятие навески, титрование, расчет количественного содержания.

8. Способы титриметрического определения по взятию навески: способ отдельных навесок, способ аликвотных частей (пипетирования).

9. Титрование. Приемы титрования: прямое, обратное, косвенное.

10. Точка эквивалентности, конечная точка титрования. Методы установления конечной точки титрования: визуальные (по индикатору, без индикатора), инструментальные. Выбор индикатора (по кривой титрования).

11. Титрант. Молярная концентрация (M), молярная концентрация эквивалента (N).

12. Приготовление титрантов и их стандартизация. Расчет массы стандартного вещества, необходимой для приготовления титранта. Расчет концентрации титранта при его стандартизации. Расчет поправочного коэффициента.

13. Титр, титр по определяемому веществу (титр соответствия). Расчет количественного содержания определяемого вещества по результатам титрования.

14. Кислотно-основное титрование. Сущность метода. Требования к реакциям.

15. Методы установления конечной точки титрования. Индикаторы кислотно-основного титрования, требования к ним. Классификация индикаторов.

16. Теории индикаторов кислотно-основного титрования. Интервал изменения окраски индикатора, точка перехода индикатора.

17. Кривые кислотно-основного титрования. Построение (расчетное, экспериментальное) и анализ кривых кислотно-основного титрования. Влияние различных факторов на скачок на кривой титрования. Выбор индикаторов по кривой титрования.

18. Ошибки кислотно-основного титрования, их расчет и устранение.

19. Классификация методов кислотно-основного титрования: ацидиметрия, алкалиметрия.

20. Ацидиметрия. Сущность метода, химизм. Титранты, их приготовление и стандартизация. Определение конечной точки титрования, типичные индикаторы. Область применения ацидиметрии.

21. Алкалиметрия. Сущность метода, химизм. Титранты, их приготовление и стандартизация. Определение конечной точки титрования, типичные индикаторы. Область применения алкалиметрии.

22. Кислотно-основное титрование в неводных средах. Сущность метода. Преимущества и недостатки перед титрованием в воде.

23. Растворители, применяемые в кислотно-основном титровании. Классификация растворителей по характеру участия в кислотно-основном процессе.

24. Влияние природы растворителя на силу (кислотность, основность) растворенного протолита (нивелирующее и дифференцирующее действие растворителей, диэлектрическая проницаемость растворителя).

25. Ацидиметрия в неводных средах. Выбор растворителя для неводного кислотно-основного титрования веществ основного характера. Титранты ацидиметрии в неводных средах, их приготовление и стандартизация. Определение конечной точки титрования в ацидиметрии в неводных средах. Применение ацидиметрии в неводных средах. Химизм.

26. Алкалиметрия в неводных средах. Выбор растворителя для неводного кислотно-основного титрования веществ кислого характера. Титранты алкалиметрии в неводных средах, их приготовление и стандартизация. Определение конечной точки титрования в алкалиметрии в неводных средах. Применение алкалиметрии в неводных средах. Химизм.

27. Задачи на расчет молярной концентрации титранта, поправочного коэффициента. Расчет титра соответствия (титра по определяемому веществу). Расчет предварительного объема титранта. Расчет количественного содержания определяемого вещества по результатам титрования.

28. Осадительное титрование. Сущность метода. Требования, предъявляемые к реакциям в методе осадительного титрования.

29. Классификация методов осадительного титрования.

30. Кривые осадительного титрования. Построение (расчетное, экспериментальное) и анализ кривых осадительного титрования. Влияние различных факторов на скачок титрования (концентрация растворов реагентов, растворимость осадка и др.).

31. Определение конечной точки титрования. Индикаторы осадительного титрования: осадительные, металлохромные, адсорбционные.
32. Аргентометрия. Сущность метода. Титрант, его приготовление и стандартизация.
33. Разновидности методов аргентометрии (методы Гей-Люссака, Мора, Фаянса, Фольгарда). Химизм, условия проведения, индикаторы. Область применения, примеры.
34. Ошибки осадительного титрования. Их происхождение, расчет, устранение.
35. Комплексиметрическое титрование. Сущность метода. Требования, предъявляемые к реакциям в комплексиметрии.
36. Классификация методов комплексиметрического титрования.
37. Комплексоны. Строение. Равновесия в водных растворах трилона Б. Химизм образования комплексонов металлов различной валентности. Устойчивость комплексонов металлов.
38. Комплексонометрическое титрование. Сущность метода. Условия комплексонометрического титрования.
39. Титрант комплексонометрии, его приготовление и стандартизация.
40. Индикаторы комплексонометрии. Классификация, строение, принцип действия. Выбор индикаторов.
41. Кривые комплексонометрического титрования. Построение (расчетное, экспериментальное) и анализ кривых комплексонометрического титрования. Влияние различных факторов на скачок титрования (устойчивость комплексонов, концентрация ионов металла и комплекса, рН раствора).
42. Виды комплексонометрического титрования. Химизм.
43. Область применения комплексонометрии, примеры.
44. Ошибки комплексонометрического титрования. Их происхождение, расчет, устранение.
45. Меркуриметрия. Сущность метода, химизм. Титрант, его приготовление и стандартизация. Индикаторы меркуриметрии. Область применения меркуриметрии, примеры.
46. Задачи на расчет молярной концентрации титранта, поправочного коэффициента. Расчет титра соответствия (титра по определяемому веще-

- ству). Расчет предварительного объема титранта. Расчет количественного содержания определяемого вещества по результатам титрования.
47. Равновесия в окислительно-восстановительных реакциях.
 48. Окислительно-восстановительное титрование. Сущность метода. Классификация методов окислительно-восстановительного титрования.
 49. Требования, предъявляемые к реакциям в окислительно-восстановительном титровании. Виды окислительно-восстановительного титрования (прямое, обратное, заместительное).
 50. Индикаторы окислительно-восстановительного титрования. Классификация. Окислительно-восстановительные индикаторы (обратимые и необратимые). Интервал изменения окраски индикатора.
 51. Кривые окислительно-восстановительного титрования. Построение (расчетное, экспериментальное) и анализ кривых окислительно-восстановительного титрования. Выбор индикатора.
 52. Ошибки окислительно-восстановительного титрования, их происхождение, расчет, устранение.
 53. Перманганатометрическое титрование. Сущность метода, химизм. Титрант перманганатометрии, его приготовление и стандартизация. Особенности восстановления перманганата калия в различных средах. Условия проведения, определение конечной точки титрования. Область применения, примеры прямого и обратного титрования.
 54. Дихроматометрическое титрование. Сущность метода, химизм. Титрант, его приготовление и стандартизация. Условия проведения, определение конечной точки титрования, индикаторы. Область применения, примеры.
 55. Йодометрическое титрование. Сущность метода, химизм. Титранты йодометрии, их приготовление и стандартизация. Условия проведения, определение конечной точки титрования, индикаторы. Применение йодометрии для определения восстановителей, окислителей, веществ, не обладающих окислительно-восстановительными свойствами, примеры прямого, обратного и заместительного титрования.
 56. Йодхлорметрическое титрование. Сущность метода, химизм. Титрант йодхлорметрии, его приготовление и стандартизация. Условия проведения, определение конечной точки титрования, индикаторы. Область применения, примеры прямого и обратного титрования.

57. Йодатометрическое титрование. Сущность метода, химизм. Титрант, его приготовление и стандартизация. Условия проведения, определение конечной точки титрования, индикаторы. Область применения, примеры прямого и обратного титрования.

58.

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 3 академических часов.

6. Оснащение: таблицы, справочники.

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль уровня знаний и умений.

Типовой тест к контрольной работе № 1.

1. Количественный анализ – это

А) определение качественного состава вещества, т.е. установление наличия химических элементов, ионов, функциональных групп, молекул в анализируемом веществе

Б) экспериментальное определение концентрации (содержания) химического элемента или соединения с последующей статистической обработкой результатов

В) определение химических элементов

Г) определение различных функциональных групп

Д) открытие молекул и определение молекулярного состава анализируемого вещества

2. Метод гравиметрии относится к

А) электрохимическим методам анализа

Б) оптическим методам анализа

В) химическим методам анализа

Г) биологическим методам анализа

3. Методы количественного химического анализа, основанные на измерении объема титранта, затраченного в эквивалентном количестве на титрование определяемого вещества, - это

А) гравиметрические методы

Б) титриметрические методы

В) оптические методы

Г) электрохимические методы

Д) хроматографические методы

4. Титрование, когда к определяемому веществу прибавляют избыток первого титранта, остаток которого титруют вспомогательным титрантом

- А) прямое титрование
- Б) обратное титрование
- В) заместительное (косвенное) титрование

5. Точка (момент) титрования, когда в точке эквивалентности или вблизи нее происходит заметное (резкое) изменение какого-либо свойства титруемой смеси

- А) точка эквивалентности
- Б) конечная точка титрования
- В) интервал перехода индикатора
- Г) степень оттитрованности раствора

6. Раствор реагента с точно известной молярной концентрацией, с помощью которого проводят титрование, – это

- А) титрант
- Б) анализируемый раствор
- В) буферный раствор
- Г) индикатор

7. Титрантом в алкалиметрии является

- А) гидроксид натрия
- Б) хлороводородная кислота
- В) нитрат серебра
- Г) перманганат калия

8. Для установления конечной точки титрования в ацидиметрии в качестве индикатора используют

- А) ферроин
- Б) крахмал
- В) метиловый оранжевый
- Г) хромат калия
- Д) флуоресцеин

9. Количественное определение натрия гидрокарбоната проводят методом

- А) аргентометрии
- Б) комплексонометрии
- В) ацидиметрии
- Г) перманганатометрии

Д) йодометрии

10. В качестве растворителя в неводной ацидиметрии используют

А) диметилформаид

Б) ледяную уксусную кислоту

В) воду

7.3. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Материалы для контроля уровня освоения темы:

Типовой вариант к контрольной работе № 1.

1. Количественный химический анализ. Классификация методов количественного химического анализа. Требования к реакциям.

2. Приготовление титрантов и их стандартизация. Расчет массы стандартного вещества, необходимой для приготовления титранта. Расчет концентрации титранта при его стандартизации. Расчет поправочного коэффициента.

Типовые задачи:

1. Рассчитайте молярность и поправочный коэффициент 0,1 М раствора хлорной кислоты, если на титрование 0,3500 г калия гидрофталата израсходовано 17,15 мл приготовленного раствора хлорной кислоты. М.м.(гидрофталата калия)=204,22.

2. Рассчитайте молярность и поправочный коэффициент 0,1 М раствора калия гидроксида, если на титрование 20 мл приготовленного раствора калия гидроксида израсходовано 20,10 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты.

3. Напишите химизм, рассчитайте титр соответствия при количественном определении бензоата натрия методом ацидиметрии в присутствии эфира с использованием в качестве титранта 0,5 М раствора хлористоводородной кислоты. М.м.(бензоата натрия)=144,11.

4. Рассчитайте предварительный объем титранта 0,1 М раствора натрия гидроксида ($K_p=1,0063$) при количественном определении ацетилсалициловой кислоты методом алкаиметрии в смешанной спирто-водной среде, если на титрование взята навеска 0,5017 г. 1 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида соответствует 18,02 мг ацетилсалициловой кислоты.

5. Рассчитайте процентное содержание кофеина, если на титрование 0,1492 г субстанции методом неводной ацидиметрии израсходовано 7,80 мл 0,1

М раствора хлорной кислоты ($K_p=0,9871$). На титрование контрольного опыта израсходовано 0,05 мл титранта. 1 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты соответствует 19,42 мг кофеина

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная комната для самостоятельной работы обучающихся, учебная лаборатория и др.

Литература:

Основная:

1. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
2. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.
3. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.

Дополнительная:

4. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
5. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
6. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

ЗАНЯТИЕ № 1

Оптические методы анализа.

Спектрофотометрия в УФ и видимой области. Фотоэлектродиметрия.

1. Тема и ее актуальность. Оптические методы анализа основаны на измерении оптических свойств веществ (испускание, поглощение, рассеяние, отражение, преломление, поляризация света), проявляющихся при взаимодействии электромагнитного излучения с веществом. Фотометрические методы – спектрофотометрия и фотоэлектродиметрия относятся к оптическим методам анализа, в основе которых лежит измерение светопоглощения молекулами или ионами изучаемого вещества. Зависимость поглощения монохроматического излучения от толщины поглощающего слоя и от концентрации светопоглощающих частиц отражает объединенный основной закон светопоглощения Бугера-Ламберта-Бееера. Спектрофотометрия основана на измерении поглощения монохроматического света веществом в ультрафиолетовой, видимой (УВИ) и инфракрасной (ИК) областях спектра и применяется в анализе как окрашенных так и неокрашенных соединений. Высокая чувствительность, селективность и сравнительно небольшая относительная ошибка при определении концентрации позволяют применять спектрофотометрию для определения подлинности, чистоты и количественного содержания многих лекарственных препаратов, для установления структуры органических и неорганических соединений, для количественного определения двух веществ при совместном присутствии. Фотоэлектродиметрия основана на измерении поглощения немонохроматического света веществом, имеющим окраску, в видимой области спектра.

Знание теоретических основ и практического применения фотометрических методов анализа необходимо для дальнейшего изучения фармацевтической химии.

2. Учебные цели: овладение оптическими методами анализа, методами фотоэлектродиметрии и спектрофотометрии.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- оптические методы, классификацию, общую характеристику;
- молекулярный спектральный анализ в УФ- и видимой области;
- происхождение электронных спектров поглощения, основные электронные переходы;

- спектр поглощения и его характеристики;
- основные законы светопоглощения, применение закона Бугера-Ламберта-Бееера в фотометрическом анализе;
- методы абсорбционного анализа: колориметрию, фотоэлектроколориметрию, спектрофотометрию, сущность методов, особенности, применение;
- дифференциальную фотометрию, экстракционно-фотометрический анализ, сущность, применение;
- фотометрическое титрование, сущность метода, применение.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **владеть и уметь:**

- работать на ФЭКе;
- проводить количественное определение веществ методом фотоэлектроколориметрии;
- проводить расчеты в спектрофотометрическом анализе ($E_{1\text{см}}^{1\%}$, С%);
- и овладеть следующими **компетенциями:** ОК-1, ОК-5, ОПК-5, ОПК-7, ОПК-8, ПК-1, ПК-10, ПК-12, ПК-22, ТФ А/01.7, А/02.7, А/03.7, А/04.7, А/05.7.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Классификация оптических методов. Сущность молекулярно-спектрального анализа в УФ и видимой области.
2. Возникновение электронных спектров поглощения в УФ- и видимой области. Основные электронные переходы.
3. Спектр поглощения, его основные характеристики.
4. Влияние различных факторов на поглощение и интенсивность полос поглощения, эффекты: батохромный, гиперхромный, гипсохромный и гипохромный.
5. Основной закон светопоглощения: закон Бугера-Ламберта-Бееера, оптическая плотность раствора. Молярный и удельный коэффициенты поглощения.
6. Отклонения от закона Бугера-Ламберта-Бееера и условия его соблюдения.
7. Определение концентрации веществ в колориметрии.
8. Определение концентрации веществ в фотоэлектроколориметрии и спектрофотометрии (метод градуировочного графика, по молярному или удельному коэффициенту поглощения, метод одного стандарта).

9. Фотоэлектроколориметрия. Принцип устройства ФЭК. Применение.
10. Спектрофотометрия. Принцип устройства приборов. Применение.
11. Фотометрические и спектрофотометрические титрования. Основные случаи кривых титрования: по поглощению вещества, по поглощению титранта.

УИРС.

1. Применение спектрофотометрии в УФ и видимой областях для изучения структуры неорганических и органических соединений, идентификации веществ.

2. Особые случаи применения спектрофотометрии: определение 2-х веществ при совместном присутствии, дифференциальная фотометрия.

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 3 академических часа.

6. Оснащение:

пипетки на 1, 2, 10 мл химический стакан
спирто-эфирная смесь марлевые салфетки Фотоэлектроколориметр КФК-2 кюветы 10 мм – 3 шт. 0,1 М раствор гидроксида натрия 0,02% стандартный раствор фурацилина 0,02% исследуемый раствор фурацилина

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Задания для самоконтроля: решение обучающимися индивидуальных наборов тестовых заданий по теме:

Задание 1. К инструментальным методам анализа относятся

- А) титриметрические методы
- Б) гравиметрические методы
- В) газометрические методы
- Г) оптические методы

Задание 2. Формула $A = \varepsilon \cdot C \cdot \ell$ выражает

- А) основной закон светопоглощения Бугера-Ламберта-Бееера

- Б) закон Вавилова
- В) закон Стокса-Ломмела
- Г) закон Фарадея

Задание 3. Колориметрия относится к

- А) оптическим методам
- Б) хроматографическим методам
- В) электрохимическим методам
- Г) радиометрическим методам
- Д) термическим методам
- Е) масс–спектрометрическим методам

Задание 4. Фотоэлектроколориметрия основана на

А) визуальном сравнении интенсивности света, прошедшего через исследуемый раствор с интенсивностью света, прошедшего через стандартный раствор

Б) измерении интенсивности немонохроматического светового потока, прошедшего через исследуемый раствор, с помощью фотоэлементов в фотоколориметрах и в фотоэлектроколориметрах

В) измерении интенсивности монохроматического светового потока, прошедшего через исследуемый раствор, с помощью фотоэлементов в спектрофотометрах

Г) использовании флуоресценции определяемого вещества, возбуждаемой энергией излучения в УФ и в видимой области спектра

Задание 5. Метод, основанный на измерении интенсивности монохроматического светового потока, прошедшего через исследуемый раствор, с помощью фотоэлементов в спектрофотометрах, – это

- А) колориметрия
- Б) фотоэлектроколориметрия
- В) спектрофотометрия
- Г) флуориметрия

7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия.

1. Влияние различных факторов на поглощение и интенсивность полос поглощения.
2. Основной закон светопоглощения: закон Бугера-Ламберта-Бера.
3. Определение концентрации веществ в колориметрии.

4. Определение концентрации веществ в фотоэлектроколориметрии и спектрофотометрии (метод градуировочного графика, по молярному или удельному коэффициенту поглощения, метод одного стандарта).

УИРС. Выступление обучающихся, подготовивших доклады по темам УИРС.

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов по данной теме.

7.4. Самостоятельная работа обучающихся под контролем преподавателя.

Определение концентрации 0,02% раствора фурацилина методом сравнения со стандартом.

Ознакомление с устройством и правилами работы на фотоэлектроколориметре КФК-2.

По инструкции к прибору обучающиеся знакомятся с устройством и правилами работы на фотоэлектроколориметре КФК-2. Под руководством преподавателя осваивают правила работы на КФК-2.

Методика. К 0,5 мл раствора фурацилина добавляют 7,5 мл воды, 2 мл 0,1 М раствора гидроксида натрия и перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора на ФЭКе при синем светофильтре (λ_{\max} 450 нм) в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствор сравнения – вода. Параллельно проводят реакцию с 0,5 мл 0,02% стандартного раствора фурацилина и измеряют оптическую плотность. Рассчитывают процентную концентрацию исследуемого раствора фурацилина (C_x) по формуле:

$$C_x = \frac{A_x \cdot C_{\text{ст}}}{A_{\text{ст}}}$$

где $C_{\text{ст}}$ – концентрация стандартного раствора фурацилина, %;

$A_{\text{ст}}$ – оптическая плотность стандартного раствора фурацилина;

A_x – оптическая плотность исследуемого раствора фурацилина.

По полученным результатам рассчитывают среднее значение процентного содержания фурацилина.

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Подготовка к выполнению практических приемов по теме занятия.

Материалы для контроля уровня освоения темы:

Типовой вариант выходного контроля.

1. Классификация оптических методов. Сущность молекулярно-спектрального анализа в УФ и видимой области.

2. Отклонения от закона Бугера-Ламберта-Бееера и условия его соблюдения.

3. Спектрофотометрия, сущность метода. Определение концентрации анализируемого раствора (метод градуировочного графика, по молярному или удельному коэффициенту поглощения, метод одного стандарта, метод добавок стандарта).

Ситуационные задачи:

1. Оптическая плотность 0,001% спиртового раствора преднизона при длине волны 239 нм и толщине поглощающего слоя 1 см равна 0,525. Рассчитайте удельный показатель поглощения спиртового раствора преднизона при указанной длине волны.

2. Рассчитайте удельный показатель поглощения раствора левомецитина при 278 нм, если навеску препарата массой 0,0998 г растворили в 100 мл воды, 2 мл полученного раствора перенесли в мерную колбу емкостью 100 мл и довели до метки водой. Оптическая плотность полученного раствора при 278 нм равна 0,589, толщина кюветы 10 мм.

3. Оптическая плотность раствора, содержащего ионы меди (II), после реакции с раствором аммиака, при толщине поглощающего слоя 2 см равна 0,254, молярный показатель поглощения раствора равен 423,3. Рассчитайте концентрацию (%) ионов меди (II) в исследуемом растворе.

4. Оптическая плотность 0,02% стандартного раствора фурацилина после реакции с гидроксидом натрия при длине волны 450 нм и толщине поглощающего слоя 1 см равна 0,405, оптическая плотность исследуемого раствора, измеренная в аналогичных условиях, равна 0,415. Рассчитайте концентрацию исследуемого раствора фурацилина.

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная комната для самостоятельной работы обучающихся, учебная лаборатория и др.

Учебно-исследовательская работа обучающихся по данной теме:

1. Рассчитайте количественное содержание преднизолона при спектрофотометрическом определении, если навеску преднизолона массой 0,1205 г растворили в мерной колбе на 100 мл в этаноле, 0,5 мл полученного раствора перенесли в мерную колбу емкостью 50 мл и довели спиртом до метки. Оптиче-

ская плотность полученного раствора при 242 нм равна 0,546. Оптическая плотность 0,001% стандартного раствора, измеренная при тех же условиях, равна 0,462. Толщина кюветы 1 см.

2. Рассчитайте концентрацию раствора кислоты никотиновой, если 1 мл исследуемого раствора поместили в мерную колбу вместимостью 100 мл, довели до метки, 10 мл полученного раствора перенесли с мерную колбу на 100 мл и довели до метки, оптическая плотность приготовленного раствора при длине волны 261 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм равна 0,482, оптическая плотность 1% стандартного раствора кислоты никотиновой, измеренная в аналогичных условиях, равна 0,485.

Литература:

Основная:

25. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
26. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.
27. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.

Дополнительная:

28. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
29. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
30. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

ЗАНЯТИЕ № 2

Люминесцентный анализ. Флуориметрия.

1. Тема и ее актуальность: в настоящее время в фармацевтическом анализе применяется метод флуориметрии, основанный на способности многих неорганических и органических соединений при поглощении ультрафиолетовых (УФ) лучей испускать свет – флуоресцировать, что обусловлено молекулярной структурой самих веществ или продуктов их взаимодействия с определенными реактивами. На этом свойстве основаны флуоресцентные реакции, которые обладают высокой чувствительностью. УФ - излучение с длиной волны 365 – 366 нм вызывают наиболее интенсивную флуоресценцию веществ, что позволяет наблюдать ее визуально. На интенсивность и характер свечения веществ влияют: химическое строение их молекул, концентрация в растворе, природа растворителя, температура и др. Наличие в молекуле вещества сопряженных связей, карбоксильной, карбонильной, амидо-, нитрозо-, нитрогрупп и некоторых других указывает на возможность проявления его флуоресцирующих свойств.

Флуориметрия – высокочувствительный фармакопейный метод, который характеризуется высокой специфичностью, позволяющей осуществлять оценку качества определяемого вещества в присутствии других компонентов и чувствительностью, близкой, в некоторых случаях, к чувствительности эмиссионной спектроскопии, масс-спектрометрии и радиохимических методов. Все вышеизложенное позволяет использовать метод флуориметрии при проведении качественного и количественного анализа не только фармацевтических субстанций и монопрепаратов, но и комплексных витаминсодержащих лекарственных средств, лекарственного растительного сырья, растительных лекарственных средств и препаратов.

Флуориметрический метод применяется в контроле качества фолиевой кислоты, хинина гидрохлорида, ПАСК-Na, тетрациклина гидрохлорида, резерпина, тиамина гидрохлорида и гидробромида, рибофлавина, многих металлов (например, катиона магния в биологической жидкости) и др. Флуориметрию используют при количественном определении очень малых количеств вещества в анализируемом растворе. Предел обнаружения до 10^{-12} – 10^{-15} г/л. Погрешность определения 2-5%.

2. Учебные цели: овладеть методом флуориметрии и его применением в фармацевтическом анализе.

Для формирования профессиональных компетенций студент должен **знать:**

- природу возникновения флуоресценции;
- применение флуориметрии в анализе лекарственных препаратов: в испытаниях на подлинность, в испытаниях на чистоту;
- основные методы расчета количественного содержания средств в флуориметрии.

Для формирования профессиональных компетенций студент должен **уметь:**

- проводить определение подлинности лекарственных препаратов с использованием флуориметрических реакций.
- проводить оценку качества лекарственных препаратов методом флуориметрии по показателям подлинности и чистоты лекарственных средств и количественного содержания.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

Люминесцентный анализ. Общие положения. Виды люминесценции и их классификация.

1. Флуоресцентный анализ (флуориметрия). Статья «Флуориметрия» (ОФС 42-0042-07).

Характеристики флуоресценции: спектр флуоресценции, энергетический выход ϕ_e флуоресценции, квантовый выход ϕ флуоресценции.

Основные законы молекулярной флуоресценции: независимость спектров флуоресценции от длины волны возбуждающего света закона Стокса – Ломмеля, правило зеркальной симметрии Левшина, закон Вавилова.

Аппаратура, используемая в люминесцентном анализе.

Применение флуориметрии в качественном анализе лекарственных средств.

Количественный флуоресцентный анализ лекарственных средств. Методы определения концентрации во флуоресцентном анализе: метод градуировочного графика, метод одного стандарта.

2. Применение флуориметрии в фармаанализе.

Учебно-исследовательская работа студентов по данной теме:

1. Биолюминесценция и биолюминесцентный анализ

4. Вид занятия: практическое занятие.

5.Продолжительность занятия: 3 академических часа.

6.Оснащение:

6.1. Дидактический материал:

Посуда и приборы:

Стандартное рабочее место на 2 студента

Дополнительно:

1.водяная баня 1 шт. (на группу)

2. УФО-кабинет 254/365 1 шт. (на группу)

Объекты исследования:

1) Лекарственные средства: фолиевая кислота, рибофлавин, тиамина хлорид.

2) Реактивы: раствор гексацианоферрата (III) калия, раствор гидроксида натрия, спирт бутиловый или изоамиловый, раствор гидросульфита натрия, раствор серной кислоты 0,1 М, раствор гидроксида натрия 0,1 М, раствор соляной кислоты, раствор перманганата калия, раствор пероксида водорода.

6.2.ТСО: компьютеры, мультимедийный проектор.

7.Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Типовой тест входного контроля.

1. Какой чувствительностью обладает флуориметрия?

а) $10^{-3} - 10^{-2}$ г/л;

б) $10^{-4} - 10^{-6}$ г/л;

в) $10^{-7} - 10^{-9}$ г/л;

г) $10^{-10} - 10^{-12}$ г/л;

д) $10^{-12} - 10^{-15}$ г/л.

2. Какой вид люминесценции получил наибольшее применение в фармацевтическом анализе?

а) резонансная люминесценция;

б) вынужденная люминесценция;

в) рекомбинантная люминесценция;

г) спонтанная люминесценция;

д) флуоресценция.

3. На чем основано применение количественного флуоресцентного анализа?

а) на зависимости оптической плотности от концентрации;

б) на зависимости между интенсивностью люминесценции и длиной волны УФ-излучения;

в) на пропорциональной зависимости интенсивности люминесценции и концентрации определяемого вещества в растворе.

7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия:

Флуоресцентный анализ (флуориметрия). Статья «Флуориметрия» (ОФС 42-0042-07). Сущность метода.

Характеристики флуоресценции: спектр флуоресценции, энергетический выход ϕ_e флуоресценции, квантовый выход ϕ флуоресценции.

Основные законы молекулярной флуоресценции: независимость спектров флуоресценции от длины волны возбуждающего, света закона Стокса – Ломмеля, правило зеркальной симметрии Левшина, закон Вавилова.

Применение флуориметрии в качественном анализе лекарственных средств.

Количественный флуоресцентный анализ лекарственных средств. Методы определения концентрации во флуоресцентном анализе: метод градуировочного графика, метод одного стандарта.

УИРС. Выступление студентов, подготовивших доклады по темам УИРС.

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов: нет

7.4. Самостоятельная работа студентов под руководством преподавателя.

1. Определение подлинности лекарственных веществ из класса витаминов с использованием метода флуориметрии (**флуоресцентной реакции**). (По указанию преподавателя).

1. Определение подлинности фолиевой кислоты

Методика проведения реакции: 0,01 г препарата растворяют в 5 мл 0,1М раствора гидроксида натрия, приливают 5 мл 0,1 М раствора соляной кислоты и 1 мл раствора перманганата калия. Раствор помещают на водяную баню с температурой 80-85°C. После охлаждения, к раствору прибавляют по каплям 0,2 мл раствора пероксида водорода и фильтруют. Фильтрат имеет голубую флуоресценцию в УФ-свете.

2. Определение подлинность тиамин хлорида.

Методика проведения реакции: 0,05 г препарата растворяют в 25 мл воды очищенной. К 5 мл раствора приливают 1 мл раствора гексацианоферрата (III) калия, 1 мл раствора гидроксида натрия, 5 мл бутилового или изоамилового спирта, хорошо встряхивают и дают отстояться. В верхнем слое

возникает синяя флуоресценция, наблюдаемая в УФ-свете. Флуоресценция исчезает при подкислении и вновь возникает при подщелачивании раствора.

3. Определение подлинность рибофлавина.

Методика проведения реакции: 0,001 г препарата растворяют в 100 мл воды. Раствор имеет яркую зеленовато-желтую окраску при дневном свете и зеленую флуоресценцию при облучении УФ-светом. Флуоресценция исчезает при добавлении растворов кислот и щелочей, а под действием гидросульфита натрия пропадает и флуоресценция, и зеленая окраска раствора.

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Материалы для контроля уровня освоения темы:

Типовые тесты выходного контроля

1. Как называются органические вещества, обладающие способностью люминесцировать?
 - а) хромофорами;
 - б) аусохромами;
 - в) органофорами;
 - г) люминофорами;
 - д) кристаллофорами.
2. В чем суть независимости спектров флуоресценции от длины волны возбуждающего света:
 - а) завершающий излучательный переход происходит всегда с одного энергетического уровня;
 - б) завершающий излучательный переход происходит с различных энергетических уровней;
 - в) завершающий излучательный переход происходит с ограниченного (постоянного) числа энергетических уровней.
3. Какие из приведенных веществ имеют флуоресценцию при УФ-облучении (после обработки окислителем – KMnO_4)?
 - а) ацетилсалициловая кислота;
 - б) фолиевая кислота;
 - в) кокаина гидрохлорид;
 - г) новокаина гидрохлорид;
 - д) дибазола гидрохлорид.
4. Какая из приведенных формул характеризует количественный люминесцентный анализ?

а) $\varphi_e = \frac{E_{lm}}{E_{abc}} ;$

б) $h \nu_{lm} = C ;$

в) $I_{lm} = k \cdot C ;$

г) $C = I_{lm} \cdot k .$

5. Какой формулой пользуются в фармацевтическом люминесцентном анализе?

а) $x = \frac{(n_2 - n_1) \cdot C}{(n_1 - n_2)} ;$

б) $x = \frac{(n_2 - n) \cdot C}{(n - n_1)} ;$

в) $x = \frac{(n - n_2) \cdot C}{(n_1 - n_2)}$, где x – содержание вещества в испытуемом растворе; C – концентрация раствора стандартного образца; n – показание флуориметра для испытуемого раствора; n_1 – показание флуориметра для раствора стандартного образца; n_2 – показание флуориметра для контрольного раствора.

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная лаборатория и др.

Литература:

Основная:

1. Беликов В.Г. Фармацевтическая химия. – Медпресс-информ: М., 2007.
2. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии. Под ред. Арзамасцева А.П. - Медицина: М., 2001.

Дополнительная:

1. Государственная фармакопея Российской Федерации, XII издание, Ч. 1., «Издательство Научный центр экспертизы средств медицинского применения» М., 2007.
2. Фармакопея США: USP 29. Национальный формуляр: NF 24: в 2-х т. + дополнение: пер. с англ.

3. Электронный ресурс: учебное пособие/ под ред. А.П. Арзамасцева. – М.: ГЭО – ТАР – Медиа, 2008. – 640 с. – Режим доступа: http://www.studmedlib.ru/book/ISPN_9785970407448.htm/.

ЗАНЯТИЕ № 3

Атомный спектральный анализ.

1. Тема и ее актуальность: атомно-абсорбционная спектроскопия (ААС) является одним из наиболее широко применяемых методов анализа микроэлементов. ААС представляет быстрый, доступный, дешевый и эффективный метод достаточной специфичности и чувствительности. Она является полезным дополнением к масс-спектрометрическому анализу. Обычно атомно-абсорбционный спектрометр настраивают для определения концентрации только одного элемента, в том числе и в сложных смесях. Это объясняется тем, что каждому элементу соответствуют определенные спектральные линии поглощения, хорошо разделяемые по длинам волн и интенсивности. В качестве источников света АА спектрометров используются так называемые лампы с полым катодом. В отличие от молекулярной оптической спектроскопии, где имеется возможность исследования твердых, жидких и газообразных образцов, в ААС требуется перевод атомов исследуемого образца в газообразную фазу. Это осуществляется либо простым испарением образца в пламени, либо беспламенным испарением в графитовой печи (беспламенная ячейка). Посредством пламенной ААС исследуются только жидкие образцы. А с помощью графитовой печи (электротермического атомизатора) могут быть исследованы жидкости, суспензии и даже твердые образцы. В пламенной ААС аэрозоль образца, содержащего определяемый элемент, смешивается с топливным газом типа ацетилена и воздуха и подается в пламя.

Атомно-абсорбционная спектроскопия применяется для качественного и количественного определения химических элементов в лекарственных средствах, биологических жидкостях, особенно там, где необходимо определять небольшие содержания элементов. Например, можно определять свинец, ртуть, висмут и др. элементы в биологической жидкости или лекарственном средстве при содержании 10^{-5} - $10^{-6}\%$. Погрешность анализа составляет около 5%.

2. Учебные цели: овладеть применением атомно-абсорбционной спектроскопии в фармацевтическом анализе.

- Для формирования профессиональных компетенций студент должен **знать:**
- принцип атомно-абсорбционной спектроскопии;

- расчеты интенсивности излучения, прошедшего через поглощающий слой;
- основные узлы приборов для атомно-абсорбционной спектроскопии;
- факторы, влияющие на интенсивность излучения;
- методы определения концентрации;
- применение атомно-абсорбционной спектроскопии в фармацевтическом анализе.
- Для формирования профессиональных компетенций студент должен **уметь:**
- проводить расчеты при количественном определении лекарственных средств методом атомно-абсорбционной спектроскопии;
- проводить оценку качества лекарственных препаратов методом атомно-абсорбционной спектроскопии по показателям количественного определения.

3.Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Теоретические основы метода атомно-абсорбционной спектроскопии.
2. Основные узлы приборов для атомно-абсорбционной спектроскопии.
3. Атомно-абсорбционная спектроскопия в анализе лекарственных средств: в испытаниях на чистоту и количественное определение.
4. Основные методы расчета количественного содержания: метод градуировочного графика, стандартных добавок, сравнение со стандартом.
5. Преимущества и ограничения метода атомно-абсорбционной спектроскопии. Предел обнаружения элементов и погрешность определения.

Учебно-исследовательская работа студентов по данной теме:

Решение ситуационной задачи

1. Образец животной ткани массой m г сожгли в муфельной печи, остаток растворили в HCl и разбавили раствором соли лантана до 5 мл для устранения мешающего влияния фосфат – ионов.

К четырем равным порциям анализируемого раствора добавили равные объемы стандартных растворов кальция, содержащих $c_0 = 0$; $c_1 = 2,0$; $c_2 = 4,0$; $c_3 = 8,0$ мкг/мл Ca и такое же количество соли лантана, как в анализируемом растворе. На атомно-абсорбционном спектрофотометре измерили оптическую плотность аналитической линии кальция (422,67 нм).

Вычислить концентрацию кальция (мкг/мл) в следующих образцах, используя построение градуировочного графика по методу добавок:

Вариант	m, г	Атомное поглощение			
		$A_{x/2}$	$A_{(x+c1)/2}$	$A_{(x+c2)/2}$	$A_{(x+c3)/2}$
1	0,15	0,050	0,116	0,185	0,320
2	0,20	0,075	0,150	0,226	0,380
3	0,25	0,110	0,185	0,260	0,410

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 3 академических часа.

6. Оснащение:

6.1. Дидактический материал:

Посуда и приборы:

Стандартное рабочее место на 2 студента

Дополнительно:

Атомно-абсорбционные спектры.

6.2. ТСО: компьютеры, мультимедийный проектор.

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Типовой тест входного контроля.

1. На чем основан метод атомно-абсорбционной спектрометрии?

1. на зависимости характеристического (резонансного) поглощения света от концентрации;
2. на зависимости поглощения от длины волны.

2. Что является источником излучения в методе атомно-абсорбционной спектрометрии?

1. лампы накаливания;
2. лампы с полым катодом.

3. Абсорбционный спектр атома представляет собой

1. набор узких линий
2. набор широких полос
3. комбинацию узких полос и широких линий
4. непрерывную кривую с максимумами

7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия:

1. Теоретические основы метода атомно-абсорбционной спектроскопии.
2. Основные узлы приборов для атомно-абсорбционной спектроскопии.

3. Атомно-абсорбционная спектроскопия в анализе лекарственных средств: в испытаниях на чистоту и количественное определение.
4. Основные методы расчета количественного содержания: метод градуировочного графика, стандартных добавок, сравнение со стандартом.

УИРС. Выступление студентов, подготовивших доклады по темам УИРС.

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов: - нет

7.4. Самостоятельная работа студентов под руководством преподавателя.

1. Проведение расчетов при определении примесей меди в кислоте аскорбиновой методом ААС.

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Материалы для контроля уровня освоения темы:

1. На чем основан метод атомно-абсорбционной спектрометрии?

А. на зависимости характеристического (резонансного) поглощения света от концентрации;

Б. на зависимости поглощения от длины волны.

2. Что является источником излучения в методе атомно-абсорбционной спектрометрии?

А. лампы накаливания;

Б. лампы с полым катодом.

В. Дейтериевые лампы

3. Абсорбционный спектр атома представляет собой

1. набор узких линий

2. набор широких полос

3. комбинацию узких полос и широких линий

4. непрерывную кривую с максимумами

4. Нагрев анализируемого образца до высокой температуры в методе атомно-абсорбционной спектроскопии используется:

1. только для его атомизации

2. только для ионизации атомов

3. только для возбуждения атомов

4. для атомизации с последующим возбуждением атомов

5. для атомизации с последующей ионизацией атомов

5. Какой из перечисленных ниже методов атомизации образца используется в атомно-абсорбционной спектроскопии:

- а) введение в пламя
- б) введение в дугу постоянного тока
- в) введение в дугу переменного тока
- г) с помощью искрового разряда
- д) ни один из перечисленных

6. Ввод анализируемого образца в пламя в методе фотометрии пламени используется:

- а) только для ионизации атомов
- б) только для возбуждения атомов
- в) для атомизации с последующей ионизацией атомов
- г) для атомизации с последующим возбуждением атомов

7. Аналитическим сигналом при проведении качественного атомно-абсорбционного анализа является:

- 1. Длины волн спектральных линий
- 2. Интенсивность спектральных линий
- 3. Ширина спектральных линий
- 4. Расстояние между спектральными линиями

8. Абсорбционная электронная спектроскопия являются

- 1. высокохарактеристичной
- 2. малохарактеристичной
- 3. широко распространенным методом качественного и количественного анализа
- 4. непригодной для количественного анализа
- 5. непригодной для целей прямого структурного анализа

9. Каковы пути повышения чувствительности метода атомно-абсорбционной спектрометрии?

- 1. использование экстракционного варианта метода;
- 2. применение графитовой кюветы в сочетании с экстракцией.

Ситуационные задачи.

1. При определении марганца в субстанции лекарственного средства методом добавок навеску массой 0,5000 г растворили и разбавили раствор до 200 мл. Отобрали четыре одинаковые порции раствора и к каждой порции добавили равные объемы стандартных растворов марганца, содержащих 0; 2; 4; 6 мкг/мл Mn.

На атомно-абсорбционном спектрофотометре измерили оптическую плотность для аналитической линии 279,48 нм, распыляя растворы в пламени ацетилен-воздух. Получили соответственно 0,225; 0,340; 0,455; 0,570.

Вычислите массовую долю марганцы в субстанции лекарственного средства.

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная лаборатория и др.

Литература:

Основная:

1. Беликов В.Г. Фармацевтическая химия. – Медпресс-информ: М., 2007.
2. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии. Под ред. Арзамасцева А.П. - Медицина: М., 2001.

Дополнительная:

1. Государственная фармакопея Российской Федерации, XII издание, Ч. 1., «Издательство Научный центр экспертизы средств медицинского применения» М., 2007.
2. Фармакопея США: USP 29. Национальный формуляр: NF 24: в 2-х т. + дополнение: пер. с англ.
3. Электронный ресурс: учебное пособие/ под ред. А.П. Арзамасцева. – М.: ГЭО – ТАР – Медиа, 2008. – 640 с. – Режим доступа: http://www.studmedlib.ru/book/ISPN_9785970407448.htm/.
4. Сильверстейн Р., Вебстер Ф., Кимл Д. Спектрометрическая идентификация органических соединений М., Бинوم. Лаборатория знаний 2011.
5. Преч Э., Бэр М., Афвольтер К. Определение строения органических соединений. Таблицы спектральных данных М., Мир, БИНОМ. Лаборатория знаний 2006.
6. ГФ XI, вып.1. Медицина: М., 1987.

Занятие № 4

Контрольная работа № 1

1. Тема и ее актуальность:

В настоящее время фармацевтический анализ лекарственных средств проводится на основе комплексного исследования их физических и химических свойств с широким применением современных инструментальных методов.

2. Учебные цели: контроль освоения современных методов анализа лекарственных средств.

Для формирования профессиональных компетенций студент должен **знать:**

- теоретические основы УФ- спектроскопии;
- применение УФ- спектроскопия в анализе лекарственных препаратов: в испытаниях на подлинность, в испытаниях на чистоту и количественном определении;
- природу возникновения флуоресценции;
- применение флуориметрии в анализе лекарственных препаратов: в испытаниях на подлинность, в испытаниях на чистоту и количественном определении;
- применение атомно-абсорбционной спектроскопии в фармацевтическом анализе;
- применение атомно-эмиссионной спектроскопии в фармацевтическом анализе.

Для формирования профессиональных компетенций студент должен **уметь:**

- проводить испытания на подлинность и на чистоту лекарственных препаратов методом УФ- спектроскопии;
- проводить количественное определение лекарственных средств методом УФ- спектроскопии;
- проводить оценку качества лекарственных препаратов методом УФ- спектроскопии по показателям подлинности и чистоты лекарственных средств и количественного содержания;
- проводить определение подлинности лекарственных препаратов с использованием флуориметрических реакций;

- проводить оценку качества лекарственных препаратов методом флуориметрии по показателям подлинности и чистоты лекарственных средств и количественного содержания;
- проводить оценку качества лекарственных препаратов методом атомноэмиссионной спектроскопии по показателям подлинности, чистоты и количественного определения лекарственных средств;
- проводить оценку качества лекарственных препаратов методом атомно-абсорбционной спектроскопии по показателям количественного определения лекарственных средств;

3.Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Основной закон светопоглощения (закон Бугера-Ламберта-Бера). Ограничения и условия применимости данного закона.
2. Возникновение электронных спектров поглощения в УФ-области. Основные электронные переходы. Спектры поглощения, их основные характеристики.
3. Влияние различных факторов на поглощение и интенсивность полного поглощения. Эффекты: батохромный, гипсохромный, гиперхромный, гипохромный.
4. УФ-спектроскопия, приборы, их основные узлы.
5. УФ- спектроскопия анализе лекарственных средств: в испытаниях на подлинность, в испытаниях на чистоту, в количественном определении лекарственных средств.
6. Основные методы расчета количественного содержания веществ в УФ-спектроскопии: метод градуировочного графика, метод одного стандарта, определение концентрации по удельному показателю поглощения, метод добавок стандарта.
7. Погрешности спектрофотометрического анализа.
8. Статья «Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях» (ОФС 42-0042-07). Применение УФ-спектроскопии в фармаанализе.
9. Люминесцентный анализ. Общие положения. Виды люминесценции и их классификация.
10. Флуоресцентный анализ (флуориметрия). Статья «Флуориметрия» (ОФС 42-0042-07).

11. Характеристики флуоресценции: спектр флуоресценции, энергетический выход ϕ_e флуоресценции, квантовый выход ϕ флуоресценции.
12. Основные законы молекулярной флуоресценции: независимость спектров флуоресценции от длины волны возбуждающего, света закона Стокса – Ломмеля, правило зеркальной симметрии Левшина, закон Вавилова.
13. Аппаратура, используемая в люминесцентном анализе.
14. Применение флуориметрии в качественном анализе лекарственных средств.
15. Количественный флуоресцентный анализ лекарственных средств. Методы определения концентрации во флуоресцентном анализе: метод градуировочного графика, метод одного стандарта.
16. Применение флуориметрии в фарманализе.
17. Теоретические основы методов атомной спектроскопии. Классификация методов.
18. Атомно-эмиссионная спектроскопия. Теоретические основы атомно-эмиссионного спектрального анализа. Атомно-эмиссионные линейчатые спектры и их происхождение.
19. Процессы ионизации спектральные приборы и способы регистрации спектра (визуальный, фотографический и фотоэлектрический).
20. Атомно-эмиссионная и атомно-абсорбционная спектрометрия (ОФС 42-0044-07).
21. Атомно-эмиссионная спектроскопия в анализе лекарственных средств: качественный анализ, испытания на чистоту и количественное определение.
22. Теоретические основы метода атомно-абсорбционной спектроскопии.
23. Основные узлы приборов для атомно-абсорбционной спектроскопии.
24. Атомно-абсорбционная спектроскопия в анализе лекарственных средств: в испытаниях на чистоту и количественное определение.
25. Основные методы расчета количественного содержания: метод градуировочного графика, стандартных добавок, сравнение со стандартом.
26. Преимущества и ограничения метода атомно-абсорбционной спектроскопии. Предел обнаружения элементов и погрешность определения.

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 3 академических часа.

6. Оснащение:

6.1. Дидактический материал. Нормативные документы и спектры лекарственных препаратов.

7.Содержание занятия:

7.1.Узловые вопросы, необходимые для освоения темы занятия:

1. УФ-спектроскопия. Теоретические основы метода. Основной закон светопоглощения (закон Бугера-Ламберта-Бера). Возникновение электронных спектров поглощения в УФ-области. Спектры поглощения, их основные характеристики.
2. УФ-спектроскопия в испытаниях на подлинность и чистоту лекарственных средств.
3. Основные методы расчета количественного содержания веществ в УФ-спектроскопии: метод градуировочного графика, метод одного стандарта, определение концентрации по удельному показателю поглощения.
4. Флуоресцентный анализ (флуориметрия). Сущность метода. Применение флуориметрии в фармацевтическом анализе лекарственных средств.
5. Атомно-эмиссионная спектроскопия. Теоретические основы атомно-эмиссионного спектрального анализа. Процессы ионизации спектральные приборы и способы регистрации спектра (визуальный, фотографический и фотоэлектрический). Атомно-эмиссионная спектроскопия в анализе лекарственных средств: качественный анализ, испытания на чистоту и количественное определение.
6. Теоретические основы метода атомно-абсорбционной спектроскопии. Основные узлы приборов для атомно-абсорбционной спектроскопии. Атомно-абсорбционная спектроскопия в анализе лекарственных средств: в испытаниях на чистоту и количественное определение. Основные методы расчета количественного содержания: метод градуировочного графика, стандартных добавок, сравнение со стандартом.

Типовые задачи к зачетному занятию:

1. Рассчитайте удельный показатель поглощения и оцените качество дигитоксина, если навеску дигитоксина массой 0,0201г растворили в 50 мл этанола, 5 мл этого раствора перенесли в мерную колбу на 50 мл и довели спиртом до метки. К 5 мл полученного раствора прибавляли 5 мл пикрата натрия. Средняя оптическая плотность полученного раствора при 495 нм

равна 0,440, толщина кюветы 10 мм. Удельный показатель поглощения должен быть 215-235. Содержание дигитоксина в препарате 99,8%.

2. Рассчитайте количественное содержание раствора папаверина гидрохлорида 2% для инъекций, если 1 мл раствора папаверина г/х помещают в мерную колбу на 100мл и доводят до метки 0,1 моль/л раствором соляной кислоты. 10 мл этого раствора переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят объем до метки 0,1 моль/л раствором соляной кислоты. Измеренная средняя оптическая плотность на спектрофотометре при 309нм в кювете с толщиной слоя 10 мм равна 0,473. Измеренная параллельно, при тех же условиях, средняя оптическая плотность стандартного раствора равна 0,486. В 1мл раствора стандартного образца содержится 0,00002 г папаверина г/х.

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Литература:

Основная:

1. Беликов В.Г. Фармацевтическая химия. – Медпресс-информ: М., 2007.
2. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии. Под ред. Арзамасцева А.П. - Медицина: М., 2001.

Дополнительная:

1. Государственная фармакопея Российской Федерации, XII издание, Ч. 1., «Издательство Научный центр экспертизы средств медицинского применения» М., 2007.
2. Фармакопея США: USP 29. Национальный формуляр: NF 24: в 2-х т. + дополнение: пер. с англ.
3. Электронный ресурс: учебное пособие/ под ред. А.П. Арзамасцева. – М.: ГЭО – ТАР – Медиа, 2008. – 640 с. – Режим доступа: http://www.studmedlib.ru/book/ISPN_9785970407448.htm/.
4. Сильверстейн Р., Вебстер Ф., Кимл Д. Спектрометрическая идентификация органических соединений М., Бинوم. Лаборатория знаний 2011.
5. Преч Э., Бэр М., Аффольтер К. Определение строения органических соединений. Таблицы спектральных данных М., Мир, БИНОМ. Лаборатория знаний 2006.
6. ГФ XI, вып.1. Медицина: М., 1987.

ЗАНЯТИЕ № 5

Хроматографические методы анализа. Хроматография на бумаге, тонкослойная хроматография.

1. Тема и ее актуальность. Хроматография – физико-химический метод разделения и анализа смесей, основанный на различном распределении компонентов между двумя несмешивающимися фазами – подвижной (элюент) и неподвижной (носитель). Существует большое разнообразие хроматографических методов. Широкое применение в анализе различных соединений и их смесей нашли методы тонкослойной хроматографии, газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии.

В газожидкостной хроматографии пары анализируемой пробы распределяются между неподвижной жидкой и подвижной газообразной фазами. В качестве подвижной фазы обычно используют азот, водород, гелий, аргон. Неподвижной фазой являются инертные пористые носители, пропитанные жидкой фазой, которые помещают в специальные хроматографические колонки из металла или стекла. Обнаружение зон разделенных веществ осуществляют с помощью детекторов, работа которых основана на различных физико-химических принципах.

Разновидностью газожидкостной хроматографии является капиллярная хроматография, когда жидкая фаза наносится на внутреннюю поверхность длинной капиллярной колонки.

Газожидкостная хроматография применяется для анализа летучих веществ или веществ, которые могут быть переведены в газообразное состояние без разложения.

Таким образом, знание хроматографических методов анализа, газожидкостной хроматографии необходимо для дальнейшего изучения фармацевтической химии.

2. Учебные цели: овладение методами хроматографического анализа, метода газожидкостной хроматографии.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- хроматографические методы анализа, классификация;
- газовая хроматография: газожидкостная, газоадсорбционная. Сущность метода.

- параметры удерживания, параметры разделения в ГЖХ. Методы количественной обработки хроматограмм.

-жидкостная хроматография, ВЭЖХ, сущность метода, применение.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **владеть и уметь:**

- анализировать данные ГЖХ;

- и овладеть следующими **компетенциями:** ОК-1, ОК-5, ОПК-5, ОПК-7, ОПК-8, ПК-1, ПК-10, ПК-12, ПК-22, ТФ А/01.7, А/02.7, А/03.7, А/04.7, А/05.7.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Хроматография, сущность метода.

2. Классификация хроматографических методов по механизму разделения: адсорбционная, распределительная, ионообменная, хемихроматография (осадочная и др.), эксклюзионная (ситовая, гель-хроматография). Краткая характеристика.

3. Классификация хроматографических методов анализа: по агрегатному состоянию фаз, по технике эксперимента, по способу относительного перемещения фаз. Краткая характеристика.

4. Тонкослойная хроматография. Сущность метода, механизм разделения. Коэффициент подвижности, относительный коэффициент подвижности, коэффициент разделения, степень разделения.

5. Техника эксперимента, материалы и растворители в тонкослойной хроматографии.

6. Бумажная хроматография. Сущность метода, механизм разделения.

7. Применение тонкослойной и бумажной хроматографии в фармацевтическом анализе.

1. Задачи (см. Харитонов, Ю.Я. Аналитическая химия - М.: Высшая школа, 2001.- Кн. 2. стр.438-442, Примеры решения задач по ГЖХ).

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 3 академических часов.

6. Оснащение:

ГФ, хроматограммы ГЖХ, слайды.

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Задания для самоконтроля: решение обучающимися индивидуальных наборов тестовых заданий по теме:

Задание 1. Хроматография, основанная на различной способности разделяемых ионов к обмену с ионами неподвижной фазы, по механизму разделения относится к

- А) адсорбционной хроматографии
- Б) распределительной хроматографии
- В) ионообменной хроматографии
- Г) хемихроматографии
- Д) эксклюзионной хроматографии

Задание 2. Хроматография, основанная на различном распределении разделяемых веществ между жидкими несмешивающимися подвижной и неподвижной фазами, по механизму разделения относится к

- А) адсорбционной хроматографии
- Б) распределительной хроматографии
- В) ионообменной хроматографии
- Г) хемихроматографии
- Д) эксклюзионной хроматографии

Задание 3. Хроматография, основанная на неодинаковой способности разделяемых веществ к адсорбции на поверхности неподвижной фазы, по механизму разделения относится к

- А) адсорбционной хроматографии
- Б) распределительной хроматографии
- В) ионообменной хроматографии
- Г) хемихроматографии
- Д) эксклюзионной хроматографии

Задание 4. Подвижная фаза в жидкостной адсорбционной хроматографии

- А) твердое тело
- Б) жидкость
- В) газ
- Г) адсорбент
- Д) ионит

Задание 5. Неподвижная фаза в газожидкостной хроматографии

- А) твердое тело
- Б) жидкость

- В) газ
- Г) элюент
- Д) элюат

Задание 6. Неподвижная фаза в жидкостной распределительной хроматографии

- А) твердое тело
- Б) жидкость
- В) газ
- Г) элюент
- Д) элюат

Задание 7. Подвижная фаза в высокоэффективной жидкостной хроматографии

- А) твердое тело
- Б) жидкость
- В) газ
- Г) адсорбент
- Д) ионит

Задание 8. Подвижная фаза в жидкостной распределительной хроматографии

- А) твердое тело
- Б) жидкость
- В) газ
- Г) адсорбент
- Д) ионит

Задание 9. Показатели, используемые в качественном анализе веществ в методе газовой хроматографии

- А) площадь пика на хроматограмме
- Б) высота пика на хроматограмме
- В) время удерживания
- Г) расстояние удерживания
- Д) ширина пика

Задание 10. Показатели, используемые в количественном анализе веществ в методе газовой хроматографии

- А) площадь пика на хроматограмме
- Б) высота пика на хроматограмме

- В) время удерживания
- Г) расстояние удерживания
- Д) ширина пика

7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия.

1. Хроматография, сущность метода.

2. Классификация хроматографических методов по механизму разделения: адсорбционная, распределительная, ионообменная, хемихроматография (осадочная и др.), эксклюзионная (ситовая, гель-хроматография). Краткая характеристика.

3. Классификация хроматографических методов анализа: по агрегатному состоянию фаз, по технике эксперимента, по способу относительного перемещения фаз. Краткая характеристика.

4. Тонкослойная хроматография. Сущность метода, механизм разделения. Коэффициент подвижности, относительный коэффициент подвижности, коэффициент разделения, степень разделения.

5. Техника эксперимента, материалы и растворители в тонкослойной хроматографии.

6. Бумажная хроматография. Сущность метода, механизм разделения.

7. Применение тонкослойной и бумажной хроматографии в фармацевтическом анализе.

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов по данной теме.

7.4. Самостоятельная работа обучающихся под контролем преподавателя.

Провести анализ предложенной хроматограммы (ГЖХ) органического соединения, определить параметры удерживания, параметры разделения веществ, провести качественный и количественный анализ вещества по данным ГЖХ. Оформить протокол анализа.

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Подготовка к выполнению практических приемов по теме занятия.

Материалы для контроля уровня освоения темы:

Типовой вариант выходного контроля.

1. Методы количественной обработки хроматограмм;

2. Жидкостная хроматография, ВЭЖХ. Сущность метода, применение

Ситуационные задачи:

Решение задач по количественному анализу в ГЖХ. (Харитонов Ю.Я., Аналитическая химия - М.: Высшая школа, 2001.- Кн. 2. стр.442-445).

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная комната для самостоятельной работы обучающихся, учебная лаборатория и др.

Учебно-исследовательская работа обучающихся по данной теме:

Работа с основной и дополнительной литературой. На примере частной фармакопейной статьи ГФ изучить применение ГЖХ и ВЭЖХ в анализе лекарственных веществ.

Литература:

Основная:

1. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
2. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.
3. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.

Дополнительная:

4. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
5. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
6. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

ЗАНЯТИЕ №6

Газовая хроматография.

1. Тема и ее актуальность. Хроматография – физико-химический метод разделения и анализа смесей, основанный на различном распределении компонентов между двумя несмешивающимися фазами – подвижной (элюент) и неподвижной (носитель). Существует большое разнообразие хроматографических методов. Широкое применение в анализе различных соединений и их смесей нашли методы тонкослойной хроматографии, газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии.

В газожидкостной хроматографии пары анализируемой пробы распределяются между неподвижной жидкой и подвижной газообразной фазами. В качестве подвижной фазы обычно используют азот, водород, гелий, аргон. Неподвижной фазой являются инертные пористые носители, пропитанные жидкой фазой, которые помещают в специальные хроматографические колонки из металла или стекла. Обнаружение зон разделенных веществ осуществляют с помощью детекторов, работа которых основана на различных физико-химических принципах.

Разновидностью газожидкостной хроматографии является капиллярная хроматография, когда жидкая фаза наносится на внутреннюю поверхность длинной капиллярной колонки.

Газожидкостная хроматография применяется для анализа летучих веществ или веществ, которые могут быть переведены в газообразное состояние без разложения.

Таким образом, знание хроматографических методов анализа, газожидкостной хроматографии необходимо для дальнейшего изучения фармацевтической химии.

2. Учебные цели: овладение методами хроматографического анализа, метода газожидкостной хроматографии.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- хроматографические методы анализа, классификация;
- газовая хроматография: газожидкостная, газоадсорбционная. Сущность метода.

- параметры удерживания, параметры разделения в ГЖХ. Методы количественной обработки хроматограмм.

- жидкостная хроматография, ВЭЖХ, сущность метода, применение.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **владеть и уметь:**

- анализировать данные ГЖХ;

- и овладеть следующими **компетенциями:** ОК-1, ОК-5, ОПК-5, ОПК-7, ОПК-8, ПК-1, ПК-10, ПК-12, ПК-22, ТФ А/01.7, А/02.7, А/03.7, А/04.7, А/05.7.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Хроматографические методы анализа, сущность, классификация.

2. Газовая хроматография: газожидкостная, газоадсорбционная. Сущность методов.

3. Блок-схема газового хроматографа. Подвижная фаза, типы колонок, детекторы.

4. Газожидкостная хроматограмма. Время удерживания, исправленное время удерживания, относительное время удерживания и другие параметры удерживания в ГЖХ (расстояние удерживания, объём удерживания).

5. Параметры разделения в ГЖХ: степень разделения, коэффициент разделения. Эффективность хроматографической колонки: число теоретических тарелок; высота, эквивалентная теоретической тарелке.

6. Влияние температуры на разделение веществ в ГЖХ.

7. Методы, используемые в качественном анализе веществ в ГЖХ: по времени удерживания, с использованием веществ-свидетелей (метод внешнего стандарта), относительных удерживаний (метод внутреннего стандарта).

8. Методы, используемые в количественном анализе веществ в ГЖХ: внутренней нормализации, абсолютной градуировки (метод внешнего стандарта), метод внутреннего стандарта.

9. Применение ГЖХ.

10. Задачи (см. Харитонов, Ю.Я. Аналитическая химия - М.: Высшая школа, 2001.- Кн. 2. стр.438-442, Примеры решения задач по ГЖХ).

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 3 академических часов.

6. Оснащение:

ГФ, хроматограммы ГЖХ, слайды.

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Задания для самоконтроля: решение обучающимися индивидуальных наборов тестовых заданий по теме:

Задание 1. Хроматография, основанная на различной способности разделяемых ионов к обмену с ионами неподвижной фазы, по механизму разделения относится к

- А) адсорбционной хроматографии
- Б) распределительной хроматографии
- В) ионообменной хроматографии
- Г) хемихроматографии
- Д) эксклюзионной хроматографии

Задание 2. Хроматография, основанная на различном распределении разделяемых веществ между жидкими несмешивающимися подвижной и неподвижной фазами, по механизму разделения относится к

- А) адсорбционной хроматографии
- Б) распределительной хроматографии
- В) ионообменной хроматографии
- Г) хемихроматографии
- Д) эксклюзионной хроматографии

Задание 3. Хроматография, основанная на неодинаковой способности разделяемых веществ к адсорбции на поверхности неподвижной фазы, по механизму разделения относится к

- А) адсорбционной хроматографии
- Б) распределительной хроматографии
- В) ионообменной хроматографии
- Г) хемихроматографии
- Д) эксклюзионной хроматографии

Задание 4. Подвижная фаза в жидкостной адсорбционной хроматографии

- А) твердое тело
- Б) жидкость
- В) газ
- Г) адсорбент
- Д) ионит

Задание 5. Неподвижная фаза в газожидкостной хроматографии

- А) твердое тело
- Б) жидкость
- В) газ
- Г) элюент
- Д) элюат

Задание 6. Неподвижная фаза в жидкостной распределительной хроматографии

- А) твердое тело
- Б) жидкость
- В) газ
- Г) элюент
- Д) элюат

Задание 7. Подвижная фаза в высокоэффективной жидкостной хроматографии

- А) твердое тело
- Б) жидкость
- В) газ
- Г) адсорбент
- Д) ионит

Задание 8. Подвижная фаза в жидкостной распределительной хроматографии

- А) твердое тело
- Б) жидкость
- В) газ
- Г) адсорбент
- Д) ионит

Задание 9. Показатели, используемые в качественном анализе веществ в методе газовой хроматографии

- А) площадь пика на хроматограмме
- Б) высота пика на хроматограмме
- В) время удерживания
- Г) расстояние удерживания
- Д) ширина пика

Задание 10. Показатели, используемые в количественном анализе веществ в методе газовой хроматографии

- А) площадь пика на хроматограмме
- Б) высота пика на хроматограмме
- В) время удерживания
- Г) расстояние удерживания
- Д) ширина пика

7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия.

1. 1.Хроматографические методы анализа, сущность, классификация.
2. Газовая хроматография: газожидкостная, газоадсорбционная. Сущность методов.
3. Блок-схема газового хроматографа. Подвижная фаза, типы колонок, детекторы.
4. Газожидкостная хроматограмма. Время удерживания, исправленное время удерживания, относительное время удерживания и другие параметры удерживания в ГЖХ (расстояние удерживания, объём удерживания).
5. Параметры разделения в ГЖХ: степень разделения, коэффициент разделения. Эффективность хроматографической колонки: число теоретических тарелок; высота, эквивалентная теоретической тарелке.
6. Влияние температуры на разделение веществ в ГЖХ.
7. Методы, используемые в качественном анализе веществ в ГЖХ: по времени удерживания, с использованием веществ-свидетелей (метод внешнего стандарта), относительных удерживаний (метод внутреннего стандарта).
8. Методы, используемые в количественном анализе веществ в ГЖХ: внутренней нормализации, абсолютной градуировки (метод внешнего стандарта), метод внутреннего стандарта.
9. Применение ГЖХ.
10. .

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов по данной теме.

7.4. Самостоятельная работа обучающихся под контролем преподавателя.

Провести анализ предложенной хроматограммы (ГЖХ) органического соединения, определить параметры удерживания, параметры разделения веществ, провести качественный и количественный анализ вещества по данным ГЖХ. Оформить протокол анализа.

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Подготовка к выполнению практических приемов по теме занятия.

Материалы для контроля уровня освоения темы:

Типовой вариант выходного контроля.

1. Методы количественной обработки хроматограмм;

2. Жидкостная хроматография, ВЭЖХ. Сущность метода, применение

Ситуационные задачи:

Решение задач по количественному анализу в ГЖХ. (Харитонов Ю.Я., Аналитическая химия - М.: Высшая школа, 2001.- Кн. 2. стр.442-445).

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная комната для самостоятельной работы обучающихся, учебная лаборатория и др.

Учебно-исследовательская работа обучающихся по данной теме:

Работа с основной и дополнительной литературой. На примере частной фармакопейной статьи ГФ изучить применение ГЖХ и ВЭЖХ в анализе лекарственных веществ.

Литература:

Основная:

7. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
8. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.
9. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.

Дополнительная:

10. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.

11. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
12. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

ЗАНЯТИЕ № 7

Высокоэффективная жидкостная хроматография.

1. Тема и ее актуальность. Хроматография – физико-химический метод разделения и анализа смесей, основанный на различном распределении компонентов между двумя несмешивающимися фазами – подвижной (элюент) и неподвижной (носитель). Существует большое разнообразие хроматографических методов. Широкое применение в анализе различных соединений и их смесей нашли методы тонкослойной хроматографии, газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии.

В газожидкостной хроматографии пары анализируемой пробы распределяются между неподвижной жидкой и подвижной газообразной фазами. В качестве подвижной фазы обычно используют азот, водород, гелий, аргон. Неподвижной фазой являются инертные пористые носители, пропитанные жидкой фазой, которые помещают в специальные хроматографические колонки из металла или стекла. Обнаружение зон разделенных веществ осуществляют с помощью детекторов, работа которых основана на различных физико-химических принципах.

Разновидностью газожидкостной хроматографии является капиллярная хроматография, когда жидкая фаза наносится на внутреннюю поверхность длинной капиллярной колонки.

Газожидкостная хроматография применяется для анализа летучих веществ или веществ, которые могут быть переведены в газообразное состояние без разложения.

Таким образом, знание хроматографических методов анализа, газожидкостной хроматографии необходимо для дальнейшего изучения фармацевтической химии.

2. Учебные цели: овладение методами хроматографического анализа, метода газожидкостной хроматографии.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- хроматографические методы анализа, классификация;
- газовая хроматография: газожидкостная, газоадсорбционная. Сущность метода.

- параметры удерживания, параметры разделения в ГЖХ. Методы количественной обработки хроматограмм.

- жидкостная хроматография, ВЭЖХ, сущность метода, применение.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **владеть и уметь:**

- анализировать данные ГЖХ;

- и овладеть следующими **компетенциями:** ОК-1, ОК-5, ОПК-5, ОПК-7, ОПК-8, ПК-1, ПК-10, ПК-12, ПК-22, ТФ А/01.7, А/02.7, А/03.7, А/04.7, А/05.7.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Хроматография, сущность метода.

2. Классификация хроматографических методов по механизму разделения: адсорбционная, распределительная, ионообменная, хемихроматография (осадочная и др.), эксклюзионная (ситовая, гель-хроматография). Краткая характеристика.

3. Классификация хроматографических методов анализа: по агрегатному состоянию фаз, по технике эксперимента, по способу относительного перемещения фаз. Краткая характеристика.

4. Жидкостная хроматография, ВЭЖХ. Сущность метода. Применение ВЭЖХ.

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 3 академических часов.

6. Оснащение:

ГФ, хроматограммы ГЖХ, слайды.

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Задания для самоконтроля: решение обучающимися индивидуальных наборов тестовых заданий по теме:

Задание 1. Хроматография, основанная на различной способности разделяемых ионов к обмену с ионами неподвижной фазы, по механизму разделения относится к

А) адсорбционной хроматографии

Б) распределительной хроматографии

В) ионообменной хроматографии

Г) хемихроматографии

Д) эксклюзионной хроматографии

Задание 2. Хроматография, основанная на различном распределении разделяемых веществ между жидкими несмешивающимися подвижной и неподвижной фазами, по механизму разделения относится к

А) адсорбционной хроматографии

Б) распределительной хроматографии

В) ионообменной хроматографии

Г) хемихроматографии

Д) эксклюзионной хроматографии

Задание 3. Хроматография, основанная на неодинаковой способности разделяемых веществ к адсорбции на поверхности неподвижной фазы, по механизму разделения относится к

А) адсорбционной хроматографии

Б) распределительной хроматографии

В) ионообменной хроматографии

Г) хемихроматографии

Д) эксклюзионной хроматографии

Задание 4. Подвижная фаза в жидкостной адсорбционной хроматографии

А) твердое тело

Б) жидкость

В) газ

Г) адсорбент

Д) ионит

Задание 5. Неподвижная фаза в газожидкостной хроматографии

А) твердое тело

Б) жидкость

В) газ

Г) элюент

Д) элюат

Задание 6. Неподвижная фаза в жидкостной распределительной хроматографии

А) твердое тело

Б) жидкость

В) газ

Г) элюент

Д) элюат

Задание 7. Подвижная фаза в высокоэффективной жидкостной хроматографии

А) твердое тело

Б) жидкость

В) газ

Г) адсорбент

Д) ионит

Задание 8. Подвижная фаза в жидкостной распределительной хроматографии

А) твердое тело

Б) жидкость

В) газ

Г) адсорбент

Д) ионит

Задание 9. Показатели, используемые в качественном анализе веществ в методе газовой хроматографии

А) площадь пика на хроматограмме

Б) высота пика на хроматограмме

В) время удерживания

Г) расстояние удерживания

Д) ширина пика

Задание 10. Показатели, используемые в количественном анализе веществ в методе газовой хроматографии

А) площадь пика на хроматограмме

Б) высота пика на хроматограмме

В) время удерживания

Г) расстояние удерживания

Д) ширина пика

7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия.

11. Хроматографические методы анализа, сущность, классификация.

12. Газовая хроматография: газожидкостная, газоадсорбционная. Сущность методов.

13. Газожидкостная хроматограмма. Время удерживания, исправленное время удерживания, относительное время удерживания и другие параметры удерживания в ГЖХ (расстояние удерживания, объём удерживания).

14. Параметры разделения в ГЖХ: степень разделения, коэффициент разделения. Эффективность хроматографической колонки: число теоретических тарелок; высота, эквивалентная теоретической тарелке.

15. Влияние температуры на разделение веществ в ГЖХ.

16. Методы, используемые в качественном анализе веществ в ГЖХ: по времени удерживания, с использованием веществ-свидетелей (метод внешнего стандарта), относительных удерживаний (метод внутреннего стандарта).

17. Методы, используемые в количественном анализе веществ в ГЖХ: внутренней нормализации, абсолютной градуировки (метод внешнего стандарта), метод внутреннего стандарта.

18. Применение ГЖХ.

19. Жидкостная хроматография, ВЭЖХ. Сущность метода. Применение ВЭЖХ.

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов по данной теме.

7.4. Самостоятельная работа обучающихся под контролем преподавателя.

Провести анализ предложенной хроматограммы (ГЖХ) органического соединения, определить параметры удерживания, параметры разделения веществ, провести качественный и количественный анализ вещества по данным ГЖХ. Оформить протокол анализа.

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Подготовка к выполнению практических приемов по теме занятия.

Материалы для контроля уровня освоения темы:

Типовой вариант выходного контроля.

1. Методы количественной обработки хроматограмм;

2. Жидкостная хроматография, ВЭЖХ. Сущность метода, применение

Ситуационные задачи:

Решение задач по количественному анализу в ГЖХ. (Харитонов Ю.Я., Аналитическая химия - М.: Высшая школа, 2001.- Кн. 2. стр.442-445).

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная комната для самостоятельной работы обучающихся, учебная лаборатория и др.

Учебно-исследовательская работа обучающихся по данной теме:

Работа с основной и дополнительной литературой. На примере частной фармакопейной статьи ГФ изучить применение ГЖХ и ВЭЖХ в анализе лекарственных веществ.

Литература:

Основная:

13. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
14. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.
15. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.

Дополнительная:

16. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
17. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
18. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

ЗАНЯТИЕ № 8

Ионообменная хроматография.

1. Тема и ее актуальность. Хроматография – физико-химический метод разделения и анализа смесей, основанный на различном распределении компонентов между двумя несмешивающимися фазами – подвижной (элюент) и неподвижной (носитель). Существует большое разнообразие хроматографических методов. Широкое применение в анализе различных соединений и их смесей нашли методы тонкослойной хроматографии, газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии.

В газожидкостной хроматографии пары анализируемой пробы распределяются между неподвижной жидкой и подвижной газообразной фазами. В качестве подвижной фазы обычно используют азот, водород, гелий, аргон. Неподвижной фазой являются инертные пористые носители, пропитанные жидкой фазой, которые помещают в специальные хроматографические колонки из металла или стекла. Обнаружение зон разделенных веществ осуществляют с помощью детекторов, работа которых основана на различных физико-химических принципах.

Разновидностью газожидкостной хроматографии является капиллярная хроматография, когда жидкая фаза наносится на внутреннюю поверхность длинной капиллярной колонки.

Газожидкостная хроматография применяется для анализа летучих веществ или веществ, которые могут быть переведены в газообразное состояние без разложения.

Таким образом, знание хроматографических методов анализа, газожидкостной хроматографии необходимо для дальнейшего изучения фармацевтической химии.

2. Учебные цели: овладение методами хроматографического анализа, метода газожидкостной хроматографии.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- хроматографические методы анализа, классификация;
- газовая хроматография: газожидкостная, газоадсорбционная. Сущность метода.

- параметры удерживания, параметры разделения в ГЖХ. Методы количественной обработки хроматограмм.

- жидкостная хроматография, ВЭЖХ, сущность метода, применение.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **владеть и уметь:**

- анализировать данные ГЖХ;

- и овладеть следующими **компетенциями:** ОК-1, ОК-5, ОПК-5, ОПК-7, ОПК-8, ПК-1, ПК-10, ПК-12, ПК-22, ТФ А/01.7, А/02.7, А/03.7, А/04.7, А/05.7.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Хроматография, сущность метода.

2. Классификация хроматографических методов по механизму разделения: адсорбционная, распределительная, ионообменная, хемихроматография (осадочная и др.), эксклюзионная (ситовая, гель-хроматография). Краткая характеристика.

3. Классификация хроматографических методов анализа: по агрегатному состоянию фаз, по технике эксперимента, по способу относительного перемещения фаз. Краткая характеристика.

4. Тонкослойная хроматография. Сущность метода, механизм разделения. Коэффициент подвижности, относительный коэффициент подвижности, коэффициент разделения, степень разделения.

5. Техника эксперимента, материалы и растворители в тонкослойной хроматографии.

6. Бумажная хроматография. Сущность метода, механизм разделения.

7. Применение тонкослойной и бумажной хроматографии в фармацевтическом анализе.

11. Задачи (см. Харитонов, Ю.Я. Аналитическая химия - М.: Высшая школа, 2001.- Кн. 2. стр.438-442, Примеры решения задач по ГЖХ).

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 3 академических часов.

6. Оснащение:

ГФ, хроматограммы ГЖХ, слайды.

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Задания для самоконтроля: решение обучающимися индивидуальных наборов тестовых заданий по теме:

Задание 1. Хроматография, основанная на различной способности разделяемых ионов к обмену с ионами неподвижной фазы, по механизму разделения относится к

- А) адсорбционной хроматографии
- Б) распределительной хроматографии
- В) ионообменной хроматографии
- Г) хемихроматографии
- Д) эксклюзионной хроматографии

Задание 2. Хроматография, основанная на различном распределении разделяемых веществ между жидкими несмешивающимися подвижной и неподвижной фазами, по механизму разделения относится к

- А) адсорбционной хроматографии
- Б) распределительной хроматографии
- В) ионообменной хроматографии
- Г) хемихроматографии
- Д) эксклюзионной хроматографии

Задание 3. Хроматография, основанная на неодинаковой способности разделяемых веществ к адсорбции на поверхности неподвижной фазы, по механизму разделения относится к

- А) адсорбционной хроматографии
- Б) распределительной хроматографии
- В) ионообменной хроматографии
- Г) хемихроматографии
- Д) эксклюзионной хроматографии

Задание 4. Подвижная фаза в жидкостной адсорбционной хроматографии

- А) твердое тело
- Б) жидкость
- В) газ
- Г) адсорбент
- Д) ионит

Задание 5. Неподвижная фаза в газожидкостной хроматографии

- А) твердое тело
- Б) жидкость

- В) газ
- Г) элюент
- Д) элюат

Задание 6. Неподвижная фаза в жидкостной распределительной хроматографии

- А) твердое тело
- Б) жидкость
- В) газ
- Г) элюент
- Д) элюат

Задание 7. Подвижная фаза в высокоэффективной жидкостной хроматографии

- А) твердое тело
- Б) жидкость
- В) газ
- Г) адсорбент
- Д) ионит

Задание 8. Подвижная фаза в жидкостной распределительной хроматографии

- А) твердое тело
- Б) жидкость
- В) газ
- Г) адсорбент
- Д) ионит

Задание 9. Показатели, используемые в качественном анализе веществ в методе газовой хроматографии

- А) площадь пика на хроматограмме
- Б) высота пика на хроматограмме
- В) время удерживания
- Г) расстояние удерживания
- Д) ширина пика

Задание 10. Показатели, используемые в количественном анализе веществ в методе газовой хроматографии

- А) площадь пика на хроматограмме
- Б) высота пика на хроматограмме

- В) время удерживания
- Г) расстояние удерживания
- Д) ширина пика

7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия.

1. Хроматография, сущность метода.
2. Классификация хроматографических методов по механизму разделения: адсорбционная, распределительная, ионообменная, хемихроматография (осадочная и др.), эксклюзионная (ситовая, гель-хроматография). Краткая характеристика.
3. Классификация хроматографических методов анализа: по агрегатному состоянию фаз, по технике эксперимента, по способу относительного перемещения фаз. Краткая характеристика.
4. Тонкослойная хроматография. Сущность метода, механизм разделения. Коэффициент подвижности, относительный коэффициент подвижности, коэффициент разделения, степень разделения.
5. Техника эксперимента, материалы и растворители в тонкослойной хроматографии.
6. Бумажная хроматография. Сущность метода, механизм разделения.
7. Применение тонкослойной и бумажной хроматографии в фармацевтическом анализе.

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов по данной теме.

7.4. Самостоятельная работа обучающихся под контролем преподавателя.

Провести анализ предложенной хроматограммы (ГЖХ) органического соединения, определить параметры удерживания, параметры разделения веществ, провести качественный и количественный анализ вещества по данным ГЖХ. Оформить протокол анализа.

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Подготовка к выполнению практических приемов по теме занятия.

Материалы для контроля уровня освоения темы:

Типовой вариант выходного контроля.

1. Методы количественной обработки хроматограмм;
2. Жидкостная хроматография, ВЭЖХ. Сущность метода, применение

Ситуационные задачи:

Решение задач по количественному анализу в ГЖХ. (Харитонов Ю.Я., Аналитическая химия - М.: Высшая школа, 2001.- Кн. 2. стр.442-445).

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная комната для самостоятельной работы обучающихся, учебная лаборатория и др.

Учебно-исследовательская работа обучающихся по данной теме:

Работа с основной и дополнительной литературой. На примере частной фармакопейной статьи ГФ изучить применение ГЖХ и ВЭЖХ в анализе лекарственных веществ.

Литература:

Основная:

19. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
20. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.
21. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.

Дополнительная:

22. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
23. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
24. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

ЗАНЯТИЕ № 9

Электрохимические методы анализа. Потенциометрия

1. Тема и ее актуальность. Электрохимические методы в количественном анализе базируются на использовании зависимостей величин измеряемых параметров электрохимических процессов (разность электрических потенциалов, ток, количество электричества) от содержания определяемого вещества в анализируемом растворе, участвующего в данном электрохимическом процессе.

Потенциометрия относится к методам без наложения внешнего потенциала. Источником электрической энергии служит сама электрохимическая система, представляющая собой гальванический элемент.

Потенциометрия основана на измерении ЭДС и электродных потенциалов как функции концентрации анализируемого раствора. Для потенциометрического определения концентрации вещества в растворе применяют как прямую потенциометрию, так и потенциометрическое титрование. Метод прямой потенциометрии (ионометрия) применяется для определения концентрации ионов водорода (рН растворов), анионов, ионов металлов. Большую роль при использовании прямой потенциометрии играют выбор подходящего индикаторного электрода и точное измерение равновесного потенциала.

Потенциометрическое титрование – способ определения объема титранта, затраченного на титрование определяемого вещества в анализируемом растворе, путем измерения ЭДС в процессе титрования с помощью гальванической цепи, составленной из индикаторного электрода и электрода сравнения. Потенциометрическое титрование является безиндикаторным методом и применяется во всех типах титрования: кислотно-основном, окислительно-восстановительном, комплексиметрическом, осадительном. Метод обладает высокой точностью, большой чувствительностью, позволяет проводить титрование в мутных, окрашенных, неводных средах, отдельно определять компоненты смеси в одном анализируемом растворе.

Универсальность, объективность, экспрессность, возможность автоматизации процесса делают потенциометрию перспективным методом.

Таким образом, знание теоретических основ и практического применения потенциометрического анализа необходимо для дальнейшего изучения фармацевтической химии.

2. Учебные цели: овладение электрохимическими методами анализа, метода потенциометрии.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- электрохимические методы, классификацию;
- потенциометрию, сущность метода;
- определение концентрации в прямой потенциометрии, применение;
- потенциометрическое титрование, сущность, кривые потенциометрического титрования, применение.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **владеть и уметь:**

- работать на рН-метре;
- проводить расчеты в потенциометрии (Е, С%);
- измерять рН исследуемых растворов;
- и овладеть следующими **компетенциями:** ОК-1, ОК-5, ОПК-5, ОПК-7, ОПК-8, ПК-1, ПК-10, ПК-12, ПК-22, ТФ А/01.7, А/02.7, А/03.7, А/04.7, А/05.7.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Потенциометрия, сущность метода. Уравнение Нернста.
2. Индикаторные электроды и электроды сравнения.
3. Прямая потенциометрия, сущность метода. Метод градуировочного графика. Метод добавки стандарта.
4. Потенциометрическое титрование, сущность метода.
5. Кривые потенциометрического титрования. Виды потенциометрического титрования, электродные пары.

УИРС.

1. Применение прямой потенциометрии и потенциометрического титрования в фарманализе.

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 3 академических часов.

6. Оснащение:

иономер рН-150 МИ, химический стакан, фильтровальная бумага

Реактивы:

два стандартных буферных раствора - кислотный и щелочной.

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Задания для самоконтроля: решение обучающимися индивидуальных наборов тестовых заданий по теме:

Задание 1. К инструментальным методам анализа относятся

- А) титриметрические методы
- Б) гравиметрические методы
- В) газометрические методы
- Г) электрохимические методы

Задание 2. Методы анализа, основанные на измерении электрохимических свойств систем, относятся к

- А) оптическим методам
- Б) хроматографическим методам
- В) электрохимическим методам
- Г) радиометрическим методам
- Д) термическим методам
- Е) масс–спектрометрическим методам

Задание 3. Метод анализа, основанный на измерении ЭДС и электродных потенциалов как функции концентрации исследуемого раствора, – это

- А) потенциометрия
- Б) кондуктометрия
- В) кулонометрия

Задание 4. При потенциометрическом определении рН растворов в качестве индикаторного электрода можно использовать

- А) хлорсеребряный электрод
- Б) каломельный электрод
- В) стеклянный электрод
- Г) платиновый электрод

Задание 5. Титрование, при котором конечную точку титрования определяют по резкому изменению потенциала индикаторного электрода, измеренному относительно электрода сравнения, – это

- А) потенциметрическое титрование
- Б) кондуктометрическое титрование

В) биамперометрическое титрование

Г) кулонометрическое титрование

Д) платиновый – хлорсеребряный.

7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия.

1. Потенциометрия, сущность метода. Уравнение Нернста.

2. Прямая потенциометрия, сущность метода. Метод градуировочного графика. Метод добавки стандарта.

3. Потенциометрическое титрование, сущность метода. Кривые титрования. Виды потенциометрического титрования, электродные пары.

УИРС. Выступление обучающихся, подготовивших доклады по темам УИРС.

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов по данной теме.

7.4. Самостоятельная работа обучающихся под контролем преподавателя.

Потенциометрическое определение рН воды очищенной.

1. Ознакомление с устройством и правилами работы на рН-метре.

По инструкции к прибору ознакомиться с устройством рН-метра, настройкой прибора по буферным растворам.

2. Измерение рН воды очищенной.

Перед измерением тщательно промывают электроды водой очищенной, высушивают электроды фильтровальной бумагой. Проводят измерение рН, помещая электроды в исследуемую воду. Измерение проводят не менее трех раз, рассчитывают среднее значение рН.

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Подготовка к выполнению практических приемов по теме занятия.

Материалы для контроля уровня освоения темы:

Типовой вариант выходного контроля.

1. Потенциометрия. Сущность метода. Уравнение Нернста. Индикаторные электроды и электроды сравнения.

2. Электроды первого рода, окислительно-восстановительные электроды. Возникновение потенциала на этих электродах.

Ситуационные задачи:

1. Вычислите реальный электродный потенциал медного электрода, находящегося в 0,01 М растворе сульфата меди при 25⁰С. $E^0_{\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}}=0,345 \text{ В}$.

2. Вычислите концентрацию ионов серебра над осадком при 20⁰С, если потенциал серебряного электрода, опущенного в раствор, равен 0,418 В по отношению к стандартному водородному электроду.

3. Рассчитайте концентрацию раствора нитрата серебра, если окислительно-восстановительный потенциал индикаторного серебряного электрода, опущенного в исследуемый раствор нитрата серебра, измеренный относительно электрода сравнения – стандартного водородного электрода, равен 0,74 В.

$E^0_{\text{Ag}^+/\text{Ag}}=+0,799 \text{ В}$.

4. Найдите величину потенциала в точке эквивалентности при титровании 0,1 М раствора FeSO₄ 0,1 М раствором KMnO₄ (рН=0), если $E^0_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}} = 0,77 \text{ В}$; $E^0_{\text{MnO}_4^-, \text{H}^+/\text{Mn}^{2+}} = 1,52 \text{ В}$.

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная комната для самостоятельной работы обучающихся, учебная лаборатория и др.

Учебно-исследовательская работа обучающихся по данной теме:

1. Рассчитайте процентное содержание раствора хлористоводородной кислоты, если при потенциометрическом титровании 10 мл раствора хлористоводородной кислоты 0,1 М раствором гидроксида натрия (Кп=1,0005) получены следующие данные:

V _{т-га} , мл	0	9,0	9,5	9,9	9,98	10,0	10,02	10,1	10,5	11,0	12,0
рН	1	2,28	2,59	3,3	4,0	7,0	10,0	10,7	11,39	11,68	11,96

1 мл 0,1 М раствора гидроксида натрия соответствует 3,646 мг хлористоводородной кислоты.

2. Постройте кривые потенциометрического титрования – интегральную и дифференциальную по методу Грана и рассчитайте процентное содержание KCl в анализируемом растворе, если при потенциометрическом титровании 50,00 мл анализируемого раствора хлорида калия стандартным раствором 0,1М нитрата серебра получены следующие результаты:

V(T),мл	23,50	24,00	24,20	24,30	24,40	24,50	25,00	25,50
---------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------

Е, мВ	146	165	194	233	316	340	373	385
-------	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

(V(T) – объем прибавленного титранта, E - ЭДС гальванической цепи).

М.м. (KCl)=74,55.

Литература:

Основная:

1. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
2. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.
3. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.

Дополнительная:

4. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
5. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
6. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

ЗАНЯТИЕ № 10

Контрольная работа № 2

1. Тема и ее актуальность. Инструментальные методы анализа обладают высокой чувствительностью и избирательностью, достаточной воспроизводимостью, возможностью автоматизации и компьютеризации процесса.

Широкое распространение из оптических методов получили молекулярно-абсорбционные методы, основанные на измерении поглощения света веществом в ультрафиолетовой, видимой (УВИ) и инфракрасной (ИК) областях спектра – фотоэлектроколориметрия и спектрофотометрия. Фотометрические методы применяются для определения подлинности, чистоты и количественного содержания многих лекарственных препаратов, для установления структуры соединений, а также для количественного определения нескольких веществ в смесях.

Потенциометрия, кондуктометрия и кулонометрия относятся к электрохимическим методам анализа. Для определения концентрации вещества в растворах применяют как прямые, так и косвенные методы. Например, метод прямой потенциометрии применяется для определения концентрации ионов водорода (рН растворов), анионов, ионов металлов (ионометрия). Потенциометрическое титрование (косвенный метод) является безиндикаторным и применяется во всех типах титрования: кислотно-основном, окислительно-восстановительном, комплексиметрическом, осадительном, в мутных, окрашенных, неводных растворах.

В настоящее время в анализе многих лекарственных препаратов – витаминов, гормонов, сульфамидов, барбитуратов, алкалоидов, применяются оптические, электрохимические, хроматографические и другие методы.

Универсальность, объективность, экспрессность, возможность автоматизации процессов делают инструментальные методы перспективными.

Таким образом, знание теоретических основ и практического применения инструментальных методов анализа необходимо для дальнейшего изучения фармацевтической химии.

2. Учебные цели: контроль освоения знаний обучающимися оптических, хроматографических и электрохимических методов анализа.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- инструментальные методы анализа, классификацию;
- оптические методы анализа, сущность метода, классификацию;
- возникновение электронных спектров поглощения в УФ- и видимой области, основные электронные переходы;
- спектр поглощения, его основные характеристики, влияние различных факторов на поглощение и интенсивность полос поглощения, эффекты: батохромный, гиперхромный, гипсохромный и гипохромный;
- основной закон светопоглощения: закон Бугера-Ламберта-Бера, оптическую плотность раствора, молярный и удельный коэффициенты поглощения, отклонения от закона Бугера-Ламберта-Бера и условия его соблюдения;
- колориметрию, сущность метода, определение концентрации веществ в колориметрии;
- фотоэлектроколориметрию и спектрофотометрию, особенности, определение концентрации веществ в фотоэлектроколориметрии и спектрофотометрии (метод градуировочного графика, по молярному или удельному коэффициенту поглощения, метод одного стандарта);
- особые случаи применения спектрофотометрии: определение 2-х веществ при совместном присутствии, дифференциальную фотометрию;
- фотометрические и спектрофотометрические титрования, основные случаи кривых титрования: по поглощению вещества, по поглощению титранта;
- ионообменная хроматография, сущность метода. Иониты, ионообменное равновесие. Методы ионообменной хроматографии. Применение.
- газовая хроматография: газожидкостная, газoadсорбционная. Сущность метода. Параметры удерживания, параметры разделения. Методы количественной обработки хроматограмм. Жидкостная хроматография, сущность метода, применение.
- электрохимические методы анализа, классификацию;
- потенциометрию, сущность метода, уравнение Нернста;
- электроды I, II родов, окислительно-восстановительные, ионселективные электроды, возникновение потенциала на этих электродах, индикаторные электроды и электроды сравнения;
- прямую потенциометрию, сущность метода, метод градуировочного графика, метод добавки стандарта, применение;

- потенциометрическое титрование, сущность метода, кривые титрования, виды потенциометрического титрования, электродные пары;
- кондуктометрию, сущность метода, электропроводность растворов, зависимость электропроводности от различных факторов;
- прямую кондуктометрию, сущность метода, метод градуировочного графика, расчетный метод;
- кондуктометрическое титрование, сущность метода, кривые титрования, применение;
- высокочастотную кондуктометрию, сущность метода, применение;
- кулонометрию, сущность метода, явление электролиза и законы Фарадея;
- прямую кулонометрию, сущность метода, способы определения количества электричества, применение;
- кулонометрическое титрование, сущность метода, условия проведения, способы индикации точки эквивалентности, применение.
- и овладеть следующими **компетенциями**: ОК-1, ОК-5, ОПК-5, ОПК-7, ОПК-8, ПК-1, ПК-10, ПК-12, ПК-22, ТФ А/01.7, А/02.7, А/03.7, А/04.7, А/05.7.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Инструментальные методы анализа. Классификация.
2. Оптические методы анализа, сущность метода. Классификация.
3. Возникновение электронных спектров поглощения в УФ- и видимой области. Основные электронные переходы.
4. Спектр поглощения, его основные характеристики. Влияние различных факторов на поглощение и интенсивность полос поглощения, эффекты: батохромный, гиперхромный, гипсохромный и гипохромный.
5. Основной закон светопоглощения: закон Бугера-Ламберта-Бера, оптическая плотность раствора. Молярный и удельный коэффициенты поглощения. Отклонения от закона Бугера-Ламберта-Бера и условия его соблюдения.
6. Колориметрия, сущность метода. Определение концентрации веществ в колориметрии.
7. Фотоэлектроколориметрия и спектрофотометрия, особенности. Определение концентрации веществ в фотоэлектроколориметрии и спектрофотометрии (метод градуировочного графика, по молярному или удельному коэффициенту поглощения, метод одного стандарта).

8. Особые случаи применения спектрофотометрии: определение 2-х веществ при совместном присутствии, дифференциальная фотометрия.
9. Фотометрические и спектрофотометрические титрования. Основные случаи кривых титрования: по поглощению вещества, по поглощению титранта.
10. Электрохимические методы анализа, классификация.
11. Ионообменная хроматография, сущность метода. Иониты, ионообменное равновесие. Методы ионообменной хроматографии. Применение.
12. Газовая хроматография: газожидкостная, газоадсорбционная. Сущность метода.
13. Параметры удерживания, параметры разделения. Методы количественной обработки хроматограмм.
14. Жидкостная хроматография, сущность метода, применение.
15. Потенциометрия, сущность метода. Уравнение Нернста.
16. Электроды I, II родов, окислительно-восстановительные, ионселективные электроды. Возникновение потенциала на этих электродах. Индикаторные электроды и электроды сравнения.
17. Прямая потенциометрия, сущность метода. Метод градуировочного графика, метод добавки стандарта. Применение.
18. Потенциометрическое титрование, сущность метода. Кривые титрования. Виды потенциометрического титрования, электродные пары.
19. Кондуктометрия, сущность метода. Электропроводность растворов. Зависимость электропроводности от различных факторов.
20. Прямая кондуктометрия, сущность метода. Метод градуировочного графика, расчетный метод.
21. Кондуктометрическое титрование, сущность метода. Кривые титрования. Применение.
22. Высокочастотная кондуктометрия, сущность метода. Применение.
23. Кулонометрия, сущность метода. Явление электролиза и законы Фарадея.
24. Прямая кулонометрия, сущность метода. Способы определения количества электричества. Применение.
25. Кулонометрическое титрование, сущность метода, условия проведения. Способы индикации точки эквивалентности. Применение.

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 3 академических часов.

6. Оснащение: таблицы, справочники, мультимедийный материал и др.

7. Содержание занятия:

7.1. Контроль исходного уровня знаний и умений.

Задания для самоконтроля: решение обучающимися индивидуальных наборов тестовых заданий по теме:

Задание 1. К инструментальным методам анализа относятся

- А) титриметрические методы
- Б) гравиметрические методы
- В) газометрические методы
- Г) оптические методы

Задание 2. Колориметрия основана на

А) визуальном сравнении интенсивности света, прошедшего через исследуемый раствор с интенсивностью света, прошедшего через стандартный раствор

Б) измерении интенсивности немонахроматического светового потока, прошедшего через исследуемый раствор, с помощью фотоэлементов в фотоколориметрах и в фотоэлектроколориметрах

В) измерении интенсивности монохроматического светового потока, прошедшего через исследуемый раствор, с помощью фотоэлементов в спектрофотометрах

Г) использовании флуоресценции определяемого вещества, возбуждаемой энергией излучения в УФ и в видимой области спектра

Задание 3. Метод, основанный на измерении интенсивности монохроматического светового потока, прошедшего через исследуемый раствор, с помощью фотоэлементов в спектрофотометрах, – это

- А) колориметрия
- Б) фотоэлектроколориметрия
- В) спектрофотометрия
- Г) флуориметрия

Задание 4. Методы анализа основанные на измерении электрических параметров электрохимических явлений, возникающих в исследуемом растворе, относятся к

- А) оптическим методам
- Б) хроматографическим методам

В) электрохимическим методам

Г) радиометрическим методам

Д) термическим методам

Е) масс–спектрометрическим методам

Задание 5. Потенциометрия относится к

А) оптическим методам

Б) хроматографическим методам

В) электрохимическим методам

Г) радиометрическим методам

Д) термическим методам

Е) масс–спектрометрическим методам

Задание 6. Потенциал индикаторного электрода

А) зависит от концентрации определяемого вещества

Б) остается постоянным в условиях проведения анализа

Задание 7. При потенциометрическом определении рН растворов в качестве индикаторного электрода можно использовать

А) хлорсеребряный электрод

Б) каломельный электрод

В) стеклянный электрод

Г) платиновый электрод

Задание 8. Титрование, при котором конечную точку титрования определяют по резкому изменению потенциала индикаторного электрода, измеренному относительно электрода сравнения, – это

А) потенциометрическое титрование

Б) кондуктометрическое титрование

В) биамперометрическое титрование

Г) кулонометрическое титрование

Задание 9. Метод анализа, основанный на использовании зависимости между массой вещества, прореагировавшего при электролизе в электрохимической ячейке, и количеством электричества, прошедшего через электрохимическую ячейку при электролизе только этого вещества, – это

А) потенциометрия

Б) кондуктометрия

В) кулонометрия

Г) полярография

Задание 10. Кулонометрическое титрование – это

А) определение конечной точки титрования по резкому изменению потенциала индикаторного электрода, измеренному относительно электрода сравнения

Б) определение конечной точки титрования по резкому изменению электропроводности титруемой смеси

В) определение конечной точки титрования по резкому изменению величины тока между электродами электрохимической ячейкой, к которым приложено некоторое напряжение

Г) титрование, при котором титрант генерируется в ячейке

7.2. Разбор с преподавателем узловых вопросов, необходимых для освоения темы занятия.

1. Инструментальные методы анализа. Классификация. Оптические методы анализа, сущность метода. Классификация.

2. Основной закон светопоглощения: закон Бугера-Ламберта-Бера, оптическая плотность раствора. Молярный и удельный коэффициенты поглощения. Отклонения от закона Бугера-Ламберта-Бера и условия его соблюдения.

3. Колориметрия, сущность метода. Определение концентрации веществ в колориметрии.

4. Фотоэлектроколориметрия и спектрофотометрия, особенности. Определение концентрации веществ в фотоэлектроколориметрии и спектрофотометрии.

5. Фотометрические и спектрофотометрические титрования. Основные случаи кривых титрования: по поглощению вещества, по поглощению титранта.

6. Ионообменная хроматография, сущность метода. Иониты, ионообменное равновесие. Методы ионообменной хроматографии. Применение.

7. Газовая хроматография: газожидкостная, газоадсорбционная. Сущность метода. Параметры удерживания, параметры разделения. Методы количественной обработки хроматограмм.

8. Жидкостная хроматография, сущность метода, применение.

9. Электрохимические методы анализа, классификация. Потенциометрия, сущность метода. Уравнение Нернста. Электроды I, II родов, окислительно-восстановительные, ионселективные электроды. Возникновение

потенциала на этих электродах. Индикаторные электроды и электроды сравнения.

10. Прямая потенциометрия, сущность метода. Метод градуировочного графика, метод добавки стандарта. Применение.

11. Потенциометрическое титрование, сущность метода. Кривые титрования. Виды потенциометрического титрования, электродные пары.

12. Кондуктометрия, сущность метода. Электропроводность растворов. Зависимость электропроводности от различных факторов.

13. Прямая кондуктометрия, сущность метода. Метод градуировочного графика, расчетный метод.

14. Кондуктометрическое титрование, сущность метода. Кривые титрования. Применение.

15. Кулонометрия, сущность метода. Явление электролиза и законы Фарадея.

16. Прямая кулонометрия, сущность метода. Способы определения количества электричества. Применение.

17. Кулонометрическое титрование, сущность метода, условия проведения. Способы индикации точки эквивалентности. Применение.

7.3. Демонстрация преподавателем методики практических приемов по данной теме.

7.4. Самостоятельная работа обучающихся под контролем преподавателя.

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Подготовка к выполнению практических приемов по теме занятия.

Материалы для контроля уровня освоения темы:

Типовой вариант выходного контроля.

1. Инструментальные методы анализа. Классификация.

2. Фотоэлектроколориметрия, сущность метода. Определение концентрации анализируемого раствора (метод градуировочного графика, по молярному или удельному коэффициенту поглощения, метод одного стандарта, метод добавок стандарта).

3. Прямая кондуктометрия, сущность метода. Метод градуировочного графика, расчетный метод. Применение.

Ситуационные задачи:

1. Оптическая плотность 0,02% стандартного раствора фурацилина после реакции с гидроксидом натрия при длине волны 450 нм и толщине поглощающего слоя 1 см равна 0,405, оптическая плотность исследуемого раствора, измеренная в аналогичных условиях, равна 0,415. Рассчитайте концентрацию исследуемого раствора фурацилина.

2. Рассчитайте удельный показатель поглощения раствора левомецетина при 278 нм, если навеску препарата массой 0,0998 г растворили в 100 мл воды, 2 мл этого раствора перенесли в мерную колбу емкостью 100 мл и довели водой до метки. Оптическая плотность полученного раствора при 278 нм равна 0,589, толщина кюветы 10 мм. Содержание левомецетина в препарате 100%.

3. Вычислите реальный электродный потенциал медного электрода, находящегося в 0,01 М растворе сульфата меди при 25°C. $E_{\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}}^0 = 0,345 \text{ В}$.

4. Найдите величину потенциала в точке эквивалентности при титровании 0,1 М раствора FeSO_4 0,1 М раствором KMnO_4 (pH=0), если $E_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}}^0 = 0,77 \text{ В}$;

5. Рассчитайте удельную и эквивалентную электропроводность 0,01 М раствора хлороводородной кислоты, если сопротивление равно 390 Ом, площадь каждого электрода 2,5 см², а расстояние между ними 1 см.

6. Содержание аскорбиновой кислоты в растворе определено методом кулонометрической йодометрии. Вспомогательный электролит 0,1 М раствор калия иодида, фоновый электролит 0,1 М раствор серной кислоты, сила тока 5,0 А. До точки эквивалентности прошло 2 мин 33 с. Найдите процентное содержание аскорбиновой кислоты в растворе.

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная комната для самостоятельной работы обучающихся, учебная лаборатория и др.

Литература:

Основная:

1. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
2. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.

3. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.
Дополнительная:
4. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
5. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
6. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

ЗАНЯТИЕ № 11

Контрольная работа по практическим навыкам

1. Тема и ее актуальность. Контрольная работа по практическим навыкам обобщает пройденный материал и является одним из этапов экзамена.

2. Учебные цели: контроль усвоения теоретических знаний и практических навыков и умений по общим теоретическим основам аналитической химии, качественному и количественному анализу, физико-химическим методам анализа.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- основные законы, лежащие в основе аналитической химии;
- методы и способы выполнения качественного анализа;
- методы, приемы и способы выполнения химического и физико-химического анализа для установления качественного состава и количественных определений;
- методы обнаружения неорганических катионов и анионов;
- методы разделения веществ (химические, хроматографические, экстракционные);
- основы качественного анализа органических соединений;

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **владеть и уметь:**

- проводить лабораторные опыты, объяснять суть конкретных реакций и их аналитические эффекты, оформлять отчетную документацию по экспериментальным данным;
- проводить разделение катионов и анионов химическими и хроматографическими методами;
- обосновывать и предлагать качественный анализ конкретных органических соединений;
- идентифицировать предложенные соединения на основе результатов качественных реакций, а также данных УФ- и ИК-спектроскопии
- строить кривые титрования и устанавливать на их основе объемы титранта, затрачиваемые на каждый компонент смеси;
- простейшими операциями при выполнении качественного и количе-

ственного анализа;

- техникой работы на физических приборах, используемых для качественного и количественного анализа (фотоколориметр, спектрофотометр, рН-метр, кулонометр, амперметр);

- важнейшими навыками по постановке и проведению качественных реакций с органическими соединениями;

- навыками по проведению систематического анализа неизвестного соединения;

- и овладеть следующими **компетенциями**: ОК-1, ОК-5, ОПК-5, ОПК-7, ОПК-8, ПК-1, ПК-10, ПК-12, ПК-22, ТФ А/01.7, А/02.7, А/03.7, А/04.7, А/05.7.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Методы и способы выполнения качественного анализа;
2. Методы, приемы и способы выполнения химического и физико-химического анализа для установления качественного состава и количественных определений;
3. Методы обнаружения неорганических катионов и анионов;
4. Методы разделения веществ (химические, хроматографические, экстракционные);
5. Основы качественного анализа органических соединений.

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 3 академических часов.

6. Оснащение: методики анализов исследуемых веществ.

Порошки и растворы исследуемых веществ, реактивы для проведения их качественного и количественного анализа, химическая посуда.

7. Содержание занятия:

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Подготовка к выполнению практических приемов.

Материалы для контроля:

Типовой вариант к сдаче практических навыков.

1. Провести реакции обнаружения катиона и аниона соли натрия бромид.
2. Провести количественное определение 1,5% спиртового раствора салициловой кислоты методом алкалиметрии в смешанных средах.

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная комната для самостоятельной работы обучающихся, учебная лаборатория и др.

Литература:

Основная:

1. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
2. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.
3. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.

Дополнительная:

4. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
5. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
6. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.

ЗАНЯТИЕ № 12

Итоговое занятие

1. Тема и ее актуальность. Итоговое занятие обобщает пройденный материал по аналитической химии и является одним из этапов экзамена.

2. Учебные цели: контроль усвоения теоретических знаний по общим теоретическим основам аналитической химии, качественному и количественному анализу, физико-химическим методам анализа.

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **знать:**

- основные законы, лежащие в основе аналитической химии;
- методы и способы выполнения качественного анализа;
- методы, приемы и способы выполнения химического и физико-химического анализа для установления качественного состава и количественных определений;
- методы обнаружения неорганических катионов и анионов;
- методы разделения веществ (химические, хроматографические, экстракционные);
- основы качественного анализа органических соединений;

Для формирования профессиональных компетенций обучающийся должен **владеть и уметь:**

- проводить лабораторные опыты, объяснять суть конкретных реакций и их аналитические эффекты, оформлять отчетную документацию по экспериментальным данным;
- проводить разделение катионов и анионов химическими и хроматографическими методами;
- обосновывать и предлагать качественный анализ конкретных органических соединений;
- идентифицировать предложенные соединения на основе результатов качественных реакций, а также данных УФ- и ИК-спектроскопии
- строить кривые титрования и устанавливать на их основе объемы титранта, затрачиваемые на каждый компонент смеси;
- простейшими операциями при выполнении качественного и количественного анализа;

- техникой работы на физических приборах, используемых для качественного и количественного анализа (фотоколориметр, спектрофотометр, рН-метр, кулонометр, амперметр);

- важнейшими навыками по постановке и проведению качественных реакций с органическими соединениями;

- навыками по проведению систематического анализа неизвестного соединения;

- и овладеть следующими **компетенциями**: ОК-1, ОК-5, ОПК-5, ОПК-7, ОПК-8, ПК-1, ПК-10, ПК-12, ПК-22, ТФ А/01.7, А/02.7, А/03.7, А/04.7, А/05.7.

3. Материалы для самоподготовки к освоению данной темы:

Вопросы для самоподготовки:

1. Предмет аналитической химии. Химический анализ. Основные понятия аналитической химии: метод анализа вещества, методика анализа, качественный химический анализ, количественный химический анализ, элементный анализ, функциональный анализ, молекулярный анализ.

2. Качественный химический анализ. Методы качественного анализа, их классификация (дробный и систематический, макро-, полумикро-, микро-, ультрамикрoанализ).

3. Чувствительность аналитических реакций. Характеристика чувствительности аналитических реакций (предельная концентрация, минимальный объем предельно разбавленного раствора, предел обнаружения). Расчетные формулы.

4. Аналитические классификации катионов: кислотно-основная, сульфидная, аммиачно-фосфатная. Группы катионов по кислотно-основной классификации. Распределение катионов по группам. Действие групповых реагентов.

5. Аналитические реакции катионов s-, p-, d-элементов. Химизм, условия проведения, аналитический эффект.

8. Аналитические классификации анионов (по способности к образованию малорастворимых соединений, по окислительно-восстановительным свойствам). Действие групповых реагентов. Газовыделительные анионы.

9. Аналитические реакции анионов. Химизм, условия проведения, аналитический эффект.

10. Методы анализа органических соединений: элементный, функциональный, молекулярный анализ. Элементный анализ органически связанных галогенов и серы. Методы минерализации.
11. Молекулярный анализ органических соединений. Физико-химические методы в молекулярном анализе: УФ-, ИК-спектроскопия, поляриметрия. Сущность методов.
12. Функциональный анализ спиртов, карбоновых кислот и сложных эфиров. Химизм, условия проведения, аналитический эффект.
13. Функциональный анализ альдегидов и кетонов. Химизм, условия проведения, аналитический эффект.
14. Функциональный анализ аминокислот. Химизм, условия проведения, аналитический эффект.
15. Функциональный анализ фенолов. Химизм, условия проведения, аналитический эффект.
16. Функциональный анализ первичных ароматических аминов. Химизм, условия проведения, аналитический эффект.
17. Методы разделения и концентрирования веществ, классификация. Экстракция, определение. Жидкостная экстракция, основные понятия: экстрагент, экстракционный реагент, экстракт, реэкстракция, реэкстрагент, реэкстракт. Применение экстракции для разделения веществ. Фактор разделения двух веществ. Условия разделения двух веществ.
18. Экстракционное равновесие. Закон распределения Нернста-Шилова. Константа распределения, коэффициент распределения, степень извлечения. Факторы, влияющие на степень извлечения: объем экстрагента, число экстракций, рН среды и др.
19. Хроматография, сущность метода. Классификация хроматографических методов анализа: по механизму разделения, по агрегатному состоянию фаз, по технике эксперимента, по способу относительного перемещения фаз. Краткая характеристика.
20. Бумажная и тонкослойная хроматография, сущность методов, механизмы разделения. Применение. Коэффициент подвижности, относительный коэффициент подвижности, коэффициент разделения, степень разделения.
21. Сильные и слабые электролиты. Степень и константа диссоциации. Концентрация и активность ионов в растворе. Показатель рН. Характеристика рН водных растворов электролитов.

22. Закон действующих масс. Химическое равновесие. Константа химического равновесия. Типы равновесий в аналитической химии.
23. Кисотно-основные равновесия. Протолитическая теория кислот и оснований. Протолитические равновесия в воде. рН растворов сильных кислот и сильных оснований.
24. Характеристика силы слабых кислот. Константа кислотности, показатель константы кислотности. Расчет рН растворов слабых кислот. Примеры.
25. Характеристика силы слабых оснований. Константа основности, показатель константы основности. Расчет рН растворов слабых оснований. Примеры.
26. Гидролиз. Константа и степень гидролиза. Подавление и усиление гидролиза солей. Примеры.
27. Гидролиз соли, содержащей анион слабой кислоты и катион сильного основания. Расчет рН. Примеры.
28. Гидролиз соли, содержащей катион слабого основания и анион сильной кислоты. Расчет рН. Примеры.
29. Гидролиз соли, содержащей катион слабого основания и анион слабой кислоты. Расчет рН. Примеры.
30. Буферные системы (растворы). Классификация. Буферная емкость. Факторы, влияющие на буферную емкость.
31. Буферные системы, содержащие слабую кислоту и ее соль. Расчет рН. Примеры.
32. Буферные системы, содержащие слабое основание и его соль. Расчет рН. Примеры.
33. Гетерогенные равновесия в системе осадок – насыщенный раствор малорастворимого электролита. Произведение растворимости малорастворимого сильного электролита. Условие образования осадков малорастворимых сильных электролитов. Дробное осаждение.
34. Влияние различных факторов на полноту осаждения осадков и их растворение: влияние посторонних электролитов (влияние добавок электролита с одноименным ионом, влияние добавок индифферентного электролита), рН среды, природы растворителя, температуры.
35. Общая характеристика комплексных соединений металлов. Влияние различных факторов на процессы комплексообразования в растворах.

36. Равновесия в растворах комплексных соединений. Константы устойчивости и константы нестойкости комплексных соединений. Условные константы устойчивости комплексов.

37. Равновесия в окислительно-восстановительных реакциях. Окислительно-восстановительные системы (редокс-пары). Гальванический элемент. Электродвижущая сила (потенциал) реакции. Окислительно-восстановительный потенциал редокс-пары. Стандартный окислительно-восстановительный потенциал, стандартный электродный потенциал. Знак потенциала. Оценка окислительно-восстановительной способности.

38. Уравнение Нернста. Влияние различных факторов на значения окислительно-восстановительных потенциалов. Константа равновесия окислительно-восстановительных реакций. Направление и глубина протекания окислительно-восстановительных реакций.

39. Количественный анализ. Классификация методов количественного анализа. Требования, предъявляемые к реакциям.

40. Источники ошибок в количественном анализе. Классификация ошибок. Оценка правильности результатов, устранение ошибок. Статистическая обработка результатов количественного анализа.

41. Количественный химический анализ. Классификация методов количественного химического анализа. Требования, предъявляемые к реакциям.

42. Гравиметрический анализ. Классификация гравиметрических методов анализа. Сущность гравиметрического анализа по методу осаждения. Осаждаемая и гравиметрическая формы, требования к ним.

43. Титриметрический анализ. Требования, предъявляемые к реакциям в титриметрическом анализе. Классификация методов титриметрического анализа. Этапы титриметрического анализа.

44. Точка эквивалентности, конечная точка титрования. Методы установления конечной точки титрования: визуальные (по индикатору, без индикатора), инструментальные. Выбор индикатора (по кривой титрования).

45. Титрант. Молярная концентрация (M), молярная концентрация эквивалента (N). Приготовление титрантов и их стандартизация. Титр, титр по определяемому веществу (титр соответствия).

46. Кислотно-основное титрование, сущность метода. Требования к реакциям. Методы установления конечной точки титрования. Теории индикато-

ров кислотно-основного титрования. Интервал изменения окраски индикатора, точка перехода индикатора.

47. Ацидиметрия, сущность метода. Титранты, их приготовление и стандартизация. Определение конечной точки титрования, типичные индикаторы. Химизм, область применения, примеры.

48. Алкалиметрия, сущность метода. Титранты, их приготовление и стандартизация. Определение конечной точки титрования, типичные индикаторы. Химизм, область применения, примеры.

49. Кислотно-основное титрование в неводных средах, сущность метода. Преимущества и недостатки перед титрованием в воде. Растворители, применяемые в кислотно-основном титровании. Классификация растворителей по характеру участия в кислотно-основном процессе, по влиянию на силу растворенного протолита.

50. Ацидиметрия в неводных средах. Выбор растворителя для неводного кислотно-основного титрования веществ основного характера. Титранты, их приготовление и стандартизация. Определение конечной точки титрования, индикаторы. Химизм, область применения, примеры.

51. Алкалиметрия в неводных средах. Выбор растворителя для неводного кислотно-основного титрования веществ кислого характера. Титранты, их приготовление и стандартизация. Определение конечной точки титрования, индикаторы. Химизм, область применения, примеры.

52. Осадительное титрование, сущность метода. Требования, предъявляемые к реакциям в методе осадительного титрования. Классификация методов осадительного титрования. Определение конечной точки титрования.

53. Аргентометрия, сущность метода. Титрант, его приготовление и стандартизация. Разновидности аргентометрии (методы Мора, Фаянса, Фольгарда). Титранты, условия проведения, индикаторы. Химизм, область применения, примеры.

54. Меркурометрия, сущность метода. Титрант, его приготовление и стандартизация. Условия проведения, определение конечной точки титрования, индикаторы. Химизм, область применения, примеры. Другие методы осадительного титрования: тиоцианатометрия, гексацианоферратометрия, сульфатометрия.

55. Комплексиметрическое титрование, сущность метода. Требования, предъявляемые к реакциям в комплексиметрии. Классификация методов комплексиметрического титрования.

56. Комплексонометрия, сущность метода. Титрант, его приготовление и стандартизация. Индикаторы комплексонометрии. Классификация, строение, принцип действия. Выбор индикаторов. Условия комплексонометрического титрования. Виды титрования. Область применения, примеры прямого, обратного и заместительного титрования. Химизм.

57. Меркуриметрия, сущность метода. Титрант, его приготовление и стандартизация. Условия проведения, определение конечной точки титрования, индикаторы. Химизм, область применения, примеры.

58. Окислительно-восстановительное титрование, сущность метода. Классификация методов окислительно-восстановительного титрования. Требования, предъявляемые к реакциям. Виды окислительно-восстановительного титрования (прямое, обратное, заместительное).

59. Индикаторы окислительно-восстановительного титрования. Классификация. Окислительно-восстановительные индикаторы (обратимые и необратимые). Интервал изменения окраски индикатора.

60. Перманганатометрия, сущность метода. Титрант, его приготовление и стандартизация. Особенности восстановления перманганата калия в различных средах. Условия проведения, определение конечной точки титрования. Область применения, примеры прямого и обратного титрования. Химизм.

61. Дихроматометрия, сущность метода. Титрант, его приготовление и стандартизация. Условия проведения, определение конечной точки титрования, индикаторы. Химизм, область применения, примеры.

62. Йодометрия, сущность метода. Титранты, их приготовление и стандартизация. Условия проведения, определение конечной точки титрования, индикаторы. Применение йодометрии для определения восстановителей, окислителей, веществ, не обладающих окислительно-восстановительными свойствами. Примеры прямого, обратного и заместительного титрования. Химизм.

63. Йодхлорметрия, сущность метода. Титрант, его приготовление и стандартизация. Условия проведения, определение конечной точки титрования, индикаторы. Область применения, примеры прямого и обратного титрования. Химизм.

64. Йодатометрия, сущность метода. Титрант, его приготовление и стандартизация. Условия проведения, определение конечной точки титрования, индикаторы. Область применения, примеры прямого и обратного титрования. Химизм.

65. Броматометрия, сущность метода. Титрант, его приготовление и стандартизация. Условия проведения, определение конечной точки титрования, индикаторы. Применение броматометрии для определения восстановителей и веществ, не обладающих окислительно-восстановительными свойствами. Примеры прямого и обратного титрования. Химизм.

66. Нитритометрия, сущность метода. Титрант, его приготовление и стандартизация. Условия проведения, определение конечной точки титрования, индикаторы. Применение нитритометрии для определения веществ, содержащих первичную ароматическую аминогруппу, вторичную ароматическую аминогруппу, ароматическую нитрогруппу, гидразидов и др. Химизм.

67. Цериметрия, сущность метода. Титрант, его приготовление и стандартизация. Условия проведения, определение конечной точки титрования, индикаторы. Область применения, примеры прямого и обратного титрования. Химизм.

68. Основной закон светопоглощения: закон Бугера-Ламберта-Бера, оптическая плотность. Молярный и удельный коэффициенты поглощения. Колориметрия, сущность метода. Определение концентрации веществ в колориметрии.

69. Фотоэлектродиметрия и спектрофотометрия, особенности, определение концентрации анализируемого раствора (метод градуировочного графика, по молярному или удельному коэффициенту поглощения, метод одного стандарта). Фотометрические и спектрофотометрические титрования. Основные случаи кривых титрования: по поглощению вещества, по поглощению титранта.

70. Флуориметрия, сущность метода, закон Стокса-Ломмеля, правило зеркальной симметрии Левшина, закон Вавилова. Способы определения концентрации. Применение.

71. Ионообменная хроматография, сущность метода. Иониты, ионообменное равновесие. Методы ионообменной хроматографии. Применение.

72. Газовая хроматография: газожидкостная, газоадсорбционная. Сущность метода. Параметры удерживания, параметры разделения. Методы количественной обработки хроматограмм.

73. Жидкостная хроматография, сущность метода, применение.

74. Потенциометрия, сущность метода. Индикаторные электроды и электроды сравнения. Прямая потенциометрия, сущность метода, применение. Потенциометрическое титрование, сущность метода. Кривые титрования. Применение.

75. Полярография, сущность метода, применение. Амперометрическое титрование, сущность метода, применение.

76. Кондуктометрия, сущность метода. Электропроводность растворов. Зависимость электропроводности от различных факторов. Прямая кондуктометрия, сущность метода. Метод градуировочного графика, расчетный метод. Кондуктометрическое титрование, сущность метода. Кривые титрования. Применение. Высокочастотная кондуктометрия, сущность метода.

77. Кулонометрия, сущность метода. Явление электролиза и законы Фарадея. Прямая кулонометрия, сущность метода, область применения. Кулонометрическое титрование, сущность метода, способы индикации точки эквивалентности, применение.

78. Задачи на расчет титра соответствия (титра по определяемому веществу). Расчет предварительного объема титранта. Расчет количественного содержания определяемого вещества по результатам титрования.

4. Вид занятия: практическое занятие.

5. Продолжительность занятия: 3 академических часов.

6. Оснащение: таблицы, справочники и др.

7. Содержание занятия:

7.5. Контроль конечного уровня усвоения темы:

Материалы для контроля уровня освоения темы:

Типовой вариант к итоговому тестированию (100 тестовых заданий).

1. Аналитическая химия изучает

А) получение и свойства органических веществ

Б) получение и свойства неорганических веществ

В) методы качественного и количественного анализа веществ

Г) химические процессы в организме человека

2. Наиболее чувствительная на катион магния реакция с

- А) гидрофосфатом натрия (предел обнаружения 0,01 мкг)
- Б) магнизоном I (предел обнаружения 0,5 мкг)
- В) 8-оксихинолином (предел обнаружения 0,25 мкг)
- Г) хинализарином (предел обнаружения 0,25 мкг)
- Д) оксалатом аммония (предел обнаружения 0,3 мкг)

3. Реактив на катион лития

- А) гидрофосфат натрия
- Б) гидроксид натрия
- В) серная кислота
- Г) соляная кислота

4. Аналитический эффект реакции катиона калия с винной кислотой в присутствии ацетата натрия и этанола

- А) желтый кристаллический осадок
- Б) белый кристаллический осадок
- В) зеленый кристаллический осадок
- Г) синий кристаллический осадок
- Д) бурый кристаллический осадок

5. Групповой реагент на катионы кальция, стронция, бария по кислотно-основной классификации

- А) хлористоводородная кислота
- Б) серная кислота
- В) гидроксид натрия
- Г) раствор аммиака
- Д) нет группового реагента

6. Реактив на хлорид-ион

- А) нитрат серебра
- Б) хлорид калия
- В) йодид калия
- Г) серная кислота
- Д) хлорид бария

7. Аналитический эффект реакции нитрит-иона с дифениламином

- А) красное окрашивание
- Б) зеленое окрашивание
- В) желтое окрашивание
- Г) синее окрашивание

Д) бурое окрашивание

8. Метод, основанный на различном сродстве разделяемых веществ к не-смешивающимся подвижной и неподвижной фазам

А) метод испарения

Б) метод озоления

В) экстракция

Г) хроматография

Д) метод осаждения

9. Величина константы кислотности характеризует

А) кислотность среды

Б) основность среды

В) силу слабых кислот

Г) силу слабых оснований

Д) силу окислителя или восстановителя

10. Индикатор, применяемый в методе ацидиметрии в неводной среде

А) кристаллический фиолетовый

Б) крахмал

В) тропеолин 00

Г) окраску титранта

Д) калия хромат

Место проведения самоподготовки: читальный зал, учебная комната для самостоятельной работы обучающихся, учебная лаборатория и др.

Литература:

Основная:

1. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 687 с.
2. Харитонов Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа: учебник / 6-е изд., испр. и доп. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2014. - 653 с.
3. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ, физико-химические методы анализа. Практикум: учеб. пособ. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 272 с.

Дополнительная:

4. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Примеры и задачи по аналитической химии [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413289.html>.
5. Харитонов Ю. Я., Джабаров Д. Н., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Количественный анализ. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: учебное пособие - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2012. - 368 с. - Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970421994.html>.
6. Харитонов Ю. Я., Григорьева В. Ю. Аналитическая химия. Практикум [Электронный ресурс]: учеб. пособ. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. - 296 с. – Режим доступа: <http://www.studmedlib.ru/book/ISBN9785970413852.html>.