

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА И ПРОДОВОЛЬСТВИЯ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

УЧРЕЖДЕНИЕ ОБРАЗОВАНИЯ
«ВИТЕБСКАЯ ОРДЕНА «ЗНАК ПОЧЕТА» ГОСУДАРСТВЕННАЯ
АКАДЕМИЯ ВЕТЕРИНАРНОЙ МЕДИЦИНЫ»

В. М. Холод, Т. В. Пипкина, А. В. Бизунов

**ЛАБОРАТОРНЫЕ И ПРАКТИЧЕСКИЕ
РАБОТЫ ПО ДИСЦИПЛИНЕ
«АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ»**

Рабочая тетрадь для студентов по специальности
«Ветеринарная фармация» заочной формы обучения

Ф. И. О. студента

курс

группа

Витебск
ВГАВМ
2024

УДК 543(075)
ББК 24.4я7
Х71

Рекомендована к изданию методической комиссией
биотехнологического факультета УО «Витебская ордена «Знак Почета»
государственная академия ветеринарной медицины
от 26 июня 2024 г (протокол №4)

Авторы:

доктор биологических наук, профессор *В. М. Холод*;
старший преподаватель *Т. В. Пипкина*;
старший преподаватель *А. В. Бизунов*

Рецензенты:

зав. кафедрой физиологии и патофизиологии, кандидат биологических наук, доцент
Е. Н. Кудрявцева;
доцент кафедры фармакологии и токсикологии, кандидат ветеринарных наук, доцент
В. В. Петров

Холод, В. М.

X71 Лабораторные и практические работы по дисциплине «Аналитическая химия» :
рабочая тетрадь для студентов по специальности. «Ветеринарная фармация» заочной
формы обучения / В. М. Холод, Т. В. Пипкина, А. В. Бизунов. – Витебск : ВГАВМ,
2024. – 60 с.

Рабочая тетрадь по аналитической химии является учебно-методическим пособием,
способствующим закреплению теоретических знаний и практических навыков по
методам анализа лекарственных, токсических и биологически активных веществ,
необходимых специалистам этой профессии.

В рабочую тетрадь включены наиболее важные вопросы аналитической химии –
правила отбора проб и пробоподготовки, средства и методы аналитической химии,
материалы качественного и количественного анализа. Она составлена с учетом
учебного плана по аналитической химии для студентов специальности «Ветеринарная
фармация» заочной формы обучения. Изложенные в рабочей тетради материалы
способствуют усвоению навыков экспериментальной работы, работы с оборудованием,
математическому и графическому оформлению результатов анализа.

УДК 543(075)
ББК 24.4я7

© УО «Витебская ордена «Знак Почета»
государственная академия ветеринарной
медицины, 2024

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	4
1. Отбор проб и пробоподготовка	5
1.1. Лабораторно-практическое занятие «Пробоподготовка биологического материала для анализа на фосфоросодержащие пестициды (ФОС)	8
1.2. Лабораторно-практическое занятие «Приготовление растворов аналитических концентраций»	9
2. Качественный анализ	15
2.1. Лабораторно-практическое занятие «Аналитические методы идентификации и обнаружения катионов и анионов»	16
3. Количественный анализ	21
3.1. Лабораторно-практическое занятие «Метод кислотно-основного титрования. Ацидиметрия»	22
3.2. Лабораторно-практическое занятие «Метод комплексонометрии»	27
Спектральные методы количественного анализа:	31
3.3. Лабораторно-практическое занятие «Спектрофотометрическое определение меди в растворе медного купороса»	31
3.4. Лабораторно-практическое занятие «Рефрактометрическое определение хлорида натрия в растворе»	35
Хроматографические методы:	38
3.5. Лабораторно-практическое занятие «Определение содержания нитрата натрия методом ионообменной хроматографии»	38
3.6. Лабораторно-практическое занятие «Определение фосфоросодержащих пестицидов методом тонкослойной хроматографии»	42
Электрохимические методы:	44
3.7. Лабораторно-практическое занятие «Потенциометрическое определение рН»	44
3.8. Лабораторно-практическое занятие «Определение содержания нитрат - ионов методом потенциометрии (ионометрии)»	46
Задания по инструментальным методом анализа	51
Типовые аналитические задачи	56
Вопросы для самостоятельного изучения и конспектирования в межсессионный период	57
Литература	59

Введение

Обязательным условием производства лекарственных средств является строгий контроль их состава. Ни один лекарственный препарат не будет допущен к практическому использованию, если не разработаны аналитические методы определения действующих компонентов лекарственного препарата и примесей, которые могли попасть в него в ходе технологического процесса. Фармацевтическая отрасль имеет свою аналитическую службу, осуществляющую контроль, как готовых лекарственных средств, так и всех стадий технологического процесса их получения. Аналитическая химия разрабатывает методы качественного и количественного анализа, позволяющие решать все эти задачи при фармацевтическом производстве.

Учебно-методическое пособие составлено для студентов заочной формы обучения с целью оказания помощи в освоении теоретического курса, подготовки к лабораторно-практическим занятиям и выполнению лабораторных работ. Оно составлено с учетом учебного плана, числа аудиторных часов и общего количества часов, выделенных на изучение дисциплины. На аудиторные занятия вынесены работы, имеющие наибольшее значение при проведении фармакопейного анализа. Приведены работы по отбору проб и пробоподготовке, качественному анализу катионов и анионов, наиболее часто встречающихся в лекарственных препаратах. Из физико-химических методов количественного анализа, наиболее часто используемых в фармакопейном анализе, представлены лабораторные работы по спектрометрии, хроматографии, потенциометрии.

Приведены примеры решения задач, которые помогут студентам освоить расчетные методы лабораторных работ и которые используются в лабораторной практике. Рабочую тетрадь следует использовать как в процессе самостоятельной работы, так и при проведении лабораторно-практических занятий во время сессии.

Освоение аналитических методов, используемых в фармакопейном анализе, будет способствовать успешному освоению курсов по токсикологической и фармацевтической химии и работе в лабораториях фармацевтической отрасли. Для успешной подготовки к сдаче экзамена сформулированы теоретические и практические вопросы по курсу аналитической химии, охватывающие все разделы учебной программы, а также типовые аналитические задачи.

1. Отбор проб и пробоподготовка

Анализ любого химического соединения начинается с отбора пробы для исследования. Проба должна быть представительной, т.е. объективно отражать химический состав анализируемого соединения. Правильный отбор проб определяет весь дальнейший ход анализа и его конечный результат. В большинстве случаев он регулируется ГОСТами, ТУ, ведомственными инструкциями и другими нормативно-техническими документами. В случае отсутствия таких документов необходимо руководствоваться общими правилами, разработанными для твердых, жидких и газообразных проб. Требования к жидким и газообразным пробам менее жесткие так как, в этих состояниях вещества обычно однородны, и в случае небольших объемов пробу для анализа можно проводить, отбирая ее из любой части анализируемого объекта. Наиболее тщательно следует подходить к отбору твердых проб, так как это наиболее гетерогенные системы, состоящие из частиц разного размера и формы.

При отборе твердых проб из первично отобранной пробы формируют лабораторную, значительно меньшего размера по массе, из которой берут небольшие части (навески) для выполнения единичных исследований. В большинстве случаев проводят определенную пробоподготовку, включающую перевод пробы в наиболее удобное для анализа состояние (растворение, концентрирование и др.).

В ходе самостоятельной работы в межсессионный период и подготовки к экзамену по аналитической химии заполните схему основных этапов отбора проб и пробоподготовки.

Основные этапы отбора проб и пробоподготовка

Отбор первичной (генеральной) пробы

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

Механическая подготовка твердых проб

.....
.....
.....
.....
.....
.....

Уменьшение и усреднение первичной (твердой) пробы до размера лабораторной. Метод квартования

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

Деление лабораторной пробы, взятие навески, аликвоты

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

Перевод пробы в физическую и химическую форму, наиболее удобную для анализа (разложение пробы)

Озоление (минерализация)

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

Экстракция

.....

.....

.....

.....

.....

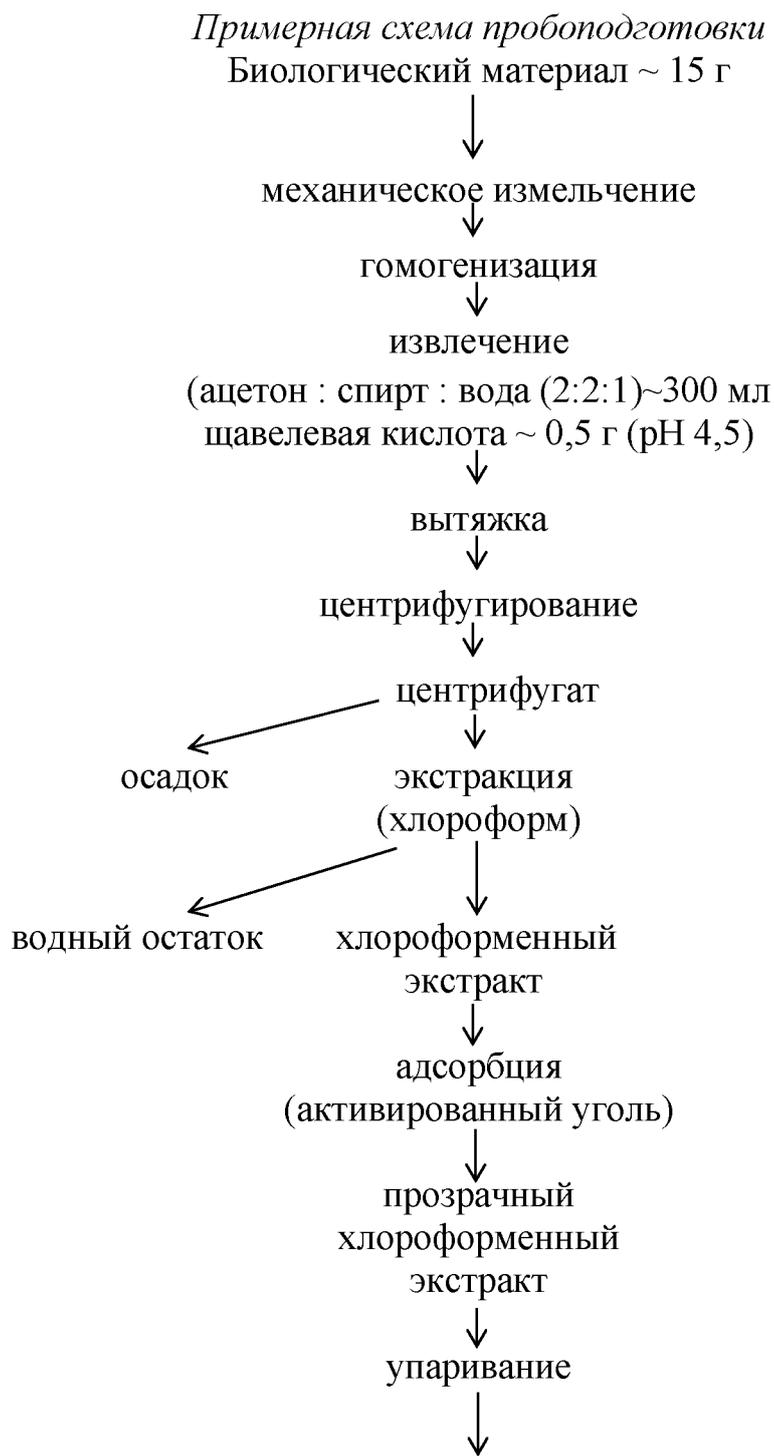
.....

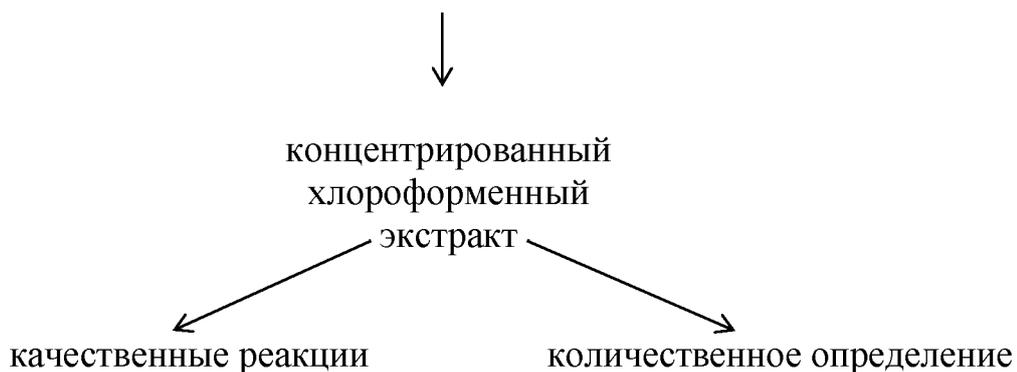
.....

.....
.....
.....
.....

1.1. Лабораторно-практическое занятие «Пробоподготовка биологического материала для анализа на фосфоросодержащие пестициды (ФОС)»

Цель занятия. Изучить пробоподготовку биологического материала, содержащего фосфоросодержащие пестициды, и проведение холинэстеразной пробы на ФОС.





Холинэстеразный тест на ФОС.

В одну пробирку (опытная) вносят 3-4 капли хлороформного экстракта, содержащего ФОС, и выпаривают досуха. К сухому остатку прибавляют 4-5 капель воды, 2 капли индикаторной смеси и через 10 минут 2 капли 0,4% раствора ацетилхолина. Окраска раствора не меняется.

Во вторую пробирку (контроль) вносят 2 капли индикаторной смеси и 2 капли раствора ацетилхолина. Через несколько минут окраска раствора изменяется на желтую, вследствие разложения ацетилхолина с образованием уксусной кислоты.

Отсутствие изменения окраски с синей на желтую указывает на наличие ФОС в исследуемом материале.

1.2. Лабораторно-практическое занятие «Приготовление растворов аналитических концентраций»

Цель занятия. Освоить технику приготовления растворов разного состава и определение их точной концентрации.

Концентрация растворов выражается количеством вещества в определенном объеме или массе растворителя или раствора.

Для приготовления растворов можно использовать твердые и жидкие вещества, безводные и кристаллогидраты. Для растворения используется дистиллированная, бидистиллированная, деионизированная вода и др.

Приготовление растворов включает такие общие приемы, как расчет необходимой навески, взятие ее на электронных весах разной степени точности (в зависимости от необходимости), растворение навески.

Для приготовления растворов используется мерная посуда: мерные колбы, мерные цилиндры, мензурки, химические стаканы.

Приготовленные растворы переливают в реактивные склянки и снабжают этикеткой, на которой указывают, раствор какого вещества содержится в склянке и его концентрацию.

Готовят растворы по массе и объему.

Приготовление раствора по массе. Приготовление растворов по массе (процентная концентрация или массовая доля) включает следующие этапы:

1. Рассчитывают навеску (массу вещества), необходимую для приготовления заданного раствора.
2. Рассчитывают массу растворителя (из массы раствора вычитают массу растворенного вещества).
3. Взвешивают навеску.
4. Отмеряют воду мерным цилиндром или мензуркой (объем воды численно равен его массе, так как плотность – 1 г/см³).
5. В химический стакан переносят навеску и отмеренную воду и перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения навески.

6. Раствор переливают в реактивную склянку и снабжают этикеткой.

Задание 1. Сделайте расчет и приготовьте 20 г 2,5 % раствора NaCl.

.....
.....
.....
.....

Задание 2. Пользуясь правилом креста, рассчитайте, в каком массовом и объемном соотношении нужно смешать этот раствор ($\rho = 1,14 \text{ г/см}^3$) и дистиллированную воду, чтобы получить 0,9 % раствор (физиологический раствор).

.....
.....
.....
.....
.....

Приготовление растворов молярной и эквивалентной концентрации (молярной концентрации эквивалента)

1. Рассчитывают необходимую навеску для заданного раствора.
2. Отвешивают ее на весах.
3. Переносят навеску в мерную колбу необходимого объема через сухую воронку.

Смывают оставшиеся на стенках воронки частицы вещества водой.

4. Растворяют навеску в небольшом количестве воды и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки на горлышке колбы.
5. Раствор переливают в реактивную склянку.

Задание 1. Сделайте расчет и приготовьте 50 см³ 0,1 М раствора NaNO₃.

.....
.....
.....
.....

Задание 2. Сделайте расчет и приготовьте 50 см³ 0,1 н раствора Na₂SO₄.

.....
.....
.....
.....

Приготовление титрованных растворов

Титрованными называются растворы с точно известным титром (концентрацией).

Титрованные растворы бывают 2 видов: **стандартные**, если они приготовлены по точно взятой навеске из стандартных веществ, и **стандартизированные**, если точная концентрация определяется по раствору с известной концентрацией. Стандартными являются такие растворы, которые не меняют свой состав при хранении. Вещества, которые могут быть использованы для получения этих растворов, называют *исходными*, или *стандартными веществами*. Они должны удовлетворять следующим требованиям: вещества

должны быть химически чистыми, устойчивыми при хранении, строго соответствовать химической формуле и по возможности обладать большой эквивалентной массой. К стандартным веществам относятся декагидрат тетрабората натрия (бура) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, дигидрат щавелевой кислоты - $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ и ее соли - оксалаты, дихромат калия $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, гептагидрат сульфата магния - $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, гептагидрат сульфата цинка - $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ и др.

Стандартные титрованные растворы

Стандартные титрованные растворы готовят по точной взятой навеске. Приготовление их включает следующие этапы:

1. Расчет навески для заданного раствора.
2. Взятие навески на аналитических весах.
3. Навеску количественно переносят в мерную колбу необходимого объема, для чего высыпают ее через сухую воронку и смывают оставшиеся частицы вещества в посуде и воронке дистиллированной водой в колбу.
4. Растворяют навеску в небольшом количестве воды и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки на горлышке колбы.
5. Переливают приготовленный раствор в реактивную склянку и, если оставляют на хранение, снабжают этикеткой.
6. Так как навеска окажется не точно такой, как рассчитана для данного раствора, концентрация тоже не будет такой, как задана. Поэтому точную концентрацию приготовленного раствора необходимо вычислить, зная точно взятую навеску. Для этого надо рассчитать коэффициент поправки ($K_{\text{попр.}}$), который покажет, во сколько раз взятая навеска больше или меньше, чем рассчитанная:

$$K_{\text{попр.}} = \frac{m_{\text{практ.}}}{m_{\text{теор.}}}$$

Затем рассчитать точную концентрацию (С) и титр раствора (Т):

$$C_{\text{н (ист)}} = C_{\text{н(теор.)}} \cdot K_{\text{попр.}} \quad T = \frac{C_{\text{н}} \cdot M_{\text{экв.}}}{1000}$$

Задание 1. Приготовить 50 см³ 0,1 н раствора буры из $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$:

1. Рассчитать навеску буры ($m_{\text{теорет.}}$) $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$, необходимую для приготовления 50 см³ 0,1 н. раствора.
2. На аналитических весах взять навеску буры ($m_{\text{пр.}}$).
3. Приготовить раствор и количественно перенести его в реакционную склянку.
4. Рассчитать поправочный коэффициент ($K_{\text{попр.}}$).
5. Рассчитать молярную концентрацию эквивалента и титр приготовленного раствора буры.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

Титрование проводится три раза (результаты должны отличаться не более чем на 0,1 см³).

– Рассчитать нормальную концентрацию и титр раствора серной кислоты.

–

Схема протокола:

1. Приготовление стандартного раствора буры по точно взятой навеске.

$m_{\text{теор. буры}} = \dots$ (расчет); $m_{\text{практ. буры}} = \dots$;

$$K = \frac{m(\text{практ.})}{m(\text{теор.})} = ;$$

$C_{\text{н ист (буры)}} = 0,1 \text{ н} \cdot K = \dots$;

$$T_{\text{буры}} = \frac{C_{\text{н}} \cdot M_{\text{экв.}}}{1000} = \dots$$

Таблица 1. Стандартизация раствора серной кислоты

№ опыта	C _н (буры), моль/дм ³	V(буры), см ³	V(H ₂ SO ₄), см ³	V _{ср.} (H ₂ SO ₄), см ³	C _н (H ₂ SO ₄), моль/дм ³	T(H ₂ SO ₄), г/см ³
1		10				
2		10				
3		10				

$$V_{\text{ср.}} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} = ; \quad C_{\text{н}}(\text{H}_2\text{SO}_4) \cdot V(\text{H}_2\text{SO}_4) = C_{\text{н}}(\text{буры}) \cdot V(\text{буры})$$

$$C_{\text{н}}(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{C_{\text{н}}(\text{буры}) \cdot V(\text{буры})}{V_{\text{H}_2\text{SO}_4}} = ;$$

$$M_{\text{экв.}}(\text{H}_2\text{SO}_4) = \dots; \quad T(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{C_{\text{н}} \cdot M_{\text{экв.}}}{1000} = .$$

Решите задачи

1. 0,65 г препарата NaI растворили в воде и довели объем до 100 см³. Определите титр раствора иодида натрия.

.....

.....

.....

.....

.....

2. Определите титр раствора хлорида кальция CaCl₂, содержащего 3 г соли в 200 г раствора (ρ = 1,2 г/см³)

.....

.....

.....

.....

2. Качественный анализ

Фармакопейный анализ, задачей которого является оценка продукции фармацевтического производства, включает различные аналитические методы определения качественного и количественного состава лекарственных препаратов, представленных в Государственной Фармакопее и другой нормативно-технической документации. Для любого лекарственного средства, допущенного к применению, должны быть утверждены аналитические методы проверки его состава. Как правило, исследование качественного состава лекарственного препарата предшествует определению количественного соотношения входящих в него компонентов. В качественном фармакопейном анализе широко используются химические методы анализа. Если анализируемое вещество является электролитом и находится в растворе, то качественный анализ сводится к обнаружению соответствующих анионов и катионов, входящих в состав лекарственных препаратов.

В таблицах 2 и 3 приведены классификации катионов и анионов, наиболее часто встречающихся в лекарственных средствах. Для удобства анализа они разбиваются на отдельные группы. С помощью групповых реактивов обнаруживают определенную группу ионов, а затем уже более специфическими (частными) реакциями устанавливают конкретные ионы.

Таблица 2. Кислотно-основная классификация катионов

Группа	Катионы	Групповой реактив	Состав и растворимость осадков
I	$\text{Na}^+, \text{K}^+, \text{NH}_4^+$	нет	-
II	$\text{Ag}^+, \text{Hg}_2^{2+}, \text{Pb}^{2+}$	HCl	<i>Хлориды</i> нерастворимы в воде и разбавленных кислотах
III	$\text{Ca}^{2+}, \text{Sr}^{2+}, \text{Ba}^{2+}$	H_2SO_4	<i>Сульфаты</i> нерастворимы в воде и разбавленных кислотах
IV	$\text{Al}^{3+}, \text{Cr}^{3+}, \text{Zn}^{2+}, \text{As}^{3+}, \text{As}^{5+}, \text{Sn}^{2+}, \text{Sn}^{4+}$	NaOH избыток	<i>Гидроксиды</i> растворимы в избытке щелочи
V	$\text{Fe}^{2+}, \text{Fe}^{3+}, \text{Mn}^{2+}, \text{Mg}^{2+}, \text{Bi}^{3+}, \text{Sb}^{3+}, \text{Sb}^{5+}$	NaOH	<i>Гидроксиды</i> нерастворимы в избытке щелочи
VI	$\text{Cu}^{2+}, \text{Hg}^{2+}, \text{Co}^{2+}, \text{Ni}^{2+}, \text{Cd}^{2+}$	NH_4OH	<i>Гидроксиды</i> растворимы в избытке водного раствора аммиака

Таблица 3. Классификация анионов

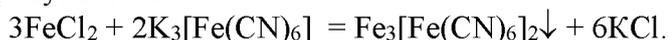
I группа	II группа	III группа
$\text{SO}_4^{2-}, \text{SO}_3^{2-}, \text{S}_2\text{O}_3^{2-}, \text{CO}_3^{2-}, \text{PO}_4^{3-}, \text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	$\text{Cl}^-, \text{Br}^-, \text{I}^-, \text{S}^{2-}, \text{SCN}^-$	$\text{NO}_2^-, \text{NO}_3^-, \text{CH}_3\text{COO}^-, \text{MnO}_4^-$
Групповой реактив BaCl_2	Групповой реактив $\text{AgNO}_3 (\text{HNO}_3)$	Группового реактива нет

2.1. Лабораторно-практическое занятие «Аналитические методы идентификации и обнаружения катионов и анионов»

Цель исследования. Изучить реакции обнаружения катионов и анионов наиболее, часто встречающихся при проведении фармацевтического, токсикологического и сельскохозяйственного анализа.

Реакции обнаружения катиона Fe^{2+}

1. **Гексацианоферрат (III) калия $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (красная кровяная соль)** образует с катионами Fe^{2+} осадок турнбулевой сини:



Выполнение опыта. К 3-4 каплям раствора соли железа (II) прибавьте 1-2 капли красной кровяной соли. Наблюдается выпадение осадка турнбулевой сини.

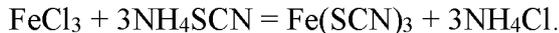
2. **Действие окислителей.** Ионы железа Fe^{2+} - довольно сильные восстановители и способны окисляться под действием ряда окислителей, таких, как пероксид водорода, дихромат калия, перманганат калия в кислой среде. Например, взаимодействие сульфата железа (II) с перманганатом калия заканчивается обесцвечиванием раствора перманганата вследствие образования бесцветных ионов марганца Mn^{2+} :



Выполнение опыта. В пробирку прилейте 3-4 капли раствора сульфата железа (II), 1-2 капли раствора серной кислоты и 6-7 капель раствора перманганата калия. Наблюдается обесцвечивание раствора перманганата калия.

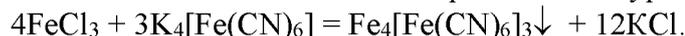
Реакции обнаружения катиона Fe^{3+}

1. **Роданид аммония NH_4SCN или калия KSCN** с катионами Fe^{3+} образует роданид железа (III), обладающий интенсивной кроваво-красной окраской:



Выполнение опыта. К 3-4 каплям раствора, содержащего ионы Fe^{3+} , добавьте 2-3 капли раствора роданида калия. Отметьте цвет полученного раствора.

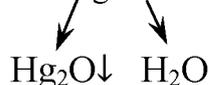
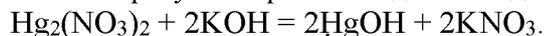
2. **Гексацианоферрат (II) калия $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ (желтая кровяная соль)** образует с катионами трехвалентного железа темно-синий осадок берлинской лазури:



Выполнение опыта. К 3-4 каплям раствора соли железа (III) прибавьте 2-3 капли желтой кровяной соли. Наблюдается выпадение осадка берлинской лазури.

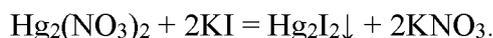
Реакции обнаружения катиона ртути Hg_2^{2+}

1. Ионы ртути (I) **со щелочью** образуют черный осадок оксида ртути (I):

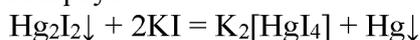


Выполнение опыта. В пробирку добавьте 1-2 капли раствора, содержащего ионы ртути и 1-2 капли раствора едкого натра. Наблюдается выпадение осадка. Испытайте осадок на растворимость в избытке щелочи и в азотной кислоте.

2. **Иодид калия KI** образует с растворами солей ртути (I) осадок Hg_2I_2 грязно-зеленого цвета:



Осадок растворяется в избытке реактива с образованием тетраиодогидраргирата (II) калия и черного осадка металлической ртути:



Выполнение опыта. К 2-3 каплям раствора, содержащего ионы ртути (I), прибавьте несколько капель раствора иодида калия. Наблюдается выпадение осадка грязно-зеленого цвета.

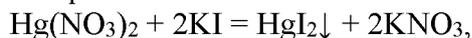
Реакции обнаружения катиона ртути Hg²⁺

1. Едкие щелочи (NaOH, KOH) с катионами ртути (II) образуют аморфный осадок оксида ртути (II) желтого цвета:



Выполнение опыта. К 3-4 каплям раствора соли ртути (II) прибавьте 2-3 капли раствора щелочи. Наблюдается выпадение желтого осадка. Испытайте растворимость полученного осадка в минеральных кислотах и в избытке концентрированного раствора аммиака.

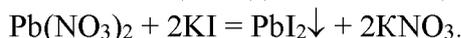
2. Реагентом на ионы ртути (II) является **иодид калия KI**, образующий ярко-красный осадок HgI₂, растворимый в избытке реагента:



Выполнение опыта. К 2-3 каплям соли ртути (II) прилейте несколько капель раствора иодида калия. Наблюдается выпадение ярко-красного осадка иодида ртути (II). Испытайте растворимость полученного осадка в избытке иодида калия.

Реакции обнаружения катиона Pb²⁺

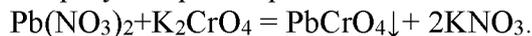
1. Иодид калия KI дает с ионами свинца осадок желтого цвета:



Осадок растворим в горячей воде, в уксусной кислоте. После охлаждения выпадают красивые золотистые кристаллы иодида свинца (II).

Выполнение опыта. К 2-3 каплям соли свинца прибавьте 1-2 капли иодида калия. Наблюдается выпадение желтого осадка. Добавьте 20 капель дистиллированной воды и 8-10 капель уксусной кислоты, кипятите содержимое пробирки до растворения осадка. Дайте раствору охладиться. Наблюдается образование блестящих золотистых кристаллов.

2. Хромат калия K₂CrO₄ образует в растворах солей свинца желтый осадок PbCrO₄:



Выполнение опыта. В пробирку поместите 2-3 капли раствора, содержащего катион свинца, и добавьте такое же количество раствора хромата калия. Наблюдается выпадение желтого аморфного осадка.

Реакция обнаружения катиона NH₄⁺

NaOH или **KOH** выделяют из растворов солей аммония при нагревании газообразный аммиак:



Выполнение опыта. К 3-5 каплям раствора хлорида аммония прилейте несколько капель раствора щелочи. Нагревайте (осторожно). Над парами выделяющегося аммиака подержите смоченную водой фенолфталеиновую бумажку, не касаясь стенок пробирки. Фенолфталеиновая бумажка окрашивается в малиновый цвет.

1. Реактив Несслера (K₂[HgI₄] + KOH) образует с ионами аммония характерный красно-бурый осадок:

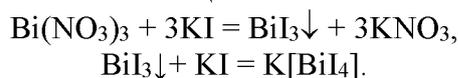


Выполнение опыта. К 2-3 каплям раствора хлорида аммония добавить 1-2 капли реактива Несслера. Образуется осадок красно-бурого цвета. В присутствии следов солей аммония наблюдается желтое окрашивание раствора.

Реакцию следует проводить с некоторым избытком реактива Несслера, так как в избытке солей аммония осадок растворяется.

Реакция обнаружения катиона Bi^{3+}

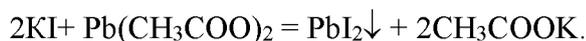
1. При взаимодействии солей висмута (III) с небольшим количеством раствора KI выпадает черный осадок, растворяющийся в избытке реагента. Образующаяся комплексная соль окрашивает раствор в красновато-желтый цвет:



Выполнение опыта. К 5-6 каплям раствора соли висмута добавлять раствор иодида калия до выпадения черного осадка. При дальнейшем добавлении раствора иодида калия наблюдайте растворение осадка с образованием красновато-желтого раствора.

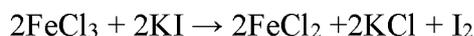
Реакции обнаружения аниона I^-

1. **Нитрат или ацетат свинца** в присутствии иодид-ионов образуют осадок иодида свинца желтого цвета:



Выполнение опыта. В пробирку внесите 5-6 капель раствора KI и 2-3 капли раствора $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$. Наблюдается образование осадка желтого цвета.

2. **Хлорид железа (III)** и другие окислители ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, NaNO_2 , CuSO_4) окисляют иодиды до свободного иода:



Выполнение опыта. В пробирку внесите 5-6 капель раствора хлорида железа (III) добавьте 2-3 капли раствора KI. Наблюдается изменение окраски раствора.

Реакции обнаружения аниона NO_2^-

1. **Разбавленные кислоты** вытесняют из растворов нитритов азотистую кислоту, которая разлагается при этом на воду и оксиды азота:



Выполнение опыта. К 4-5 каплям раствора нитрита натрия прибавляют 8-10 капель концентрированной серной кислоты. Наблюдается выделение бурого газа.

2. **Перманганат калия KMnO_4** в присутствии разбавленной серной кислоты взаимодействует с солями азотистой кислоты



Выполнение опыта. К 4-5 каплям раствора нитрита калия прилейте 5-6 капель серной кислоты. К раствору добавьте KMnO_4 , наблюдается обесцвечивание раствора перманганата калия.

Ответить на вопросы

1. Как можно отличить соединения ртути (II) (Hg^{2+}) от соединения ртути(I) (Hg^+)

.....
.....
.....
.....
.....

2. Как обнаружить соли аммония (NH_4^+)

.....
.....
.....
.....
.....

3. Какими реакциями можно обнаружить соли свинца (II) (Pb^{2+})

.....

.....

.....

4. Какими реакциями открывают соли иодоводородной кислоты (иодид-ионы) (I)

.....

.....

.....

5. Какими реакциями открывают соли азотистой кислоты (нитрит-ионы) (NO_2^-)

.....

.....

.....

6. В одной колбе находится раствор аммиачной селитры, в другой – натриевой селитры. Какими реакциями можно определить, где что находится?

.....

.....

.....

7. В растворе находится смесь солей аммония, трехвалентного железа и марганца. Можно ли с помощью реактива Несслера открыть катионы аммония?

.....

.....

.....

8. Исследуемый раствор образует с гидроксидом натрия черный осадок с иодидом калия - грязно-зеленый. Наличие какого катиона II группы можно предположить?

.....

.....

.....

9. Как отделить хлорид свинца от других хлоридов катионов II аналитической группы?

.....

.....

.....

10. Как можно отдифференцировать соединения железа (II) от соединений железа (III)?

.....
.....
.....

11. При действии разбавленной серной кислоты (~ 1 моль/дм³) на исследуемое вещество наблюдали выделение:

- а) газа с запахом тухлых яиц;
- б) газа с запахом горького миндаля;
- в) газа с запахом уксуса;
- г) бесцветного газа без запаха, при пропускании которого через баритовую воду она мутнела.

Наличие каких веществ можно предположить в каждом из этих случаев.

.....
.....
.....
.....

12. При действии на раствор исследуемого вещества смесью KI и H₂SO₄ появилась коричневая окраска. Какой вывод можно сделать?

.....
.....
.....

13. При действии на раствор исследуемого вещества смесью растворов KMnO₄ и H₂SO₄ произошло обесцвечивание раствора. Какой вывод можно сделать?

.....
.....
.....

3. Количественный анализ

Задачей количественного анализа является определение количества вещества или его составных частей (атомов, ионов, молекул) в исследуемом объекте и разработка соответствующих методов, позволяющих проводить такие исследования.

Все количественные исследования основаны на функциональной зависимости аналитических свойств определенных веществ (объем раствора, масса осадка, плотности раствора, величины ЭДС и др.) от структуры и концентрации, а также на эквивалентном взаимодействии химических веществ в химической реакции.

Количественный анализ позволяет определить соответствие характеристике лекарственных веществ, требованиям нормативно-технических документов, в первую очередь Государственной Фармакопеи. В ней излагаются требования, предъявляемые к лекарственным препаратам, количественное содержание действующего вещества, допустимые примеси, методы количественного анализа, которые следует применять при оценке лекарственных препаратов.

Методы количественного анализа делят на химические и инструментальные. В основе химических методов лежат химические реакции, после которых измеряют либо массу полученного продукта (гравиметрические методы) либо объем реагента известной концентрации, израсходованного на взаимодействие с исследуемым веществом (титриметрические методы).

Инструментальные методы количественного анализа делят на физические и физико-химические. В основе физических методов лежит количественное определение веществ по их физическим свойствам, в основе физико-химических – химические реакции, сопровождающиеся каким-либо изменением физических свойств системы, поддающиеся точному количественному определению.

Инструментальные методы получили такое название вследствие того, что в них используется различное оборудование (инструменты), часто очень сложное и дорогостоящее.

Из химических методов в фармацевтическом анализе наиболее полно представлены титриметрические методы (метод кислотно-основного титрования, комплексонометрии).

Титриметрический анализ основан на точном измерении объема реактива известной концентрации, затраченного на реакцию с определенным объемом раствора анализируемого вещества. В основе титриметрического анализа лежит закон эквивалентов, т. к. при его проведении учитывается количество реагента, эквивалентное количеству определяемого вещества в соответствии с уравнением реакции. Исходя из этого, и проводят расчеты результатов определения.

Методы фармацевтического анализа должны обладать высокой точностью и достоверностью, так как отклонение от дозировки, а также наличие токсических примесей, которые могли попасть в лекарственные препараты на технологической стадии производства, могут привести к тяжелым последствиям. Этим требованиям в наибольшей степени отвечают инструментальные методы анализа. В связи с этим наблюдается тенденция к усилению роли инструментальных методов анализа, обладающих высокой точностью, чувствительностью и селективностью. Поэтому при анализе лекарственных форм все более широкое применение получают методы спектрального анализа, хроматографические и электрохимические методы. В последнее время, помимо традиционных методов, все в большей степени используются иммунохимические методы (РИА, ИФА и др.).

3.1. Лабораторно-практическое занятие «Метод кислотно-основного титрования. Ацидиметрия»

В основе метода кислотно-основного титрования лежит взаимодействие водородных H^+ и гидроксильных ионов OH^- . В зависимости от титранта различают ацидиметрическое титрование (ацидиметрия), когда титрованным раствором является сильная кислота и алкалиметрическое титрование (алкалиметрия), когда титрованным раствором является сильное основание.

Ацидиметрическое титрование используют для определения сильных и слабых оснований, основных солей, органических соединений, обладающих кислотными свойствами.

Алкалиметрическое титрование применяют для определения сильных и слабых кислот, кислых солей и органических соединений, обладающих кислотными свойствами.

Методом кислотно-основного титрования проводят анализ большого числа фармацевтических препаратов, как органической, так и неорганической природы.

Раствор серной кислоты, используемый в данном определении, относится к числу стандартизированных растворов, поэтому его точная концентрация устанавливается по буре $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$.

Цель занятия. Освоить метод проведения кислотно-основного титрования, приготовление необходимых реактивов и расчеты по результатам аналитического исследования.

Приготовление стандартного раствора буры ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)

Задание 1. Приготовить 50 см³ 0,1 н раствора буры из $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$:

1. Рассчитать навеску буры, необходимую для приготовления 50 дм³ 0,1 н раствора.
 $m_{\text{теор.}} (Na_2B_4O_7 \cdot 10 H_2O) =$
2. Взвесить навеску буры на аналитических весах:
 $m_{\text{пр}} (Na_2B_4O_7 \cdot 10 H_2O) =$
3. Приготовить раствор и количественно перенести его в реакционную склянку.
4. Рассчитать поправочный коэффициент:

$$K = \frac{m_{\text{пр}}}{m_{\text{теор}}} =$$

5. Рассчитать молярную концентрацию эквивалента и титр приготовленного раствора буры:

$$C_N(Na_2B_4O_7) = 0,1 \text{ н} \cdot K =$$

$$T(Na_2B_4O_7) = \frac{C_N \cdot M_{\text{экв.}}}{1000} =$$

Приготовление стандартизированного раствора серной кислоты H_2SO_4

Задание 2. Приготовить 500 см³ 0,1 н раствора H_2SO_4 из концентрированной серной кислоты

1. Рассчитать массу серной кислоты в растворе:

$$m = C_N \cdot M_3 \cdot V =$$

.....

.....

2. С помощью ареометра определить плотность концентрированной серной кислоты. По таблице найти концентрацию (массовую долю), соответствующую данной плотности, и определить объем, необходимый для приготовления раствора:

$$\rho =$$

$$V = \frac{m}{\rho}$$

.....

.....

.....

.....

3. Рассчитанный объем концентрированной серной кислоты поместить в мерную колбу на 500 см³ и довести объем до метки.

Стандартизация раствора серной кислоты

Задание 3. Установить точную концентрацию H₂SO₄ по буре:

1. В колбу для титрования отмерить 10 см³ раствора буры и добавить 1-2 капли раствора метилоранжа.

2. Титровать буру рабочим раствором H₂SO₄ до тех пор, пока окраска титруемого раствора не изменится с желтой на розовую.

3. Вычислить молярную концентрацию эквивалента серной кислоты в рабочем растворе.

Таблица 4. Результаты анализа

№ опыта	C _н (буры), моль/дм ³	V(буры), см ³	V(H ₂ SO ₄), см ³	V _{ср.} (H ₂ SO ₄), см ³	C _н (H ₂ SO ₄), моль/дм ³	T(H ₂ SO ₄), г/см ³
1		10				
2		10				
3		10				

$$V_{\text{ср.}} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} =$$

$$C_{\text{н}}(\text{H}_2\text{SO}_4) \cdot V(\text{H}_2\text{SO}_4) = C_{\text{н}}(\text{буры}) \cdot V(\text{буры})$$

$$C_{\text{н}}(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{C_{\text{н}}(\text{буры}) \cdot V(\text{буры})}{V_{\text{H}_2\text{SO}_4}} =$$

$$M_{\text{экв.}}(\text{H}_2\text{SO}_4) =$$

$$T(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{C_{\text{н}} \cdot M_{\text{экв.}}}{1000} =$$

Определение карбонатной жесткости воды

Задание 4. Установить карбонатную жесткость водопроводной воды.

1. В колбу отмерить 50 см³ исследуемой воды и добавить 1-2 капли раствора метилоранжа.
2. Титровать воду рабочим раствором H₂SO₄ до тех пор, пока окраска титруемого раствора не изменится с желтой на розовую.
3. Вычислить карбонатную жесткость воды.
4. Результаты определения.

Таблица 5. Результаты анализа

№ опыта	C _H (H ₂ SO ₄) моль/дм ³	V(H ₂ O), см ³	V(H ₂ SO ₄), см ³	V _{ср.} (H ₂ SO ₄), см ³	Ж _{карб.} , ммоль/дм ³
1		50			
2		50			
3		50			

$$Ж_{карб.} = \frac{C_{к-ты} \times V_{к-ты}}{V_{H_2O}} \times 1000$$

Примеры решения задач

Пример 1. На титрование 10,0 мл раствора азотной кислоты в 3-х опытах затрачено соответственно 11,2; 11,3; 11,2 мл 0,102 н раствора тетрабората натрия. Рассчитайте эквивалентную концентрацию кислоты и ее массу в 200 мл раствора.

Решение: а) из результатов 3-х титрований найдем среднее значение объема раствора тетрабората натрия:

$$V_{ср.(бурь)} = \frac{11,2 + 11,3 + 11,2}{3} = 11,23 \text{ мл}$$

б) рассчитаем эквивалентную концентрацию азотной кислоты:

$$V_{(кисл.)} \cdot C_{H(кисл.)} = V_{(бурь)} \cdot C_{H(бурь)}$$

Отсюда:

$$C_{H(кисл.)} = \frac{V_{(бурь)} \cdot C_{H(бурь)}}{V_{(кисл.)}} = \frac{11,23 \cdot 0,102}{10} = 0,1145 \text{ моль / л}$$

в) рассчитаем титр азотной кислоты:

$$T = \frac{C_H \cdot M_{Э}}{1000} = \frac{0,1145 \cdot 63}{1000} = 7,21 \cdot 10^{-3} \text{ г/мл}$$

г) рассчитаем массу азотной кислоты в 200 мл раствора:

$$m = T \cdot V = 7,21 \cdot 10^{-3} \cdot 200 = 1,4427 \text{ г}$$

Пример 2. Рассчитайте массовую долю NaCl в техническом NaCl, если 0,3 г его растворили в воде и довели объем до 100 мл. На титрование 15 мл этого раствора было затрачено 12 мл 0,05 М раствора AgNO₃.

Решение: $C_{H NaCl} \cdot V_{NaCl} = C_{H AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3}$

3.2. Лабораторно-практическое занятие «Метод комплексонометрии»

Комплексонометрическое титрование - метод титриметрического количественного анализа, основанный на реакциях образования комплексных соединений. Рабочим титрованным раствором в этом методе является трилон Б - динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты ($\text{Na}_2\text{ЭДТА}$). Он образует прочные циклические комплексы (хелаты) с ионами различных металлов, которые и являются объектами количественного определения. Использование в качестве титранта трилона Б обеспечивает важные условия комплексонометрического титрования: независимо от типа иона комплексообразователя всегда образуется комплекс состава 1:1. Поэтому 1 моль-эквивалент трилона Б всегда взаимодействует с 1 моль-эквивалентом определяемого металла.

Расчет по результатам титрования ведется по тем же формулам, что кислотно-основного титрования. В фармацевтическом анализе его используют при определении соединений кальция, магния, бария, железа, висмута и др.

Цель занятия. Освоить метод комплексонометрического титрования, расчет по результатам анализа и приготовление растворов, необходимых для проведения комплексонометрического определения.

Приготовление стандартного раствора сульфата магния по точно взятой навеске.

Задание 1. Приготовить 50 см³ 0,1 н раствора сульфата магния из $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

1. Рассчитать навеску $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, необходимую для приготовления 50 см³ 0,1 н раствора:

$$m_{\text{теор}}(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) =$$

2. Взвесить на аналитических весах навеску $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$:

$$m_{\text{пр}}(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) =$$

3. Приготовить раствор и количественно перенести его в реактивную склянку.
4. Рассчитать поправочный коэффициент:

$$K = \frac{m_{\text{пр}}}{m_{\text{теор}}} =$$

5. Рассчитать молярную концентрацию эквивалента и титр приготовленного раствора сульфата магния:

$$C_{\text{н}}(\text{MgSO}_4) = 0,1 \text{ н} \cdot K =$$

$$T(\text{MgSO}_4) = \frac{C_{\text{н}} \cdot M_{\text{экр.}}}{1000} =$$

Стандартизация раствора трилона Б

Задание 2. Установить концентрацию раствора трилона Б по стандартному раствору сульфата магния.

1. Бюретку заполнить раствором трилона Б.
2. В коническую колбу пипеткой отмерить 10 см³ раствора сульфата магния. В колбу добавить 5 см³ аммиачного буферного раствора и 1-2 капли индикатора хрома темно-синего кислотного.

3. Титровать раствор сульфата магния трилоном Б до тех пор, пока окраска титруемого раствора не изменится с винно-красной на сине-фиолетовую.
4. Титрование проводится три раза и берется среднее значение.
5. Рассчитать нормальную концентрацию и титр раствора трилона Б.

Таблица 6. Результаты анализа

№ опыта	$C_{\text{H}}(\text{MgSO}_4)$, моль/дм ³	$V(\text{MgSO}_4)$, см ³	V (тр. Б), см ³	$V_{\text{ср.}}$ (тр. Б), см ³	C_{H} (тр. Б), моль/дм ³	T (тр. Б), г/см ³
1		10				
2		10				
3		10				

$$V_{\text{ср.}} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3} =$$

$$C_{\text{H}}(\text{тр. Б}) = \frac{C_{\text{H}}(\text{MgSO}_4) \cdot V(\text{MgSO}_4)}{V(\text{тр. Б})} =$$

$$M_{\text{экв.}}(\text{тр. Б}) =$$

$$T(\text{тр. Б}) = \frac{C_{\text{H}} \cdot M_{\text{экв.}}}{1000} =$$

Определение общей жесткости воды

Задание 3. Установить общую жесткость водопроводной воды.

В колбу отмерить 50 см³ исследуемой воды, добавить 5 см³ аммиачного буферного раствора и 2-4 капли индикатора хрома темно-синего кислотного.

1. Титровать воду рабочим раствором трилона Б до тех пор, пока окраска титруемого раствора не изменится с винно-красной на сине-фиолетовую. Титрование проводить 3 раза и взять среднее значение.

2. Вычислить общую жесткость воды.

Таблица 7. Результаты анализа

№ опыта	$V(\text{H}_2\text{O})$, см ³	$C_{\text{H}}(\text{тр. Б})$, моль/дм ³	V (тр. Б), см ³	$V_{\text{ср.}}$ (тр. Б), см ³	Ж воды, ммоль/дм ³
1	50				
2	50				
3	50				

Спектральные методы количественного анализа

Спектральные методы анализа основаны на способности атомов, молекул или ионов испускать, поглощать или рассеивать электромагнитное излучение в определенных условиях, создаваемых в процессе анализа. Регистрируя особенности изменения светового потока после взаимодействия с объектом исследования, получают аналитический сигнал, характеризующий качественный или количественный состав определяемого вещества. Наиболее широко в аналитической химии используется абсорбционный анализ, основанный на измерении поглощения электромагнитного излучения оптического диапазона – ультрафиолетовой, видимой и инфракрасной области спектра.

В основе спектрального анализа исследования лежит качественный и количественный анализ спектров анализируемого образца. Сравнение спектров анализируемого вещества со спектрами индивидуальных веществ (стандартов) позволяет идентифицировать анализируемый объект.

Для количественных исследований регистрируют интенсивность аналитического сигнала, чаще оптическую плотность, функционально связанную с количеством вещества и используя формулу Бугера-Ламберта-Бэра:

$$A = E \cdot C \cdot l, \text{ где}$$

E - молярный коэффициент поглощения,

C - молярная концентрация,

l - толщина поглощающего слоя.

3.3. Лабораторно-практическое занятие «Спектрофотометрическое определение меди в растворе медного купороса $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ »

Цель занятия. Ознакомиться с абсорбционным спектральным анализом. Освоить метод спектрофотометрии, работу со спектрофотометром, приготовление стандартных растворов и построение калибровочного графика.

Приготовление основного стандартного раствора медного купороса

Задание 1. Рассчитайте массу $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$, необходимую для приготовления 500 см³ раствора с концентрацией ионов Cu^{2+} 1 мг/см³:

.....
.....
.....

В мерной колбе приготовить данный раствор.

Приготовление рабочих стандартных растворов CuSO_4 и определение их оптической плотности

Задание 2. Приготовить 4 рабочих раствора по схеме и определить их оптическую плотность. Результаты занести в таблицу 8.

Таблица 8. Схема приготовления и свойства рабочих стандартных растворов

Показатели	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4
р-р CuSO ₄	5 см ³	10 см ³	15 см ³	20 см ³
р-р NH ₃	10 см ³	10 см ³	10 см ³	10 см ³
H ₂ O	до 50 см ³			
С мг/см ³				
А (оптическая плотность)				

1. Рассчитать концентрации 4 рабочих стандартных растворов, приготовленных из основного стандартного раствора, используя формулу:

$$C_{\text{раб.}} = \frac{C_{\text{осн.}} \cdot V_1}{V_{\text{колбы}}}, \text{ где}$$

V_1 – объем основного раствора, добавленного в колбу,

$V_{\text{колбы}}$ – объем колбы,

$C_{\text{основн.}}$ – концентрация основного стандартного раствора.

C_1

.....

.....

C_2

.....

.....

C_3

.....

.....

C_4

.....

.....

.....

2. Построить калибровочный график в координатах оптическая плотность: концентрация Cu²⁺.

.....

.....

.....

.....

.....

3.4. Лабораторно-практическое занятие «Рефрактометрическое определение хлорида натрия в растворе»

Рефракция – это изменения направления прямолинейного распространения света при переходе из одной среды в другую. Как и абсорбция света, рефракция происходит в результате взаимодействия с веществом. Под воздействием электромагнитного излучения происходит поляризация атомов и молекул, возникают наведенные диполи, которые генерируют вторичные волны, взаимодействие которых со световыми приводит к образованию гибридной волны. Она распространяется в веществе со скоростью отличной от той, которой свет обладал в первичной среде и в другом направлении.

Рефрактометрия – это измерение преломления света. Оно оценивается по показателю преломления, который зависит от состава и строения индивидуальных веществ и их концентрации. Поэтому рефрактометрический анализ используют для идентификации индивидуальных веществ, определения строения неорганических и органических соединений, определения концентрации растворов и др.

В работе приведен метод определения концентрации раствора хлорида натрия методом рефрактометрии.

Цель занятия. Изучить метод рефрактометрии и устройство рефрактометра Аббе. Освоить определение концентрации хлорида натрия рефрактометрическим методом.

Ход анализа.

Приготовление рабочих стандартных растворов хлорида натрия

Задание 1. Рассчитать массу соли и воды для приготовления 20 см³ стандартных растворов NaCl с концентрацией 2, 4, 8, 12%.

W%₀₁.....

.....

.....

W%₀₂.....

.....

.....

W%₀₃.....

.....

.....

W%₀₄.....

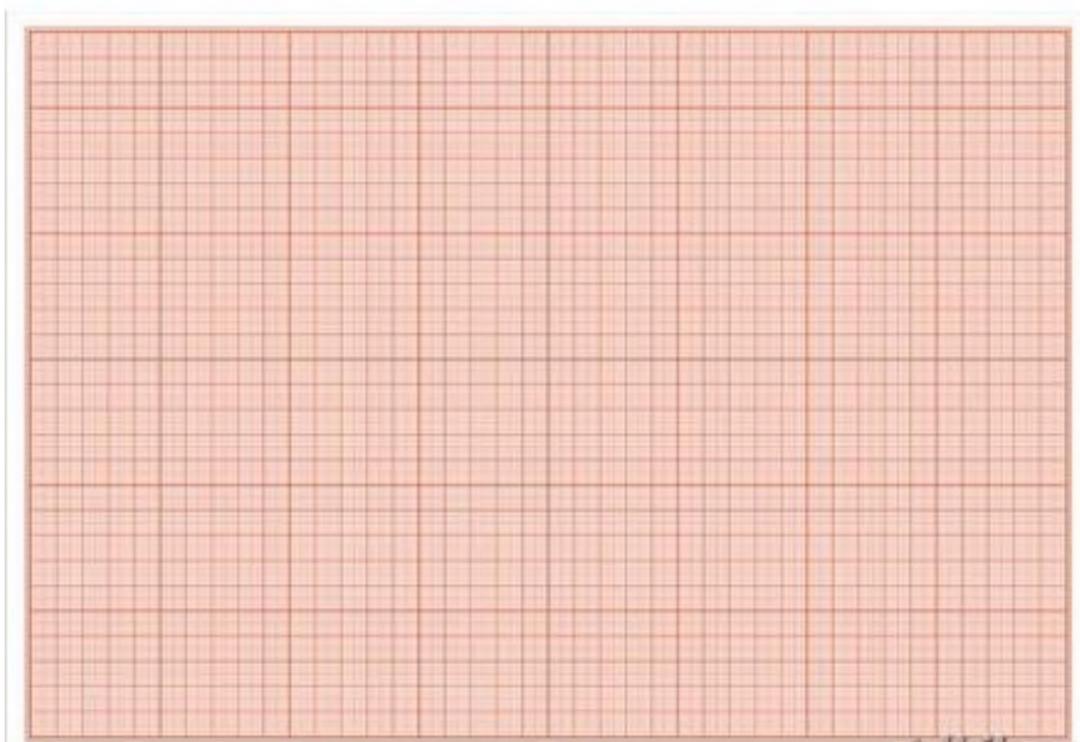
.....

.....
.....
Задание 2. Определите на рефрактометре показатель преломления рабочих стандартных растворов и занесите их в таблицу 9.

Таблица 9. Приготовление и характеристика стандартных рабочих растворов NaCl

№ рабочего раствора	Массовая доля, %	Масса соли, г	Объем воды, см ³	Показатель преломления
1				
2				
3				
4				

Построить калибровочный график в координатах показатель преломления: концентрация NaCl:



Задание 3. Определить концентрацию в % NaCl в контрольном растворе, используя калибровочный график.

$$\omega \% =$$

Хроматографические методы

Хроматография - метод разделения и анализа многокомпонентных сложных систем, основанный на многократно повторяющихся процессах перераспределения компонентов смеси между двумя несмешивающимися фазами. Это разделение происходит в динамике, т.е. в процессе движения одной фазы (подвижной) относительно другой (неподвижной). Подвижной фазой может служить жидкость, или газ, неподвижной - твердый пористый материал, или жидкость, удерживаемая пористым материалом (носителем). Различные вещества по-разному перераспределяются между фазами, поэтому скорость их движения с потоком жидкости или газа различна. Поэтому при хроматографии происходит дифференцированная миграция компонентов разделяемой смеси на ряд фракций (зон, пиков, полос), образующих хроматограмму. Каждая фракция при этом содержит один компонент смеси.

Методы хроматографического анализа по агрегатному состоянию системы, в которой производится разделение, делятся на газовую, жидкостную, газо-жидкостную.

По механизму разделения они делятся на: адсорбционную (в основе лежат процессы адсорбции), ионообменную (в основе лежит обмен ионами), распределительную (основана на распределении компонентов между двумя несмешивающимися жидкостями), гель-хроматографию (в основе лежит размер молекул) и некоторые другие.

По форме и технике проведения различают колончатую, капиллярную и тонкослойную хроматографию.

3.5. Лабораторно-практическое занятие «Определение содержания нитрата натрия методом ионообменной хроматографии»

Цель занятия. Освоить хроматографический метод анализа. Провести определение нитрата натрия методом ионообменной хроматографии.

Ход анализа

Внимание! До начала, в ходе выполнения работы и после ее завершения постоянно следить за тем, чтобы над слоем катионита оставался слой жидкости высотой не менее 1 см.

Получите у преподавателя контрольный раствор нитрата натрия и количественно перенесите его на колонку с катионитом. Ослабляя винтовой зажим, установите скорость вытекания жидкости из колонки в колбу объемом 250 см³ 2 капли в секунду. Стаканчик, в котором находится раствор нитрата натрия, ополосните дистиллированной водой, промывную жидкость также перенесите в колонку. Когда высота слоя жидкости над катионитом составит 1-1,5 см, начните промывание колонки дистиллированной водой, каждый раз приливая ее небольшими порциями после того, как предыдущая порция воды стечет до уровня 1 см над слоем катионита. Промывные воды, выходящие из колонки, тщательно соберите в ту же колбу. Промывание колонки с катионитом закончите тогда, когда окраска метилоранжа, нанесенного на бумажный фильтр, перестанет изменяться от одной капли раствора, вытекающего из колонки (каплю перенесите на фильтр стеклянной палочкой). После этого зажим закройте, следя за тем, чтобы над катионитом оставался слой жидкости высотой 1-1,5 см.

Определение концентрации азотной кислоты, вышедшей из колонки

Титрование азотной кислоты, вышедшей из колонки, проведите 0,1 н раствором NaOH. Для этого в колбу с раствором азотной кислоты, вытекшим из колонки, добавьте 2 капли метилового оранжевого и титруйте раствором щелочи до изменения окраски

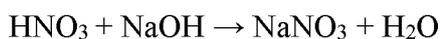
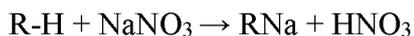
индикатора с розовой на оранжево-желтую. Отметьте объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование кислоты:

$$V_{\text{NaOH}} =$$

$$n_{\text{NaOH}} = C_{\text{M NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}}$$

Определение концентрации нитрата натрия в анализируемом образце

Рассчитайте массу азотной кислоты исходя из механизма ионнообменной реакции и закона эквивалентов:



$$n(\text{HNO}_3) = n(\text{NaOH}) = n(\text{NaNO}_3)$$

$$T_{\text{NaOH/NaNO}_3} = \frac{C_{\text{H}}(\text{NaOH}) \cdot M_{\text{э}}(\text{NaNO}_3)}{1000}$$

$$m(\text{NaNO}_3) = T_{\text{NaOH/NaNO}_3} \cdot V_{(\text{NaOH})}$$

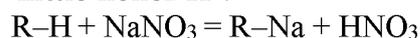
.....
.....
.....
.....

Вывод:
.....
.....
.....
.....

Примеры решения задач

Пример 1. Взяли 10 мл раствора нитрата натрия и пропустили через хроматографическую колонку с катионитом в H^+ - форме. На титрование раствора, вышедшего из колонки, затратили 12 мл 0,2 н раствора NaOH. Рассчитать массу нитрата натрия в 100 мл раствора.

Решение: а) при пропускании нитрата натрия через колонку в H-форме происходит обмен ионов Na^+ на эквивалентное число ионов H^+ .



б) определим объем NaOH, затраченный на титрование HNO_3 , вышедшей с колонки после пропускания 100 мл раствора NaNO_3 . На титрование HNO_3 после пропускания 10 мл NaNO_3 затрачено 12 мл NaOH, а после пропускания 100 мл соответственно в 10 раз больше (120 мл)

в) рассчитаем число моль – эквивалентов NaOH в 120 мл 0,2 н раствора

в 1000 мл – 0,2 моль

в 120 мл – x

$$x = 0,024 \text{ моль}$$

г) согласно закону эквивалентов: $n_3(\text{NaOH}) = n_3(\text{HNO}_3) = n_3(\text{NaNO}_3) = 0,024$
 $m = n_3 \cdot M_3; \quad M_3(\text{NaNO}_3) = 85 \text{ г/моль};$
 $m(\text{NaNO}_3) = 85 \text{ г/моль} \cdot 0,024 \text{ моль} = 2,04 \text{ г}.$

Решите задачи

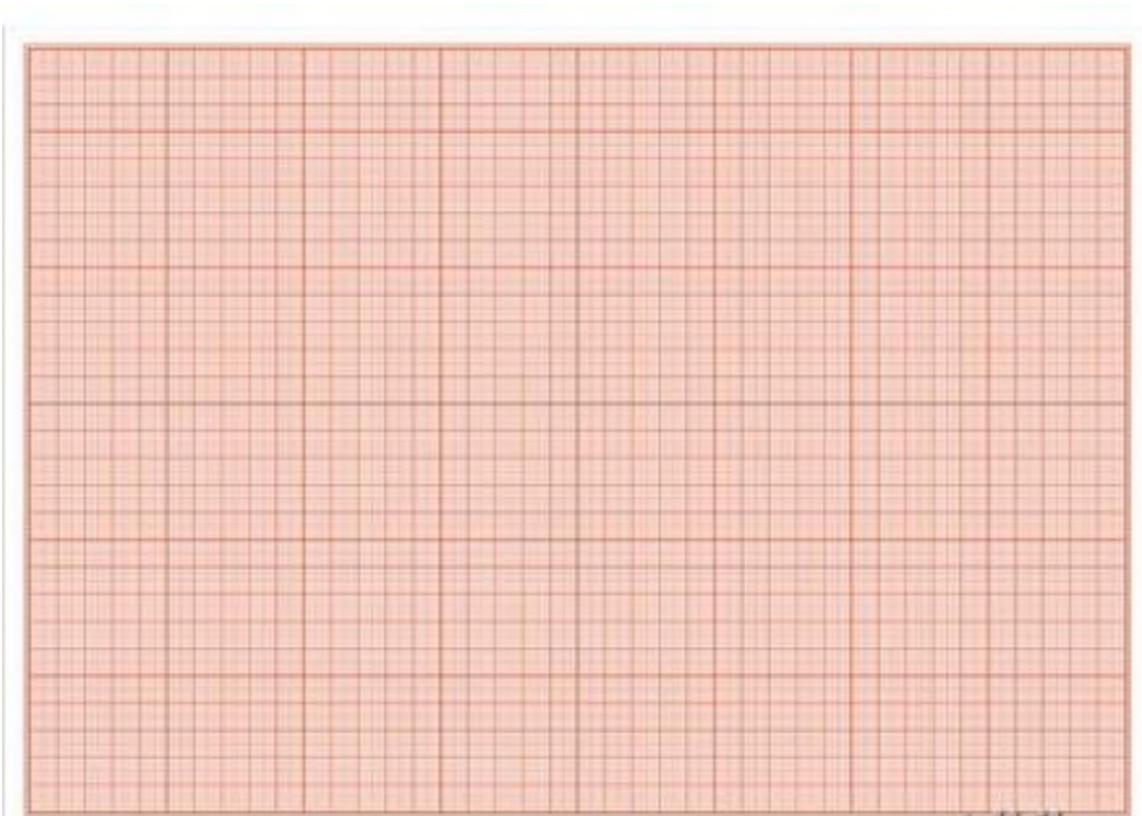
1. Через хроматографическую колонку с катионитом в Н-форме пропустили 15 см^3 раствора нитрата натрия NaNO_3 . На титрование раствора, вышедшего из колонки, затратили 20 см^3 $0,2 \text{ н}$ раствора NaOH . Рассчитайте массу нитрата натрия в 1 дм^3 раствора и составьте схему ионного обмена.

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

2. При определении этилового спирта методом газовой хроматографии измерили на хроматограмме высоту пиков (h) в зависимости от массы спирта (m) и получили следующие данные:

$m, \text{ мг}$	0,2	0,4	0,6	0,8
$h, \text{ мм}$	18	37	52	70

При пропускании через хроматографическую колонку образца этилового спирта высота пика составила 42 мм . Постройте калибровочный график в координатах: высота пика-масса этилового спирта и определите содержание этилового спирта в образце.



.....

.....

.....

.....

.....

3. 15 см^3 раствора хлорида натрия пропустили через колонку с ионитом в OH^- форме. На титрование раствора, вышедшего из колонки, затратили $8,5 \text{ см}^3$ $0,2 \text{ н}$ раствора соляной кислоты. Рассчитайте массу хлорида натрия в 500 см^3 и составьте схему ионного обмена.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

3.6. Лабораторно-практическое занятие «Обнаружение фосфорсодержащих пестицидов методом тонкослойной хроматографии»

Тонкослойная (планарная, плоскостная) хроматография характеризуется тем, что в отличие от колоночной и капиллярной хроматографии, разделение происходит в тонком (плоском) слое сорбента, который наносится на подложку (стеклянная, полимерная пластина). В настоящее время в тонкослойной хроматографии используются готовые пластины с нанесенным слоем сорбента (силуфол, сорбфил и др.), которые производятся различными фирмами («Мерк», Германия, «Ватман», США и др.). При движении в тонком слое сорбента анализируемые вещества проявляют различную подвижность в зависимости от их способности адсорбироваться на неподвижном носителе. При стандартизации условий хроматографирования, идентификацию разделенных веществ можно проводить по их подвижности (величине R_f). Идентификацию можно проводить так же путем использования свидетелей, стандартных веществ с известной величиной R_f .

Цель занятия. Ознакомиться с техникой проведения тонкослойной хроматографии и определением фосфорсодержащих пестицидов.

Ход анализа

Хроматографирование проводят на готовых пластинках для ТСХ с закрепленным на них слоем сорбента (силуфол, сорбфил). Простым карандашом намечают линию старта примерно в 2 см от нижнего края пластины и линию финиша примерно в 9 см от стартовой линии. На стартовой линии пластины намечают точки внесения исследуемого материала (ФОС) и свидетелей (если они есть). В намеченные точки вносят капилляром полученные экстракты, содержащие ФОС, так, чтобы диаметр пятен не превышал 2-3 мм. Перед помещением в хроматографическую камеру пластинку подсушивают 3-4 мин. В качестве камеры используют стеклянный сосуд с притертой крышкой. В работе чаще используют восходящий способ хроматографического разделения. Подвижную фазу помещают в камеру в плоском стеклянном сосуде (чашке Петри). В нее помещают пластинку таким образом, чтобы уровень подвижной фазы был ниже уровня старта на 5-7 мм. Камеру плотно закрывают и хроматографируют до достижения линией растворителя положения на 1 см ниже финишной линии. После этого пластину вынимают из камеры, подсушивают в вытяжном шкафу 10-15 мин. и используют для анализа ФОС.

Оценка хроматограммы и идентификация ФОС

После высушивания пластины для обнаружения на ней ФОС ее опрыскивают из пульверизатора раствором проявителя, измеряют величину L_x – путь, пройденный ФОС, величину L_s – путь, пройденный фронтом растворителя, рассчитывают величину R_f по формуле $R_f = L_x / L_s$ и идентифицируют ФОС.

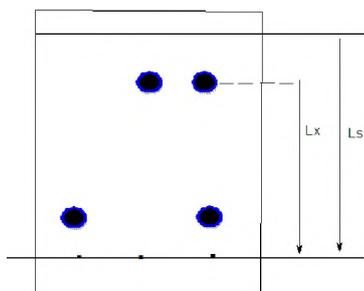


Рис. 1 - Схема тонкослойной хроматограммы

Lx – длина пробега центра хроматографической зоны анализируемого вещества (измеряют на пластине расстояние от центра пятна до стартовой линии);

Ls – длина пробега фронта растворителя (измеряют расстояние от фронта растворителя до стартовой линии).

Проявление серусодержащих ФОС (метафос). Пластику обрабатывают 5% раствором NaOH, нагревают 5-10 мин. в термостате при 100-110°C. На пластине появляются пятна лимонного цвета.

Проявление дихлофоса и хлорофоса. Пластинку опрыскивают 1% раствором о-толуидина и ацетона и облучают УФ – светом. Через 3-5 мин. дихлофос и хлорофос проявляются в виде пятен голубовато-синего цвета.

Выполните задания

1. Рассчитайте величину Rf, внесите в таблицу 10, объясните, что она характеризует и как использовать эти данные для идентификации ФОС.

2. Можно ли использовать величину Rf, если изменяются условия ТСХ (изменение неподвижной, подвижной фазы и др.)? Ответ мотивируйте.

3. Как еще можно идентифицировать ФОС после тонкослойной хроматографии?

Таблица 10. Подвижность ФОС по результатам тонкослойной хроматографии.

Наименование ФОС	Сорбент (неподвижная фаза)	Подвижная фаза					
		хлороформ			гексан-ацетон 2:1		
		Lx	Ls	Rf	Lx	Ls	Rf
хлорофос	Силуфол	6,8	8,4		6,2	8,5	
карбофос		5,9	8,4		5,7	8,5	
метафос		6,3	8,4		7,1	8,5	
хлорофос	Сорбфил	7,4	8,6		6,8	7,2	
карбофос		6,2	8,6		6,9	7,2	
метафос		8,1	8,6		5,4	7,2	

Электрохимические методы

Электрохимические методы основаны на процессах, протекающих на поверхности электрода и околоэлектродном пространстве (электрохимической ячейке) и измерении электрохимических параметров, связанных с химическими процессами, происходящими в растворе.

Аналитическими сигналами в этих методах служат различные электрические параметры (потенциал, сила тока, сопротивление и др.), которые можно измерить и которые функционально связаны с концентрацией анализируемого вещества.

Различают прямые и косвенные электрохимические методы. В прямых методах используют зависимость какого-либо электрического параметра от концентрации определенного компонента. В косвенных методах измерение силы тока, потенциала и других параметров используют для нахождения конечной точки титрования.

Наиболее часто из электрохимических методов используют потенциометрию для определения концентрации водородных ионов H^+ (рН-метрия) и других катионов и анионов (ионометрия).

Потенциометрия - электрохимический метод, основанный на измерении потенциала электрода, точнее - на измерение ЭДС гальванического элемента, составленного из двух электродов-индикаторного электрода и электрода сравнения. Потенциал индикаторного электрода зависит от концентрации определенного иона, потенциал электрода сравнения остается постоянным в процессе измерения.

Для определения концентрации водородных ионов (рН) и других ионов используются мембранные электроды. Важнейшей составной частью таких электродов является полупроницаемая мембрана, отделяющая внутреннюю часть электрода, где находится внутренний раствор от анализируемого и пропускающие только ионы одного вида. В частности, для определения величины рН используется индикаторный электрод с очень тонкой стеклянной мембраной.

3.7. Лабораторно-практическое занятие «Потенциометрическое определение рН»

Цель занятия. Определить величину рН гидролизующейся соли и буферного раствора методом прямой потенциометрии.

Ход анализа

Задание 1. Приготовить раствор ацетата натрия, определить его рН и влияние разбавления на величину рН.

1) рассчитать навеску, необходимую для приготовления 50 см³ 0,01 н нормального раствора CH_3COONa :

$$m(CH_3COONa_{теор}) =$$

2) взять на аналитических весах навеску соли:

$$m(CH_3COONa_{практ}) =$$

3) приготовить раствор и количественно перенести его в реакционную склянку.

4) рассчитать поправочный коэффициент, молярную концентрацию эквивалента и величину рН (теор.) приготовленного раствора:

$$K_{\text{попр.}} = \frac{m_{\text{практ.}}}{m_{\text{теор.}}}$$

$$C_{\text{H(ист.)}} = 0,1 \cdot K =$$

$$\text{pH}_{\text{теор.}} = 7 - \frac{1}{2} \text{I}g K_{\text{к-ты}} + \frac{1}{2} \text{I}g C_{\text{соли}}$$

.....
.....
.....

5) с помощью рН-метра определите значение рН полученного раствора:

$$\text{pH}_{\text{(практ.)}} =$$

б) разбавьте раствор в 2 раза и измерьте рН полученного раствора. Сделайте вывод о влиянии разбавления на степень гидролиза.

.....
.....
.....
.....
.....

Задание 2. Приготовить 50 см³ ацетатного буферного раствора с концентрацией компонентов 0,1 мМ/дм³ и соотношением компонентов 1:1 из исходных растворов уксусной кислоты (0,2 М) и ацетата натрия (0,2 М). Определить его рН.

.....
.....
.....
.....
.....

1) рассчитайте рН полученного буферного раствора:

$$\text{pH}_{\text{теор.}} = \text{p}K_{\text{к-ты}} - \text{I}g \frac{C_{\text{к-ты}}}{C_{\text{соли}}}$$

.....
.....
.....

2) с помощью рН-метра определите значение рН полученного раствора:

$$\text{pH}_{\text{практ.}} =$$

Вывод:

.....

.....

Решите задачи

1. Рассчитать pH ацетатного буферного раствора, приготовленного смешиванием 200 см³ 0,1 н раствора уксусной кислоты CH₃COOH и 200 см³ 0,05 н раствора ацетата натрия CH₃COONa ($K_d(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1,74 \cdot 10^{-5}$).

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

2. Определите pH буферного раствора, полученного смешиванием 100 см³ 0,1 М раствора хлорида аммония NH₄Cl и 100 см³ раствора гидроксида аммония NH₃·H₂O. $K_d(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 1,75 \cdot 10^{-5}$.

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

.....

3. В каких молярных соотношениях нужно взять компоненты фосфатного буферного раствора NaH₂PO₄ и Na₂HPO₄, чтобы получить буферный раствор с pH=6. $K_d(\text{H}_2\text{PO}_4^-) = 6,2 \cdot 10^{-8}$.

3.8. Лабораторно - практическое занятие «Определения содержания нитрат - ионов методом потенциометрии (ионометрия)»

В методе ионометрии используются ион-селективные электроды, потенциал которых зависит от концентрации определенного иона в растворе. В данном определении индикаторным является NO₃⁻ - селективный электрод, потенциал которого зависит от концентрации нитрат-ионов, а электродом сравнения является хлор-серебряный электрод.

- воды - до 50 см³

- С_М

Рабочий стандартный раствор №5:

- рабочего стандартного раствора №4 - 5 см³

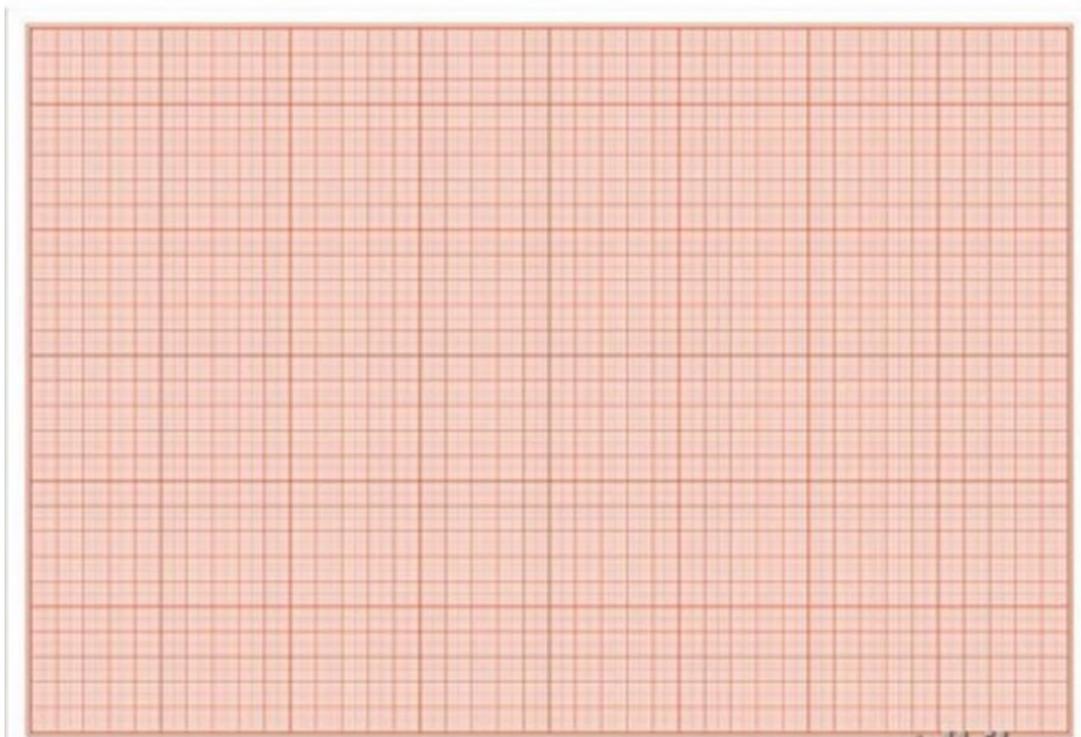
- воды - до 50 см³

- С_М

Таблица 11. Данные для построения калибровочного графика

№ рабочего стандартного раствора	1	2	3	4	5
С _М					
Е, мВ					

По данным таблицы 11 построить калибровочный график в координатах; концентрация нитрат иона (С_М) - величина Е (ЭДС)



Задание 2. Измерить величину Е (ЭДС) в соответствии с инструкцией, приложенной к прибору. По калибровочному графику определить концентрацию иона NO₃⁻ в контрольном растворе.

С_{М(контр.раствора)} =

Примеры решения задач

Пример 1. Вычислить потенциал медного электрода, помещенного в раствор нитрата меди, относительно насыщенного хлорсеребряного электрода, если в 150 см³ раствора содержится 24,2 г Cu(NO₃)₂ · 3H₂O.

Решение: Стандартный потенциал пары Cu²⁺/Cu равен 0,345В, потенциал насыщенного хлорсеребряного электрода равен 0,201 В. Медный электрод, опущенный в раствор соли меди, является электродом первого рода, его потенциал зависит от природы потенциалоопределяющей пары и концентрации катиона Cu²⁺ (окисленной формы):

$$\varphi = \varphi^\circ (\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}) + \frac{0,059}{2} \lg[\text{Cu}^{2+}]$$

Концентрацию иона Cu²⁺ определяют из соотношения:

$$C_{\text{н}} (\text{Cu}^{2+}) = C_{\text{н}} (\text{Cu}(\text{NO}_3)_2)$$

$$C_{\text{н}} = \frac{m}{M \cdot V}; \quad C_{\text{н}}(\text{Cu}^{2+}) = \frac{24,2}{241,6 \cdot 0,15} = 0,668 \text{ моль/л.}$$

Подставляем значение C_н(Cu²⁺) в уравнение Нернста:

$$\varphi = 0,345 + \frac{0,059}{2} \lg 0,668 = 0,345 - 0,0051 = 0,340 \text{ В.}$$

Потенциал одного электрода относительно другого определяют как разность потенциалов этих электродов, измеренных относительно нормального водородного. При этом всегда от большей величины отнимают меньшую. Следовательно ЭДС элемента, составленного из медного и насыщенного хлорсеребряного электродов:

$$E = \varphi_{\text{Cu}} - \varphi_{\text{хс}} = 0,340 - 0,201 = 0,139 \text{ В.}$$

Пример 2:

а) рассчитайте массу нитрата натрия, необходимую для приготовления 200 см³ основного стандартного раствора (ОСР) с концентрацией нитрат-ионов NO₃⁻ - 0,5 моль/дм³. Как приготовить такой раствор?

Решение: M (NaNO₃) = 85 г/моль

$$\begin{array}{l} 1 \text{ моль NaNO}_3 \text{ ————— } 85 \text{ г} \\ 0,5 \text{ моль} \text{ ————— } x_1 \end{array}$$

$$x_1 = \frac{0,5 \cdot 85}{1} = 42,5 \text{ г}$$

$$\begin{array}{l} \text{в } 1000 \text{ см}^3 \text{ ————— } 42,5 \text{ г} \\ 200 \text{ см}^3 \text{ ————— } x_2 \end{array}$$

$$x_2 = \frac{42,5 \cdot 200}{1000} = 8,5 \text{ г}$$

Для приготовления такого раствора в мерную колбу на 200 см³ помещают навеску нитрата натрия 8,5 г и доводят дистиллированной водой до метки. Так как в 1 моль NaNO₃ содержится 1 моль нитрат-ионов (NO₃⁻), то приготовленный раствор по концентрации ионов будет соответствовать заданию.

б) рассчитайте приготовление из основного рабочего раствора 100 см³ рабочего стандартного раствора (РСР) с концентрацией нитрат-ионов 0,1 моль/дм³

Решение:

1000 см³ ОСР содержит 0,1 моль нитрат-ионов

100 см соответственно 0,01 моль нитрат-ионов

1000 см³ ОСР содержит 0,5 моль NO₃⁻
x см³ ————— 0,01 моль NO₃⁻

$$x = \frac{1000 \cdot 0,01}{0,5} = 20 \text{ см}^3$$

Для приготовления 100 см³ рабочего стандартного раствора в мерную колбу на 100 см³ помещают 20 см³ ОСР и доводят дистиллированной водой до метки.

Пример 3: Рассчитайте ионную силу раствора, содержащего в 100 см³ 0,5 г хлорида натрия и 0,1 г хлорида калия.

Решение: Ионная сила раствора определяется как полусумма произведений молярной концентрации каждого иона на квадрат его заряда:

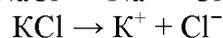
$$\mu = \frac{1}{2} \sum C_i Z_i^2,$$

Находим молярную концентрацию NaCl и KCl

$$C_M(\text{NaCl}) = \frac{0,5}{58 \cdot 0,1} = 0,085 \text{ моль/л};$$

$$C_M(\text{KCl}) = \frac{0,1}{74,5 \cdot 0,1} = 0,013 \text{ моль/л}$$

Так как NaCl и KCl - сильные электролиты:



то концентрация иона Na⁺ будет равна 0,085 моль/л, иона K⁺ - 0,013 моль/л, иона Cl⁻ - 0,098 моль/л (0,085+0,013)

Откуда:

$$\mu = \frac{1}{2} [0,085 \cdot 1^2 + 0,013 \cdot 1^2 + 0,098 \cdot (-1)^2] = 0,196$$

После изучения количественных методов анализа сформулируйте основные особенности этих методов и заполните приведенную ниже схему.

Эмиссионный спектральный анализ:

- принцип метода

.....
.....
.....
.....
.....

- аналитический сигнал

.....
.....
.....
.....
.....

- расшифровка аналитического сигнала (спектра)

.....
.....
.....
.....
.....

Абсорбционный спектральный анализ:

- принцип метода

.....
.....
.....
.....
.....

- аналитический сигнал

.....
.....
.....
.....
.....

- расшифровка аналитического сигнала (спектра)

.....
.....
.....

.....
.....
Масс-спектрометрия:

- принцип метода

.....
.....
.....
.....
.....

- аналитический сигнал

.....
.....
.....
.....
.....

- расшифровка аналитического сигнала (масс-спектрограммы)

.....
.....
.....
.....
.....

Газовая хроматография:

- принцип метода

.....
.....
.....
.....
.....

- аналитический сигнал (хроматограмма)

.....
.....
.....
.....
.....

- расшифровка хроматограммы

.....
.....
.....
.....
.....

.....
.....

Жидкостная хроматография:

- принцип метода

.....
.....
.....
.....

- аналитический сигнал (хроматограмма)

.....
.....
.....
.....

- расшифровка хроматограммы

.....
.....
.....
.....

Ионообменная хроматография

- принцип метода

.....
.....
.....
.....

- аналитический сигнал (хроматограмма)

.....
.....
.....
.....

- расшифровка хроматограммы

.....
.....

.....
.....
.....

Гель – хроматография:

- принцип метода

.....
.....
.....
.....

- результат хроматографирования

.....
.....
.....
.....

- аналитический сигнал (хроматограмма)

.....
.....
.....
.....

Аффинная хроматография:

- принцип метода

.....
.....
.....
.....

- аналитический сигнал

.....
.....
.....
.....

- оценка результата

.....
.....

.....
.....
.....
.....

Потенциометрия (определение рН):

- принцип метода

.....
.....
.....
.....

- аналитический сигнал

.....
.....
.....
.....

- оценка результата

.....
.....
.....
.....

Типовые аналитические задачи

1. В каких мольных соотношениях нужно взять компоненты ацетатной буферной смеси $\text{CH}_3\text{COOH}/\text{CH}_3\text{COONa}$, чтобы получить буферный раствор с $\text{pH}=5$ ($K_{\text{к-ты}}=1,75 \cdot 10^{-5}$).
2. Вычислить pH буферного раствора, в 1 л которого содержится 6,0 г уксусной кислоты и 0,82 г ацетата натрия ($K_{\text{к-ты}}=1,75 \cdot 10^{-5}$).
3. Для приготовления стандартного раствора 500 мг CoCl_2 растворили в 50 мл. При фотометрировании оптическая плотность стандартного раствора составила 0,3, а исследуемого 0,25. Определить концентрацию исследуемого раствора в моль/дм³.
4. Вычислить растворимость PbSO_4 , если $\text{PP}_{\text{PbSO}_4} = 1,6 \cdot 10^{-8}$. Определит ли выпадет ли осадок при смешивании равных объемов 0,02 М раствора $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ и 0,01 М раствора Na_2SO_4 .
5. Вычислить потенциал цинкового электрода, помещенного в раствор, содержащий 20 г ZnCl_2 в 200 мл раствора относительно стандартного водородного электрода ($\varphi^0_{\text{Zn}^{2+}/\text{Zn}} = -0,76\text{В}$).
6. Оптическая плотность исследуемого раствора 0,5. Для построения калибровочного графика использовали растворы того же вещества с концентрацией 3, 6, 9, 12 мг/см³. При фотометрировании они имели оптическую плотность соответственно 0,2 0,4 0,6 0,8. Постройте калибровочный график и определите концентрацию исследуемого вещества.
7. Выпадет ли осадок при смешивании равных объемов 0,01 М BaCl_2 и 0,01 М Na_2SO_4 . $\text{PP}_{\text{BaSO}_4} = 1,1 \cdot 10^{-10}$? Определите растворимость BaSO_4 .
8. Растворимость ZnS равна $1,26 \cdot 10^{-12}$. Определить произведение растворимости ZnS и выпадет ли осадок при смешивании равных объемов 0,001 М раствора ZnCl_2 и 0,0001 М раствора Na_2S .
9. 100 см³ 0,1 н NaOH титруют 0,1 н раствором HCl . Чему будет равен pH титруемого раствора, когда будет оттитровано 50 мл NaOH ?
10. К 200 мл 0,1 М раствора циановодородной кислоты добавили 200 см³ 0,2 М раствора цианида натрия. Определить pH полученного буферного раствора ($K_{\text{к-ты}} = 6,2 \cdot 10^{-10}$).
11. Определить массовую долю кальция в $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, если по результатам анализа навеска $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ составила 0,3485 г, а масса осадка CaSO_4 - 0,2613 г.
12. Какой объем 0,2 н HCl (избыток осадителя должен составить 50%) потребуется для осаждения серебра из навески AgNO_3 массой 0,7 г.?
13. Вычислить потенциал медного электрода, помещенного в раствор, содержащий 25 г $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ в 200 см³ раствора, относительно стандартного водородного электрода ($\varphi^0_{\text{Cu}^{2+}/\text{Cu}} = 0,345$).
14. В процессе титрования к 15 см³ 0,1 н HNO_3 добавили 10 мл 0,1 н NaOH . Вычислить pH полученного раствора.
15. Образец технического гидроксида бария массой 1,24 г растворили в воде и получили 100 см³ раствора. В колбу для титрования взяли аликвотную долю 10 см³ и оттитровали 0,087 н раствором соляной кислоты, которой пошло 16,42 см³. Вычислить массовую долю гидроксида бария в образце в %.
16. К 20 см³ раствора хлорида кальция добавили 25 см³ 0,2 н раствора трилона Б. На титрование избытка трилона Б израсходовали 9,1 см³ раствора сульфата магния. Рассчитайте эквивалентную концентрацию и титр раствора хлорида кальция.
17. Технический образец сульфата железа (II) массой 3,1 г растворили и получили 250 см³ раствора. На титрование 10 см³ полученного раствора пошло 17,0 см³ раствора перманганата калия с титром 0,00237 г/см³. Вычислите массовую долю сульфата железа (II) в образце.
18. В процессе титрования к 20 см³ 0,01 н раствора KOH добавили 10 см³ 0,01 н раствора HCl . Вычислите pH полученного раствора.
19. 20 см³ нитрата калия пропустили через колонку с катионитом в H -форме. На титрование раствора, вышедшего с хроматографической колонки, затратили 16 см³ 0,1 н NaOH . Составьте схему ионного обмена и рассчитайте массу нитрата калия в 200 см³ раствора.

Вопросы для самостоятельного изучения и конспектирования

в межсессионный период

1. Предмет и задачи аналитической химии. Объекты исследования фармацевтического, судебно-химического и сельскохозяйственного анализа.
2. Отбор и подготовка пробы к анализу. Методы разделения и концентрирования: осаждения, озоления, экстракции, дистилляции, отгонки.
3. Теория растворов. Слабые электролиты. Степень и константа диссоциации.
4. Теория растворов. Сильные электролиты. Теория сильных электролитов Дебая и Хюккеля. Ионное произведение воды.
5. Водородный показатель, рН и способы его определения. Расчеты величины рН в растворах сильных и слабых кислот, сильных и слабых оснований, полипротонных кислот, смесях сильных и слабых кислот.
6. Кислотно-основные взаимодействия. Ионное произведение воды. Протонная теория Бренстеда-Лоури.
7. Свойства буферных растворов и их использование в аналитической химии.
8. Окислительно-восстановительные реакции в аналитической химии. Окислительно-восстановительные потенциалы, уравнение Нернста, влияние условий на течение ОВР.
9. Использование комплексных соединений в аналитической химии. Константа образования и константа нестойкости комплексного иона. Оптические свойства комплексных соединений.
10. Реакции осаждения в аналитической химии. Произведение растворимости.
11. Произведение растворимости и его использование при проведении анализа. Эффект общего иона, дробное осаждение, перевод одного осадка в другой.

Качественный анализ

12. Химические методы качественного анализа. Аналитические реакции, специфичность, чувствительность. Микрористаллоскопические, капельные реакции. Дробный и систематический анализ.
13. Методы «сухого» качественного анализа. Окрашивание пламени, получение окрашенных перлов, анализ методом растирания, методом нагревания. Реактивные бумаги.
14. Качественный анализ катионов 1-й аналитической группы. Частные реакции на катионы NH_4^+ , K^+ , Na^+ .
15. Катионы 2-й аналитической группы. Групповой реактив. Частные реакции на катионы Pb^{2+} , Hg_2^{2+} , Ag^+ .
16. Качественный анализ катионов 3-й аналитической группы. Групповой реактив. Частные реакции на катионы Ba^{2+} и Ca^{2+} .
17. Анализ катионов 4-й группы. Групповой реактив. Частные реакции на As^{3+} , As^{5+} , Cr^{3+} .
18. Анализ катионов 5-й группы. Групповой реактив. Частные реакции на катионы Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} .
19. Катионы VI группы. Групповой реактив. Частные реакции обнаружения катионов Hg^{2+} , Cu^{2+} .
20. Анализ анионов 1-й группы. Групповой реактив. Частные реакции на анионы SO_4^{2-} , SO_3^{2-} , PO_4^{3-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$.
21. Анализ анионов 2-й группы. Групповой реактив. Частные реакции на анионы Cl^- , I^- .
22. Анализ анионов III группы. Частные реакции на анионы NO_2^- и NO_3^- .
22. Общий качественный анализ неизвестного вещества. Составьте схему анализа $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Количественный анализ

Гравиметрические и титриметрические методы

23. Гравиметрический анализ. Метод осаждения. Основные этапы. Вычисления.
24. Общая характеристика титриметрических методов анализа. Классификация. Индикаторы. Приготовление титрованных растворов. Способы титрования.

25. Способы получения титрованных растворов. Способы титрования. Фиксирование точки эквивалентности. Вычисления по результатам титрования.
26. Метод кислотно-основного титрования. Принцип метода. Ацидиметрия. Алкалиметрия. Титранты, кривые титрования, индикаторы.
27. Аргентометрия. Методы Мора, Фольгарда, Фаянса. Сущность метода, титранты, индикаторы.
28. Комплексонометрия. Условия образования комплексонов. Трилон Б. Металлоиндикаторы.
29. Общая характеристика методов окислительно-восстановительного титрования. Окислительно-восстановительные потенциалы. Классификация. Индикаторы. Титранты.
30. Методы окислительно-восстановительного титрования. Перманганатометрия. Иодометрия.
31. Свойства комплексных соединений. Комплексоны. Комплексонометрическое титрование.

Физико-химические методы

32. Хроматографический анализ. Классификация методов хроматографического анализа. Основные понятия и параметры (хроматограмма, хроматографический пик, время удерживания, объем удерживания, коэффициент разрешения и др.).
33. Газовая хроматография. Принцип метода. Общая схема газового хроматографа. Качественная и количественная расшифровка хроматограмм.
34. Жидкостная хроматография. Принцип метода. Схема жидкостного хроматографа, техника выполнения. Классическая и высокоэффективная жидкостная хроматография.
35. Ионообменная хроматография. Принцип метода, ионообменники, катиониты и аниониты. Техника выполнения.
36. Тонкослойная хроматография. Принцип метода, техника выполнения, качественная и количественная интерпретация хроматограмм. Аффинная хроматография.
37. Распределительная хроматография. Гель-хроматография. Хроматография на бумаге. Восходящая, нисходящая, круговая хроматография.
38. Энергетические переходы в атомах и молекулах. Спектр атомов. Спектр молекул.
39. Спектрофотометрия. Принцип метода, схема устройства спектрофотометра. Использование в аналитической химии.
40. Флюориметрия. Теоретические основы метода. Принципиальная схема флюориметра. Возможности использования.
41. Атомно-эмиссионная спектрометрия. Принцип метода, техника выполнения, принципиальная схема атомно-эмиссионного спектрометра.
42. Абсорбционная спектрометрия. Оптическая плотность, закон Ламберта-Бэра. Вычисления концентрации анализируемого вещества по значению оптической плотности.
43. Атомно-абсорбционная спектрометрия. Принцип определения. Техника выполнения. Схема атомно-абсорбционного спектрометра.
44. Молекулярно-абсорбционная спектрометрия. ИК-спектрометрия. Спектрометрия в УФ – и видимой части спектра.
45. Спектральные методы. Нефелометрия. Турбидиметрия. Рефрактометрический анализ.
46. Электрохимические методы. Принцип определения. Электрохимическая ячейка. Металлические и мембранные электроды.
47. Потенциометрия. Принцип метода. Прямая потенциометрия. рН – метрия. Потенциометрическое титрование.
48. Кондуктометрия. Принцип метода. Прямая кондуктометрия. Кондуктометрическое титрование.
49. Кулонометрия. Прямая кулонометрия. Кулонометрическое титрование.
50. Полярографический анализ. Схема полярографической ячейки. Использование метода в количественном анализе.

Литература

1. Холод, В. М. Основы аналитической химии: учебное пособие для студентов вузов по специальности «Ветеринарная фармация» / В. М. Холод, Т. В. Пипкина, О. В. Господарик. – Витебск: ВГАВМ, 2014 - 299 с.
2. Холод, В. М. Практикум по аналитической химии: учебное пособие для студентов вузов по специальности «Ветеринарная фармация»/ В. М. Холод, Т. В. Пипкина, О. В. Господарик. – Витебск: ВГАВМ, 2016.- 146 с.
3. Холод, В. М. Задания для самостоятельной работы по аналитической химии: уч.-метод. пособие / В. М. Холод, Т. В. Пипкина, О. В. Господарик. – 2-е изд. стереотипн. – Витебск: ВГАВМ, 2011. – 56 с.

Учебное издание

Холод Валерий Михайлович,
Пипкина Татьяна Владимировна,
Бизунов Андрей Викторович

**ЛАБОРАТОРНЫЕ И ПРАКТИЧЕСКИЕ
РАБОТЫ ПО ДИСЦИПЛИНЕ
«АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ»**

Рабочая тетрадь

Ответственный за выпуск В. П. Баран
Технический редактор Е. А. Алисейко
Компьютерный набор Т. В. Пипкина
Компьютерная верстка Е. В. Ковалевская
Корректор Т. А. Никитенко

Подписано в печать 28.11.2024. Формат 60×84 1/8.
Бумага офсетная. Ризография.
Усл. печ. л. 6,98. Уч.-изд. л. 2,56. Тираж 50 экз. Заказ 2535.

Издатель: учреждение образования «Витебская ордена «Знак Почета»
государственная академия ветеринарной медицины».
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя,
распространителя печатных изданий № 1/ 362 от 13.06.2014.
Ул. 1-я Доватора, 7/11, 210026, г. Витебск.
Тел.: (0212) 48-17-70.
E-mail: rio@vsavm.by
<http://www.vsavm.by>