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

В. М. Холод, Л. Н. Громова, В. П. Баран

ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО ДИСЦИПЛИНЕ «ТОКСИКОЛОГИЧЕСКАЯ ХИМИЯ». ХИМИКО-ТОКСИКОЛОГИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Рабочая тетрадь

для студентов по специальности
«Ветеринарная фармация»

_____

ФИО студента

_____ курс_____ группа

Витебск
ВГАВМ
2026

УДК 619:615.9
ББК 48.571
Х73

Рекомендовано 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*;
кандидат биологических наук, доцент *Л. Н. Громова;*
кандидат биологических наук, доцент *В. П. Баран*

Рецензенты:
кандидат биологических наук, доцент *Е. Н. Кудрявцева;*
кандидат ветеринарных наук, доцент *В. В. Петров*

Холод, В. М.

Х73 Лабораторные работы по дисциплине «Токсикологическая химия». Химико-токсикологический анализ : рабочая тетрадь для студентов по специальности «Ветеринарная фармация» / В. М. Холод, Л. Н. Громова, В. П. Баран. – Витебск : ВГАВМ, 2026. – 56 с. –ISBN 978-985-591-313-0.

Рабочая тетрадь подготовлена в соответствии с учебной программой по дисциплине «Токсикологическая химия» для студентов высших учебных заведений по специальности 6-05-0841-02 «Ветеринарная фармация». В рабочей тетради рассматриваются современные спектральные, хроматографические, иммунохимические и титриметрические методы химико-токсикологического анализа. Предназначена для лабораторных работ.

УДК 619:615.9
ББК 48.571

ISBN 978-985-591-312-3

© УО «Витебская ордена «Знак Почета» государственная академия ветеринарной медицины», 2026

Содержание

Введение 4
Правила работы в химической лаборатории 5
Лабораторная работа №1. Отбор проб и пробоподготовка. Предварительное исследование биологического материала 6
Лабораторная работа № 2. Определение токсических веществ методом газовой хроматографии 9
Лабораторная работа № 3. Определение токсических веществ методом тонкослойной хроматографии 12
Лабораторная работа № 4. Определение токсикантов методом иммуноферментного анализа (ИФА) 15
Лабораторная работа № 5. Определение токсикантов методом поляризационного флуоресцентного анализа (ПФИА) 18
Лабораторная работа № 6. Определение токсических веществ методом атомно-молекулярной абсорбционной спектрометрии (ААС, АМС) 19
Лабораторная работа № 7. Электрохимические методы анализа токсических веществ. Ионометрия 22
Лабораторная работа № 8. Изолирование токсикантов из биологического материала методом минерализации. Качественные реакции на «металлические яды» 25
Лабораторная работа № 9. Количественное определение «металлических ядов» в минерализате 28
Лабораторная работа № 10. Качественные реакции на «летучие яды» 30
Лабораторная работа № 11. Изолирование токсических веществ перегонкой с водяным паром. Качественный анализ дистиллята 31
Лабораторная работа № 12. Количественный анализ дистиллята. Определение хлорпроизводных органических веществ методом аргентометрии 35
Лабораторная работа № 13. Химико-токсикологический анализ веществ, экстрагируемых органическими растворителями из кислой среды 37
Лабораторная работа № 14. Химико-токсикологический анализ токсикантов, экстрагируемых органическими растворителями из щелочной среды и токсикантов слабоосновного характера 41
Лабораторная работа № 15. Химико-токсикологический анализ токсикантов, изолируемых органическими растворителями. Пестициды 43
Лабораторная работа № 16. Химико-токсикологический анализ токсических веществ, изолируемых настаиванием с водой 47
Лабораторная работа № 17. Химико-токсикологический анализ ядовитых газов 51
Литература 53
Приложение 54

Введение

Рабочая тетрадь является учебно-методическим пособием к изучению дисциплины «Токсикологическая химия» и соответствует учебной программе по этой дисциплине. В основе токсикологической химии лежат методы химико-токсикологического анализа. Без этого трудно установить причину отравления (клинические признаки отравления, как правило, мало специфичны), проследить динамику болезни, назначить необходимое лечение и сделать правильный прогноз. В учебно-методическом пособии рассматриваются современные спектральные, хроматографические, иммунохимические методы, которые наиболее широко используются при анализе токсических веществ. Большое внимание уделено титриметрическим методам и качественному анализу, которые до настоящего времени используются при химико-токсикологическом анализе.

Лабораторные работы, представленные в учебно-методическом пособии, включают широкий круг токсикантов, принадлежащих к различным классам органических и неорганических соединений: спиртам, галогенопроизводным органических веществ, пестицидам, «металлическим ядам», солям, кислотам и др.

Непосредственно лабораторной работе предшествует теоретическая часть, в которой студентам необходимо кратко изложить принцип определения, дать описание используемого оборудования и привести расчеты по приготовлению основных реактивов нужной концентрации и объема. По результатам выполненной лабораторной работы необходимо произвести расчеты с использованием соответствующих формул и сделать вывод с указанием полученных результатов.

Правила работы в химической лаборатории

1. Ознакомьтесь с вывешенными в лаборатории правилами и примите их к сведению.
2. Прежде чем приступить к работе по данной теме, тщательно изучите ее описание, подготовьте необходимые приборы и реактивы.
3. Работайте тщательно, аккуратно, без излишней торопливости. Во время работы будьте предельно внимательны. Только при аккуратной работе можно получить правильные результаты. В работе следует пользоваться только незагрязненными реактивами и чистой посудой.
4. Выполняйте только порученную вам работу. Используйте оборудование лаборатории только по прямому назначению. Не выполняйте работу на неисправном оборудовании. Обо всех неисправностях немедленно сообщайте преподавателю.
5. Все емкости с реактивами, используемые при работе, должны быть снабжены этикетками с четким названием вещества или химической формулой. Пользоваться реактивами без этикеток запрещается.
6. Работы с вредными веществами проводите только под тягой! Концентрированные кислоты и щелочи наливайте осторожно, под тягой в вытяжном шкафу, не уносите их на свои рабочие места.
7. Твердые вещества следует брать из банок сухим шпателем либо специальной ложкой и не загрязнять одно вещество другим.
8. Не выливайте излишки взятого реактива в общую склянку во избежание возможного загрязнения содержимого склянки.
9. Если в описании работы специально не указано, сколько нужно взять вещества, то брать следует в возможно меньшем количестве: жидкостей – не более 8-10 капель (при помощи пипетки), сухих веществ – несколько кристаллов.
10. Если концентрированная кислота или щелочь попали на кожу, то смойте ее водопроводной водой и, по указанию преподавателя, обработайте это место нейтрализующим раствором.
11. При нагревании жидкостей не держите пробирку или колбу отверстием к себе или в сторону находящегося рядом человека.
12. Не выливайте в раковину отработанные концентрированные кислоты и щелочи, а пользуйтесь для этого банками, установленными под тягой.
13. При всех несчастных случаях следует немедленно обращаться к преподавателю, ведущему занятие.
14. По окончании работы следует вымыть всю бывшую в употреблении посуду и привести в порядок свое рабочее место.

Дата:_____

Лабораторная работа №1
Отбор проб и пробоподготовка.
Предварительное исследование биологического материала

Цель работы: изучить основные правила отбора проб и методы пробоподготовки; провести предварительные исследования биологического материала.

Основные понятия

Проба

Представительная проба

Лабораторная проба

Генеральная проба

Навеска

Аликвота

Основные методы пробоподготовки

Визуальный осмотр образцов небиологических и биологических проб

Разрушение пробы (механическое, химическое, ультразвуком)

Уменьшение и усреднение пробы

Лиофилизация

Депротеинизация

Делипидизация

Фильтрация и центрифугирование

Гидролиз (деконъюгация)

Дериватизация

Изолирование токсикантов из объекта исследования
Экстракция (ЖЖЭ, ТФЭ, СФЭ)

Перегонка с водяным паром

Озоление

Микродиффузия

Методы очистки проб

Предварительное исследование биологического материала

Определение плотности мочи

Определение pH мочи

Определение сероводорода в моче

Проба на метанол и этанол

Проба на хлороформ и другие хлоропроизводные углеводородов
Реакция отщепления хлора

Реакция Фудживара

Реакция с резорцином

Проба на ацетон

Проба на наличие салициловой кислоты
с нитратом железа (III)

с хлоридом железа (III)

Проба на наличие ароматических углеводородов с реактивом Марки

Проба на многоатомные спирты с раствором сульфата меди (II) и щелочи

Обнаружение производных пиразолона по реакции с хлоридом железа (III)

Проба на парацетамол

Вывод

Дата:_____

Лабораторная работа №2

Определение токсических веществ методом газовой хроматографии

Цель работы: изучить метод газовой хроматографии, научиться расшифровывать хроматограммы.

Хроматография. Принцип метода

Основные виды

Газовая хроматография

Подвижная фаза

Неподвижная фаза

Схема и основные блоки газового хроматографа

Хроматограмма

Хроматографический пик и его параметры

Идентификация пиков на хроматограмме

Время удерживания:
- абсолютное ***(t_R)***

- исправленное ***(t'_R)***

- относительное ***($t'_{R\ отн}$)***

Удерживаемый объем:
- абсолютный ***(V_R)***

- исправленный ***(V'_R)***

- относительный ***($V'_{R\ отн}$)***

Индексы удерживания Ковача

Задание 1. Рассчитайте параметры удерживания производных метилового, этилового, пропилового и изопропилового спирта (рисунок 1). Результаты занесите в таблицу 1.

Таблица 1 - Результаты анализа хроматограммы

№ п/п	ℓ	t_R	t'_R	V'_R	$V'_{R\,отн}$	вещества
1						
2						
3						
4						

Примечание: ℓ - расстояние на хроматограмме от места ввода пробы до появления максимума пика; v - скорость движения диаграммы ленты, 1/6 мм/с; U - объемная скорость газа-носителя 0,385 см^3/с.

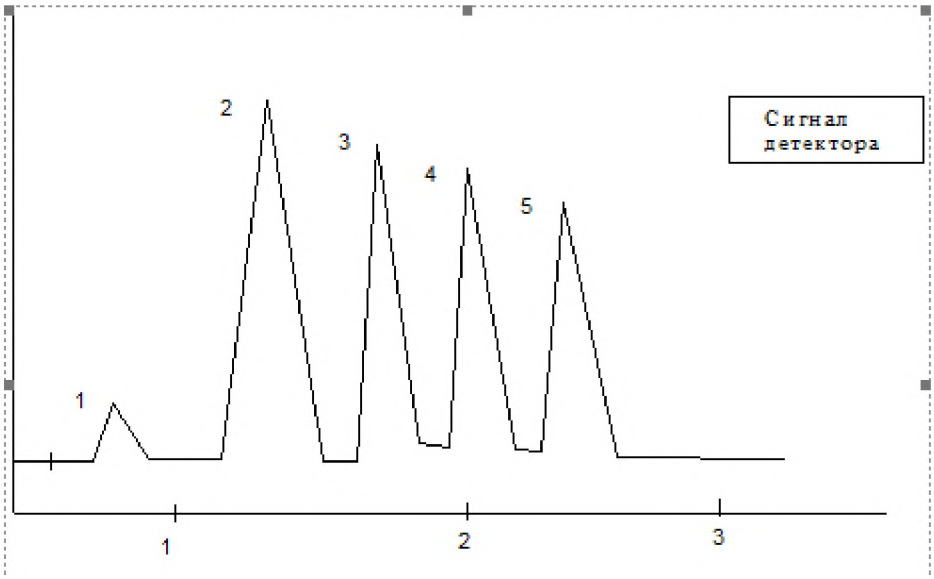


Рисунок 1 - Хроматограмма смеси алкилнитритов
1 - несорбируемый компонент, 2 - метилнитрит, 3 - этилнитрит,
4 - изопропилнитрит, 5 - пропилнитрит

Задание 2. Получите у преподавателя хроматограмму, определите и внесите в таблицу необходимые параметры и идентифицируйте вещества. Стандарт – тетрагидрофуран.

Таблица 2 - Результаты анализа хроматограммы

№п/п	ℓ	t_R	t'_R	V'_R	$V'_{R\,отн}$	вещества
1						
2						
3						
4						

Примечание: ℓ - расстояние на хроматограмме от места ввода пробы до появления максимума пика; v - скорость движения диаграммной ленты, 1/6 мм/с; U- объемная скорость газа-носителя: колонка 1 - 0,386 см^3/с; колонка 2 - 0,388 см^3/с.

Таблица 3 - Параметры удерживания некоторых «летучих» ядов

№ п/п	Определяемое соединение	Колонка № 1			Колонка № 2		
		$V_{R,см^3}^{исп}$	$V_{отн}$	J	$V_{R,см^3}^{исп}$	$V_{отн}$	J
1	пентан	4,10	0,13	500	2,23	0,09	500
2	гексан	8,46	0,27	600	4,58	0,19	600
3	гептан	17,17	0,55	700	9,17	0,37	700

Продолжение таблицы 3

№ п/п	Определяемое соединение	Колонка № 1			Колонка № 2		
		$V_{R,см^3}^{нсп}$	$V_{отн}$	J	$V_{R,см^3}^{нсп}$	$V_{отн}$	J
4	октан	35,12	1,13	800	17,29	0,71	800
5	нонан	71,28	2,29	900	35,23	1,32	900
6	декан			1000	60,70	2,48	1000
7	диэтиловый эфир	6,92	0,22	573	4,23	0,18	591
8	циклогексан	17,56	0,57	703	10,00	0,41	715
9	ацетон	17,82	0,57	704	16,47	0,67	791
10	метилендихлорид	27,56	0,89	766	30,00	1,23	889
11	этилацетат	30,00	0,96	778	26,47	1,08	868
12	*трет*-бутанол	30,89	0,99	782	29,17	1,19	884
13	тетрагидрофуран	31,15	1,00	783	24,47	1,00	856
14	тетрахлорметан	31,28	1,00	784	26,47	1,08	868
15	*и*-пропанол	33,46	1,07	793	33,17	1,36	905
16	этанол	33,71	1,08	794	35,88	1,46	917
17	метилэтилкетон	33,58	1,08	794	29,88	1,22	888
18	бензол	43,20	1,39	829	38,82	1,59	929
19	хлороформ	54,10	1,74	861	54,00	2,21	982
20	трихлорэтилен	58,46	1,88	872			
21	*н*-пропанол	28,42	2,08	886	68,00	2,78	1017
22	бутанол-2	65,25	2,09	887			
23	1,2-дихлорэтан	71,41	2,29	901	76,23	3,12	1035
24	толуол	88,46	2,84	930	70,70	2,89	1024
25	1,4-диоксан	89,48	2,87	932	83,88	3,43	1049
26	пентахлорэтан	89,61	2,88	933	62,11	2,54	1004
27	дибутиловый эфир	89,61	2,88	937	47,05	1,93	960
28	*и*-бутанол	95,0	3,05	941	95,41	3,90	1069
29	бутилацетат	117,30	3,76	971	85,52	3,49	1052
30	*н*-бутанол	136,02	4,37	992	135,41	5,53	1123
31	*и*-пентанол	214,74	6,89	1057			
32	кумол	232,05	7,45	1068	158,00	6,45	1147
33	*н*-пентанол	289,48	9,29	1099	257,05	10,51	1221

***Вывод*:**

Дата:_____

Лабораторная работа №3

Определение токсических веществ методом тонкослойной хроматографии

Цель работы: изучить метод тонкослойной хроматографии, технику выполнения и расшифровку хроматограмм.

Принцип ТСХ

Агрегатное состояние фаз и механизм распределения

Подготовка хроматографической пластины

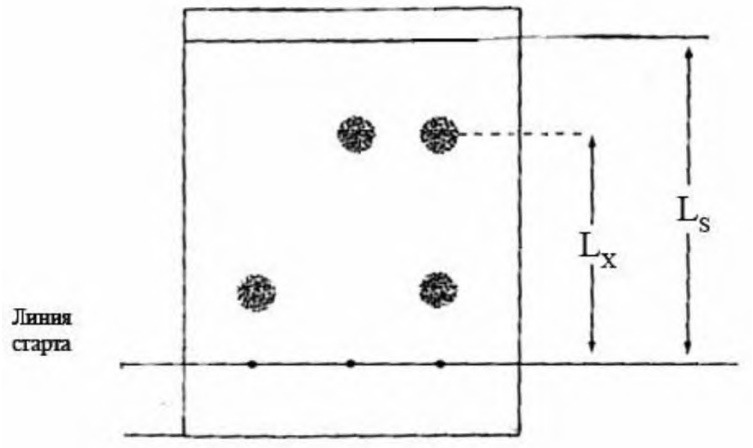


Рисунок 2 - Схема тонкослойной хроматограммы
L_X– длина пробега центра хроматографической зоны анализируемого вещества;
L_S – длина пробега от стартовой линии до фронта растворителя

Идентификация веществ на хроматограмме:
- величина R_f и ее определение

- «свидетели»

- окраска специфическими реактивами

УФ-облучение

Количественная оценка результатов хроматографирования

Задание 1. Рассчитайте величину R_f и идентифицируйте катион, используя таблицу 4. Результаты занесите в таблицу 5.

Таблица 4 - Подвижность катионов

Катион	Cr^{3+}	Ni^{2+}	Al^{3+}	Mn^{2+}	Co^{2+}	Pb^{2+}	Cu^{2+}	Zn^{2+}	Bi^{3+}
R_f	0,02	0,13	0,15	0,25	0,54	0,70	0,77	0,94	1,00

Таблица 5 - Результаты хроматографирования смеси солей

Подвижность катиона, $L_к$	Подвижность Растворителя, Ls	Величина R_f	Катион
5,95	8,5		
1,1	8,5		
6,55	8,5		
0,18	9,0		
9,0	9,0		
1,35	9,0		
8,48	9,0		

Задание 2. Рассчитайте величину R_f и определите катионы контрольной задачи, используя данные таблицы 6. Составьте схему с расположением свидетелей и исследуемых ионов.

Таблица 6 - Результаты хроматографирования «свидетелей» и контрольной задачи

№ п/п	Стандарты «свидетели»				Контрольная задача			Катионы
	катион	L_k	L_s	R_f	L_k	L_s	R_f	
1	Pb^{2+}	6,9	8,3			8,3		
2	Co^{2+}	8,2						
3	Cu^{2+}	7,8			7.3			
4	Zn^{2+}	4,8			5.7			
5	Cd^{2+}	6,6						
6	Fe^{3+}	7,3						
7	Bi^{3+}	5,8						
8	Cr^{3+}	3,2						

Схема расположения «свидетелей» и исследуемых ионов:

***Вывод*:**

Дата:_____

Лабораторная работа №4

Определение токсикантов методом иммуноферментного анализа (ИФА)

Цель работы: изучить теоретические основы и технику выполнения ИФА при анализе токсических веществ.

Принцип и механизм ИФА

Особенности ИФА при анализе токсикантов

Классификация методов ИФА

Конкурентный гетерогенный ИФА

Прямой

Непрямой

Определение свободного тироксина гетерогенным конкурентным прямым ИФА

Оборудование:
- планшет 96-луночный, полистирольный;
- спектрофотометр вертикального сканирования;
- шейкер;
- полуавтоматические пипетки.

Условия анализа приведены по тест-системе «ИФА - свободный тироксин».

Примерный ход анализа.

1) адсорбция антител (иммунной сыворотки) в лунках планшета (набор может уже иметь планшет с адсорбированными антителами);

2) внести в лунки планшета определяемые аналиты, КП, ИС, КС согласно схеме (КП - калибровочные пробы; КС - контрольная сыворотка; ИС - исследуемая сыворотка).

Схема планшета

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
A	КП1	КП1	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС
B	КП2	КП2	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС
C	КП3	КП3	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС
D	КП4	КП4	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС
E	КП5	КП5	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС
F	КП6	КП6	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС
G	КС	КС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС
H	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС	ИС

3) внести в лунки планшета конъюгат - исследуемый токсикант, меченый ферментом;

4) перемешать содержимое лунок встряхиванием на шейкере, 2-3 мин.;

5) закрыть планшет крышкой и инкубировать около 2 ч при температуре 20-25^{0}С;

6) промыть лунки планшета буферным раствором;

7) внести во все лунки субстрат и инкубировать 15-20 мин. при температуре 20-25^{0}С;

8) внести во все лунки стоп-реагент (например, раствор серной кислоты), останавливающий ферментативную реакцию, и перемешать на шейкере 1-3 мин.;

9) измерить оптическую плотность в лунках планшета спектрофотометром при длине волны 450 нм;

10) построить калибровочную кривую по калибровочным пробам и определить по ней содержание токсиканта в анализируемой пробе.

Задание 1. Постройте калибровочный график зависимости оптической плотности от концентрации афлотоксина В1 исходя из данных таблицы 7. Оптическая плотность анализируемой пробы составляет 0,19. Определите концентрацию афлотоксина В1 в сыворотке крови методом прямого конкурентного гетерогенного ИФА в мкг/л и единицах СИ (М афлотоксина В1 равна 190).

Таблица 7 - Данные для построения калибровочного графика для афлотоксина В1

№ стан. р-ра	С, нг/мл (станд. раствор)	А (опт. плотность)
1	1,0	0,24
2	2,0	0,12
3	4,0	0,06
4	8,0	0,03

Составьте графическую схему анализа, объясните характер зависимости между содержанием афлотоксина В1 в сыворотке крови и оптической плотностью.

Калибровочный график

Гетерогенный конкурентный непрямой ИФА

На планшете адсорбируются не антитела, а определяемые антигены (токсиканты). После этого в лунки планшета вносятся меченые ферментом антитела и стандартные или исследуемые пробы, содержащие определяемое вещество. Связывание меченых антител с адсорбируемым на планшете токсикантом тормозится токсикантом, находящимся в исследуемой пробе. При этом количество связанных на планшете антител обратно пропорционально концентрации определяемого токсиканта. Остальной ход анализа аналогичен прямому методу ИФА.

Задание 2. Постройте калибровочный график зависимости оптической плотности от концентрации алкалоида рицинина ($C_8H_8O_2N_2$) по данным таблицы 8. Оптическая плотность анализируемой пробы составляет 0,5. Рассчитайте концентрацию рицинина в нг/мл единицах СИ методом непрямого гетерогенного ИФА.

Таблица 8 - Данные для составления калибровочного графика для рицинина

№ станд. раствора	С, нг/мл	А (оптич. плотность)
1	2	0,8
2	4	0,6
3	6	0,4
4	8	0,2

Калибровочный график

Составьте графическую схему анализа, объясните характер зависимости между содержанием рицинина в исследуемой пробе и оптической плотностью.

***Вывод*:**

Дата:_____

Лабораторная работа №5

Определение токсикантов методом поляризационного флуоресцентного иммунного анализа (ПФИА)

Цель занятия: изучить теоретические основы и технику выполнения ПФИА при анализе токсических веществ.

Принцип определения

Флуоресценция

Вращательная релаксация молекул и поляризация

Флуоресцентная метка

Оборудование

Ход анализа

К исследуемой пробе (сыворотка крови) добавляют меченные флуоресцином токсикант и иммунную сыворотку (антитела) к нему. Измеряют поляризацию флуоресценции на автоматическом поляризационном флуориметре. Расчет ведут по калибровочному графику, построенному по серии стандартных растворов с определенным содержанием токсиканта.

Задание. Постройте калибровочный график зависимости поляризации флуоресценции от концентрации фитотоксина цикутотоксина ($C_{17}H_{22}O_2$) по данным таблицы 9. В исследуемой сыворотке крови поляризация флуоресценции составляет 45%. Определите концентрацию цикутотоксина методом поляризационного флуорецентного иммуноанализа в сыворотке крови в нг/мл и единицах СИ.

Таблица 9 - Данные для построения калибровочного графика по цикутотоксину

№ станд. раствора	С, нг/мл	Процент поляризации флуоресценции
1	7	85
2	10	70
3	20	50
4	35	35

Приведите графическую схему анализа. Объясните характер зависимости между содержанием цикутотоксина и поляризацией флуоресценции.

Калибровочный график

***Вывод*:**

Дата:_____

Лабораторная работа № 6

Определение токсических веществ методом атомно-молекулярной абсорбционной спектрометрии (ААС, АМС)

Цель работы: изучить спектральные методы определения токсических веществ.

Принцип спектрального анализа

Классификация методов спектрального анализа

Атомно-абсорбционный анализ

Идентификация токсикантов

Количественное определение

Уравнение Ламберта-Бера. Оптическая плотность

Построение калибровочного графика

Спектрофотометр. Основные узлы и их назначение (нарисуйте схему)

Определение меди в растворе медного купороса методом ААС

Принцип метода: ионы меди с молекулами аммиака в водных растворах образуют комплексные ионы $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ темно-синего цвета. Интенсивность окраски раствора пропорциональна концентрации ионов меди.

Ход работы

1. *Приготовление основного стандартного раствора сульфата меди (II).*
   Рассчитайте массу медного купороса $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, необходимую для приготовления 100 мл раствора с концентрацией ионов меди Cu^{2+} 1 мг/мл. Приготовьте данный раствор.

2. Приготовление рабочих стандартных растворов медного купороса.

В мерных колбах приготовьте 4 рабочих стандартных раствора с различным содержанием ионов меди согласно таблице 10.

Таблица 10 - Схема приготовления и свойства рабочих стандартных растворов

Показатели	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4
основной ст. раствор $CuSO_4$	5 мл	10 мл	15 мл	20 мл
р-р NH_3	10 мл	10 мл	10 мл	10 мл
H_2O	до 50 мл	до 50 мл	до 50 мл	до 50 мл
С (Cu^{2+}), мг/мл				
А (оптическая плотность)				

Рассчитайте концентрации рабочих растворов, приготовленных из основного стандартного раствора, используя формулу:

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

где V_1 – объем основного стандартного раствора; $V_{колбы}$ – объем колбы;
$C_{осн.}$ – концентрация основного стандартного раствора.

Раб. раствор 1 .....
Раб. раствор 2 .....
Раб. раствор 3 .....
Раб. раствор 4 .....

3. *Построение калибровочного графика.*

Определите оптическую плотность рабочих стандартных растворов. Для этого растворы поместите в кюветы шириной 10 мм и определите их оптическую плотность при длине волны 540 нм. Результаты занесите в таблицу 10. Постройте калибровочный график на миллиметровой бумаге в координатах оптическая плотность - концентрация ионов меди Cu^{2+}.

Калибровочный график

4. *Определение содержания меди в исследуемом растворе.*

Определите по калибровочному графику концентрацию ионов меди в анализируемой пробе. Для этого исследуемый раствор перенесите в мерную колбу на 50 мл, добавьте 10 мл раствора аммиака и доведите объем водой до метки. Определите оптическую плотность раствора при тех же условиях, что и рабочих.

Контрольное задание

1. Рассчитать массу кристаллогидрата $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, необходимую для приготовления 500 мл раствора с концентрацией ионов меди Cu^{2+} 100 мкг/мл.

2. Построение калибровочного графика

В 4 мерные колбы объемом 50 мл отмерили по 5, 10, 15 и 20 мл основного стандартного раствора, добавили 10 мл раствора аммиака и довели водой объем до метки. Рассчитайте концентрацию ионов меди Cu^{2+} в мкг/мл и единицах СИ в этих растворах и постройте калибровочный график по данным таблицы 11.

Таблица 11 - Рабочие стандартные растворы медного купороса

№ п/п	Основн. станд. р-р, мл	Раствор NH_3, мл	H_2O	Оптическая плотность	С, мкг/мл
1	5	10	до 50 мл	0,12	
2	10			0,22	
3	15			0,35	
4	20			0,48	

3. Оптическая плотность анализируемой пробы составила 0,25. Рассчитайте содержание ионов меди в анализируемом растворе в мкг/мл и единицах СИ.

Калибровочный график

***Вывод*:**

Дата:_____

Лабораторная работа №7

Электрохимические методы анализа токсических веществ. Ионометрия

Цель работы: изучить метод ионометрии и его возможности для определения токсических веществ.

Теоретические основы

Электрохимические методы. Принцип определения

Электрохимическая ячейка

Ионометрия

Индикаторный электрод

Электрод сравнения

Хлорсеребряный электрод

Мембранные (ионселективные электроды)

Калибровочный график

Ионометр

Определение нитратов методом ионометрии

***Принцип метода**:* определение нитрат-ионов основано на измерении электродвижущей силы гальванического элемента, в котором индикаторным электродом является нитрат-селективный электрод, а электродом сравнения – хлорсеребряный.

Ход работы

1. *Приготовление основного стандартного раствора нитрата натрия*

Рассчитайте массу нитрата натрия, необходимую для приготовления 100 мл раствора с молярной концентрацией нитрат-ионов 1 моль/л и приготовьте этот раствор.

2. *Приготовление рабочих стандартных растворов нитрата натрия*

Приготовьте 5 рабочих стандартных растворов по схеме, приведенной в таблице 12.

Таблица 12 - Схема приготовления рабочих стандартных растворов

	Рабочий стандартный раствор №1	Рабочий стандартный раствор №2	Рабочий стандартный раствор №3	Рабочий стандартный раствор №4	Рабочий стандартный раствор №5
Исходный раствор	5 мл основного стандартного раствора	5 мл рабочего раствора №1	5 мл рабочего раствора №2	5 мл рабочего раствора №3	5 мл рабочего раствора №4
H_2O	до 50 мл	до 50 мл	до 50 мл	до 50 мл	до 50 мл

Рассчитайте молярную концентрацию рабочих стандартных растворов и занесите в таблицу 13.

3. *Построение калибровочного графика*

Измерьте на ионометре в соответствии с инструкцией к прибору величину ЭДС рабочих стандартных растворов и заполните таблицу 13.

Таблица 13 - Данные для построения калибровочного графика

№ рабочего раствора	1	2	3	4	5
См, моль/л					
Е, мВ					

По данным таблицы постройте калибровочный график, откладывая на осе абсцисс концентрацию нитрат-ионов, а на оси ординат – величину ЭДС в мВ.

Калибровочный график

4. Определение концентрации нитрат-ионов в пробе

Измерьте величину ЭДС анализируемой пробы. Определите молярную концентрацию нитрат-ионов и массу нитрата натрия в 1 л диализата, используя калибровочный график.

***Вывод*:**

Дата:_____

Лабораторная работа № 8

Изолирование токсикантов из биологического материала методом минерализации. Качественные реакции на «металлические яды»

Цель работы: изучить методы минерализации биологического материала, денитрации, качественного обнаружения токсических металлов.

Пробоподготовка

Методы минерализации биологического материала (сжигание, сухое озоление)

«Мокрое» озоление

Метод сплавления

Особенности минерализации органических соединений ртути

Денитрация минерализата

Комплексообразование

Качественный анализ на "металлические яды"

Реакции обнаружения катионов бария

С хроматом калия

С серной кислотой

Перекристаллизация осадка сульфата бария (микрокристаллоскопическая)

Окрашивание пламени

Реакция обнаружения катионов свинца

С серной кислотой

С иодидом калия

С дихроматом калия

С сульфидом натрия

С гексацианоферратом (II) калия

С дитизоном

Реакция обнаружения катионов серебра

С дитизоном

С хлоридом натрия

С иодидом калия

С дихроматом калия

Реакция обнаружения катионов меди
С тетрароданомеркуратом аммония

С гексацианоферратом (II) калия

С пиридин-роданидным реактивом

С диэтилдитиокарбаматом

Реакция обнаружения катионов висмута
С тиомочевиной

С иодидом калия

Реакция обнаружения катионов кадмия
С сульфидом натрия

С пиридином и бромидом калия (микрокристаллоскопическая)

С гексацианоферратом (II) калия

Реакция обнаружения катионов цинка
С дитизоном

С гексацианоферратом (II) калия

С сульфидом натрия

С тетрароданомеркуратом аммония

***Вывод*:**

Дата:_____

Лабораторная работа № 9

Количественное определение «металлических ядов» в минерализате

Цель: определить концентрацию висмута в минерализате спектральным методом; концентрацию цинка титриметрическим методом.

Определение висмута в минерализате спектральным методом

Принцип метода

Ход работы

1. Приготовление основного стандартного раствора нитрата висмута

Рассчитайте массу нитрата висмута $Bi(NO_3)_3$, необходимую для приготовления 100 мл основного стандартного раствора с содержанием висмута ионов Bi^{3+} 1 мг/мл.

2. Приготовление рабочего стандартного раствора нитрата висмута

Приготовьте 50 мл рабочего стандартного раствора с содержанием ионов Bi^{3+} 500 мкг/мл из основного раствора нитрата висмута.

3. Определение содержания висмута в минерализате

К 2 мл рабочего стандартного раствора с концентрацией висмута 500 мкг/мл добавить 2 мл насыщенного раствора тиомочевины и 1 мл дистиллированной воды.

К 2 мл минерализата добавить 2 мл насыщенного раствора тиомочевины и 1 мл дистиллированной воды.

Определить оптическую плотность растворов в кювете толщиной 10 мм при длине волны 470 нм.

Содержание висмута в 1 мл минерализата определяют по формуле:

$$Cx = \frac{Ccm \times Ax}{Acm},$$

где Сст – концентрация рабочего стандартного раствора; Ах – оптическая плотность исследуемого раствора; Аст – оптическая плотность стандартного раствора; Сх – концентрация исследуемого раствора

***Вывод*:**

Определение содержание цинка
в минерализате методом комплексонометрии
Ход работы

1. Приготовление стандартного раствора сульфата магния.

Приготовить 50 мл 0,1 н раствора сульфата магния.

Рассчитать массу $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ ($m_{теор.}$), необходимую для приготовления 50 мл 0,1 н раствора.

$m_{теор.}(MgSO_4 \cdot 7H_2O) = \ldots$ $m_{пр}(MgSO_4 \cdot 7H_2O) = \ldots$

$K_{попр.} =$ $C_н$ (ист) =

2. Стандартизация раствора трилона Б.

Бюретку заполнить раствором трилона Б.

В коническую колбу отмерить пипеткой 10 мл раствора сульфата магния, добавить 5 мл аммиачного буферного раствора и 1-2 капли индикатора хромового темно-синего.

Титровать раствором трилона Б до перехода вино-красной окраски в сине-фиолетовую. Титрование повторить 3 раза. Результаты занести в таблицу.

Таблица 14 – Результаты титрования

№ опыта	$C_н(MgSO_4)$, моль/л	$V(MgSO_4)$, мл	V(ТрБ), мл	$V_{ср}$ (ТрБ),мл	$C_н$(ТрБ), моль/л
1		10			
2		10			
3		10			

По результатам титрования рассчитать нормальную концентрацию раствора трилона Б.

$V_{ср.} =$

$C_н$(ТрБ) =

$M_{экв.}$ (ТрБ) =

3. Определение содержания цинка в минерализате

3 мл минерализата перенести в коническую колбу, прибавить индикатор хромовый темно-синий, 5 мл аммиачного буферного раствора и титровать раствором трилона Б до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в сине-фиолетовую. Рассчитать нормальную концентрацию цинка и его массу в 1 мл минерализата.

Таблица 15 – Результаты титрования

№ опыта	V(мин-та), мл	V(ТрБ), мл	$V_{ср}$ (ТрБ), мл	$C_н(Zn^{2+})$, моль/л	$C(Zn^{2+})$, г/мл
1	10				
2	10				
3	10				

$V_{ср.}$(ТрБ)=

$C(Zn^{2+}) =$ (г/мл)

$C_н(Zn^{2+}) =$ (моль/л)

***Вывод*:**

Дата:_____

Лабораторная работа № 10

Качественные реакции на «летучие яды»

Цель работы: изучить качественные реакции обнаружения спиртов, фенолов, галогенопроизводных углеводородов.

Ход работы

Метиловый спирт

Реакция окисления до формальдегида и его обнаружение фуксинсернистой кислотой

Реакция с салициловой кислотой (реакция этерификации)

Реакция с хромотроповой кислотой

Этиловый спирт

реакция окисления (образования ацетальдегида)

реакция этерификации (образование этилацетата)

реакция образования иодоформа

Этиленгликоль

реакция с сульфатом меди (II) и щелочью

реакция с периодатом калия

Фенол

реакция с бромной водой

реакция с хлоридом железа (III)

Реакции обнаружения хлоропроизводных углеводородов
Реакция отщепления хлора

Реакция Фудживара

Реакция образования изонитрила

Реакция с резорцином в щелочной среде

Реакция с реактивом Фелинга (на хлороформ и хлоралгидрат)

Реакция с реактивом Несслера (на хлоралгидрат)

Вывод

Дата:_____

Лабораторная работа №11

Изолирование токсических веществ перегонкой с водяным паром. Качественный анализ дистиллята

Цель работы: изолировать токсикант из биологического материала методом дистилляции с водяным паром и провести его химико-токсикологический анализ.

Схема прибора для перегонки с водяным паром

Техника перегонки

Качественный анализ дистиллята

Анализ первого дистиллята (обнаружение синильной кислоты)

Исследование дистиллята на наличие хлоропроизводных органических веществ

Реакция отщепления хлора

Реакция Фудживара

Реакция образования изонитрила

Реакция с раствором резорцина в щелочной среде

Реакция с реактивом Фелинга (на хлороформ и хлоралгидрат)

Проба с реактивом Несслера (отличие хлороформа и хлоралгидрата)

Проанализируйте полученные результаты и заполните таблицу 16. Сделайте вывод о наличии в дистилляте хлоропроизводных органических веществ.

Таблица 16 - Сводный анализ дистиллята на токсические хлоропроизводные

Вещество	Реакция отщепления хлора	Реакция образования изонитрила	С раствором резорцина	С реактивом Фелинга	Реакция Фудживара	С реактивом Несслера
Тетрахлорид углерода						
Дихлорэтан						
Хлороформ						
Хлоралгидрат						

Исследование дистиллята на наличие карбонильных соединений
Формальдегид
Реакция с резорцином в щелочной среде

Реакция с реактивом Фелинга

Реакция с фуксинсернистой кислотой (реактив Шиффа)

Реакция восстановления ионов серебра

Ацетон
Реакция образования иодоформа

Реакция с нитропруссидом натрия

Реакция с фурфуролом

Уксусная кислота
Реакция с хлоридом железа (III)

Реакция этерификации (образование этилацетата)

Исследование дистиллята на наличие спиртов и фенола
Метиловый спирт
Реакция этерификации (образование метилсалицилата)

Реакция окисления до формальдегида

Этиловый спирт
Реакция окисления (образование ацетальдегида)

Реакция этерификации (образование этилацетата)

Реакция образования иодоформа

Фенол
Реакция с бромной водой

Реакция хлоридом железа (III)

Реакция с реактивом Миллона

Этиленгликоль
Реакция с сульфатом меди (II) и гидроксидом натрия

Реакция окисления периодатом калия и последующего обнаружения формальдегида

Заполните таблицу 17.

Таблица 17 - Качественные реакции на спирты, фенолы и карбонильные соединения

Вещество / Реактив	Формальдегид	Ацетон	Уксусная кислота	Метанол	Этанол	Этилен-гликоль	Фенол
С резорцином							
С реактивом Фелинга							
С реактивом Шиффа							
С $AgNO_3$							
Образование иодоформа							
С нитропруссидом натрия							
С $FeCl_3$							
Реакция этерификации							
Реакция окисления							
Реакция Миллона							
С $CuSO_4$ и NaOH							
С Br_2							
С KIO_4							
С фурфуролом							
Реакция «серебряного зеркала»							

***Вывод*:**

Дата:_____

Лабораторная работа №12

Количественный анализ дистиллята. Определение хлоропроизводных органических веществ методом аргентометрии

Цель работы: определить количественное содержание хлоропроизводных органических веществ в дистилляте методом аргентометрического титрования

Принцип метода и техника определения веществ по методу Фольгарда

Ход работы

1. *Приготовление стандартного раствора хлорида натрия*

Рассчитать массу NaCl, необходимую для приготовления 50 мл 0,02 н раствора ($m_{теор.}$)

Взвесить на аналитических весах навеску NaCl ($m_{практ}$)

Рассчитать поправочный коэффициент $K=\frac{m\ теор}{m прак}$

Рассчитать точную концентрацию NaCl $Cн = 0.02н \cdot K$

2. *Стандартизация раствора нитрата серебра*

Заполните бюретку раствором $AgNO_3$.

В коническую колбу отмерьте 10 мл раствора NaCl, добавьте 2 капли насыщенного раствора K_2CrO_4.

Титруйте раствором $AgNO_3$ по каплям, осторожно, при энергичном перемешивании. Титрование закончите, когда от одной капли $AgNO_3$ желтый цвет жидкости со взмученным в ней осадком приобретет красноватый оттенок.

Результаты титрования занесите в таблицу 18. Рассчитайте нормальную концентрацию и титр раствора $AgNO_3$.

Таблица 18 - Результаты титрования

№ опыта	$C_н(NaCl)$, моль/л	V(NaCl), мл	$V(AgNO_3)$, мл	$V_{ср.}(AgNO_3)$, мл	$C_н(AgNO_3)$, моль/л	$T(AgNO_3)$, г/мл
1		10				
2		10				
3		10				

$V_{ср}(AgNO_3)$,=…..

$C_н(AgNO_3)$ = …;

$M_{экв.}(AgNO_3)$ = …;

$T(AgNO_3)$ = …

3. *Определение содержания хлора в исследуемом дистилляте по методу Фольгарда.*

Заполните одну бюретку раствором $AgNO_3$ (титрант T_1), другую – раствором роданида аммония NH_4SCN (титрант T_2).

Отмерьте в коническую колбу 10 мл дистиллята, подкислите его азотной кислотой и прилейте из бюретки избыток (15 мл) титрованного раствора нитрата серебра.

Не отфильтровывая осадок, добавьте индикатор - 1 мл насыщенного раствора железоаммониевых квасцов $NH_4Fe(SO_4)_2$. Оттитруйте остаток нитрата серебра раствором роданида аммония медленно, при непрерывном взбалтывании до появления коричнево-розовой окраски, не исчезающей при энергичном встряхивании.

Рассчитайте, какой объем раствора $AgNO_3$ (V_1) прореагировал с раствором NH_4SCN. По разности между $V_{общ}$ и V_1 найдите объем (V_2) раствора нитрата серебра, пошедшего на осаждение хлорид-ионов Cl^-.

Рассчитать нормальную концентрацию ионов Cl^- .

Таблица 19 - Результаты титрования

№ опыта	V (дист), мл	$C_н$ ($AgNO_3$), моль/л	$V_{общ}$ ($AgNO_3$), мл	$C_н$ (T_2), моль/л	V(T_2), мл	$V_{ср.}$(T_2), мл	V_1 ($AgNO_3$), мл	V_2 ($AgNO_3$), мл
1	10		15					
2	10		15					
3	10		15					

$$V_1\ (AgNO_3)\ \text{на}\ NH_4SCN = \frac{C_н\ (NH_4SCN)\cdot V(NH_4SCN)}{C_н(AgNO_3)}$$

$$V_2\ (AgNO_3)\ \text{на}Cl^- = V_{общ} - V_1$$

$$C_н\ (Cl^-) = \frac{C_н\ (AgNO_3)\cdot V_2(AgNO_3)}{V(NaCl)}$$

4. *Определение содержания органического хлоропроизводного вещества в дистилляте.*
   Найдите массу определяемого вещества в 1 л дистиллята по формуле
   $m(в\text{-}ва) = C_н \cdot M_э \cdot V$

   $$M_э\ (CHCl_3) = \frac{M}{3}$$

   $$M_э\ (CCl_3 - CH(OH)_2) = \frac{M}{3}$$

   $$M_э\ (CCl_4) = \frac{M}{4}$$

***Вывод*:**

Дата:_____

Лабораторная работа №13

Химико-токсикологический анализ веществ, экстрагируемых органическими растворителями из кислой среды

Цель работы: изучить методы пробоподготовки, качественного и количественного определения барбитуратов и салициловой кислоты.

Полярные растворители, применяемые для изолирования токсикантов

Изолирование веществ кислотного характера (барбитуратов) из мочи)

Схема изолирования по методу Стаса-Отто

Схема изолирования по методу Швайковой-Васильевой

Качественные реакции на барбитураты
Реакция с аммиачным раствором нитрата или ацетата кобальта

Мурексидная проба

Реакция с пиридином и солями меди (реакция Цвиккера)

Реакция с дифенилкарбазоном и сульфатом ртути (II)

Реакция с хлорцинкиодом

Реакция с подкисленным спиртовым раствором иодида калия

Реакция со смесью растворов $FeCl_3$ и KI (железоиодной комплексной солью)

Качественные реакции на салициловую кислоту
Реакция с хлоридом железа (III)

Реакция образования метилсалицилата

Реакция образования трибромфенола

Количественное определение веронала в крови спектрофотометрическим методом

Спектрофотометрия в УФ-диапазоне, длина волны λ=240 нм, толщина кюветы ℓ=10 мм.

1. *Приготовление основного стандартного раствора веронала.*

Рассчитайте массу веронала, необходимую для приготовления 1 л раствора с молярной концентрацией $4 \cdot 10^{-4}$ моль/л (М веронала =148 г/моль).

2. *Построение калибровочного графика*

Рассчитайте молярную концентрацию рабочих стандартных растворов и постройте калибровочный график в координатах концентрация веронала : оптическая плотность (табл. 20).

Таблица 20 - Рабочие стандартные растворы

№ п/п	Основной стандартный раствор, мл	Дистиллированная вода	С, ммоль/л	А, оптическая плотность
1	2	до 25 мл		0,15
2	4			0,32
3	6			0,43
4	8			0,62

Калибровочный график

Задание:

Рассчитайте содержание веронала в образце, если оптическая плотность анализируемой пробы составила 0,3.

Вывод

Количественное определение фенобарбитала в корвалоле

1. Построение калибровочного графика

1 мл основного стандартного раствора (содержание фенобарбитала в 1 мл раствора 0,018 г) помесите в мерную колбу на 100 мл и доведите объем 0,01 М раствором аммиака до метки. Из полученного основного стандартного раствора приготовьте рабочие растворы согласно таблице 21.

Определите оптическую плотность полученных растворов на спектрофотометре при длине волны 240 нм в кювете толщиной 10 мм относительно 0,01 М раствора аммиака.

Исходя из данных таблицы 21 постройте калибровочный график зависимости оптической плотности от концентрации фенобарбитала.

Таблица 21 - Рабочие стандартные растворы

№ п/п	Основной стандартный раствор, мл	0,01 М раствор NH_3	С, мкг/мл	А, оптическая плотность
1	5	до 25 мл		
2	10			
3	15			
4	20			

Расчеты

Содержание фенобарбитала в 1 мл основного стандартного раствора

Содержание фенобарбитала в 1 мл рабочих растворов

Калибровочный график

2. Количественное определение фенобарбитала в корвалоле

1 мл испытуемого образца корвалола поместите в мерную колбу на 100 мл и доведите объем 0,01 М раствором аммиака до метки. 5 мл полученного раствора перенесите в мерную колбу на 100 мл, доведите объем 0,01 М раствором аммиака до метки.

Измерьте оптическую плотность полученного раствора и по калибровочному графику определите содержание фенобарбитала в исследуемом препарате.

Вывод

Дата:_____

Лабораторная работа № 14

Химико-токсикологический анализ токсикантов, экстрагируемых органическими растворителями из щелочной среды и токсикантов слабоосновного характера

Цель работы: изучить методы пробоподготовки, качественного и количественного определения токсических веществ изучаемой группы.

Изолирование веществ основного характера из биологического материала

Качественные реакции

Атропин

Осадительная реакция с реактивом Бушарда

Осадительная реакция с реактивом Майера

Реакция Витали-Морена

Новокаин

Осадительная реакция с реактивом Бушарда

Осадительная реакция с реактивом Майера

Реакция Витали-Морена

Реакция с перманганатом калия

Папаверин
Реакция с раствором формальдегида и концентрированной серной кислотой (реактив Марки)

Реакция с раствором молибдата аммония в концентрированной серной кислоте (реактив Фреде)

Реактив с хлоридом железа (III)

Реакция с реактивом Эрдмана (смесь концентрированной серной и 30% азотной кислот)

Осадительная реакция с реактивом Бушарда (водный раствор иода и иодида калия)

Осадительная реакция с реактивом Майера (раствор иодида ртути в иодиде калия)

Анальгин (метамизол-натрия)
Реакция образования ауринового красителя

Реакция с хлоридом железа (III)

Реакция с реактивом Милона (смесь нитратов одно- и двухвалентной ртути)

Реакция с нитритом натрия

Реакция с фуксинсернистой кислотой

Лигниновая проба

Реакция с концентрированной серной кислотой и пероксидом водорода

Антипирин
Реакция с хлоридом железа (III)

Реакция образования нитрозоантипирина

***Вывод*:**

Дата:_____

Лабораторная работа №15

Химико-токсикологический анализ токсикантов, изолируемых неполярными растворителями. Пестициды

Цель работы: изучить методы пробоподготовки, качественного и количественного определение фосфоросодержащих соединений (ФОС).

Пробоподготовка

Извлечение фосфорсодержащих пестицидов из объекта исследования и примерная схема пробоподготовки ФОС

Минерализация ФОС

Обнаружение фосфат-иона в минерализате

Реакция с нитратом серебра

Реакция с молибденовым реактивом (смесь $(NH_4)_2MoO_4$ и HNO_3)

Реакция с магнезиальной смесью

Качественные реакции на карбофос

Реакция с сульфатом меди

Реакция с реактивом Марки

Реакция с сульфаниловой кислотой

Качественные реакции на хлорофос и дихлофос
Реакция с пиридином и щелочью (реакция Фудживара)

Реакция с резорцином

Реакция образования изонитрила

Реакция с орто-толуидином

Реакция с ацетоном

Холинэстеразная проба

Количественное определение хлорофоса спектрофотометрическим методом
Ход работы

1. *Приготовление основного стандартного раствора*

Рассчитайте массу хлорофоса (М = 258 г/моль), необходимую для приготовления 500 мл раствора с концентрацией $2 \cdot 10^{-4}$ моль/л.

2. *Приготовление рабочих стандартных растворов*

Таблица 22 - Концентрация и оптическая плотность рабочих стандартных растворов

№ п/п	Основной стандартный раствор, мл	Дистиллированная вода	С, ммоль/л	А, оптическая плотность
1	4	До 50 мл		0,3
2	8			0,65
3	12			1,0
4	16			1,2
5	20			1,6

Задание 1. Определите молярную концентрацию рабочих стандартных растворов, занести в таблицу и построить калибровочный график в координатах : концентрация хлорофоса - оптическая плотность.

Задание 2. Оптическая плотность анализируемой пробы составила 0,9. По калибровочному графику рассчитайте содержание хлорофоса в пробе в ммоль/л и в мкг/мл.

Определение синтетических пиретроидов в растительном материале методом тонкослойной хроматографии

Принцип метода. При движении в тонком слое сорбента пиретроиды проявляют различную подвижность в зависимости от их способности адсорбироваться на неподвижном носителе. При стандартизации условий хроматографирования подвижность аналитов является константой, характеризующей вещество.

Ход работы

1. Экстракция пиретроидов из растительного сырья.

Навеску зеленой массы растений или плодов 25,0 г помещают в коническую колбу, заливают 50 мл 50% водного раствора ацетона и встряхивают в течение часа. Экстракцию повторяют трижды, экстракты соединяют и помещают в холодильник при температуре 6 - 8 ^{0}С. Объединенный экстракт переносят в делительную воронку, добавляют 30 мл гексана и встряхивают в течение 10-15 мин. Гексановую фракцию отделяют и сушат путем фильтрования через бумажный фильтр, в который помещено 10 г Na_2SO_4. Концентрируют до объема примерно 0,5 мл и используют для нанесения на хроматографическую пластину.

2. Хроматографирование

Хроматографирование проводит на пластинах «Силуфол УФ 254». В качестве жидкой фазы используют смесь гексан-ацетон (4:1). Пластины предварительно выдерживают в хроматографической камере с подвижной фазой в течение часа. В нижней части пластины на расстоянии 2 см от края карандашом наносят линию старта и на нее наносят точки расположения анализируемых веществ и «свидетелей». В намеченные точки капилляром

вносят объекты хроматографирования. Диаметр нанесенных пятен не должен превышать 2-3 мин. В верхней части пластины на расстоянии 10 см от линии старта наносят линию финиша.

В качестве камеры для хроматографирования используют стеклянный сосуд высотой 20-25 см и шириной 10-15 см. Пластину помещают в камеру вертикально, так чтобы она была погружена в раствор примерно на 0,5 см. Хроматографирование продолжают до достижения подвижной фазой линии финиша. Пластину вынимают из камеры и подсушивают в вытяжном шкафу в течение 15-20 мин для удаления подвижной фазы. После этого пластину проявляют одним из проявляющих растворов, опрыскивая ее из пульверизатора.

Раствор №1. Раствор $AgNO_3$. 0,5 г $AgNO_3$ растворяют в 5 мл дистиллированной воды, добавляют 7 мл 25% раствора аммиака и доводят ацетоном до 100 мл. При ультрафиолетовом облучении пиретроиды проявляются в виде серо-коричневых пятен.

Раствор №2. 10% раствор фосфорномолибденовой кислоты в этаноле. 10 г фосфорномолибденовой кислоты растворяют в 115 мл этилового спирта.

Таблица 23 - Величина R_f пиретроидов на пластинах «Силуфол»

Пестицид	Величина R_f
Амбуш	0,61
Рипкорд	0,44
Сумицидин	0,34
Децис	0,45
Фастак	0,23
Каратэ	0,15

Задание 1. При хроматографировании пиретроидов высота подъема растворителя составила 9 см , а исследуемых пестицидов - 3,9 и 2,1 см.
Рассчитайте величину R_f, идентифицируйте пестициды (табл. 23) и расположите их на хроматограмме.

Задание 2. Идентифицируйте неизвестный пиретроид, используя в качестве «свидетелей» амбуш, децис и каратэ (табл. 22), которые хроматографируются вместе с анализируемым пестицидом. При хроматографировании высота подъема анализируемого вещества составила 5,7 см, растворителя - 9,5 см. Составьте схему хроматограммы и укажите на ней положение исследуемого пестицида и «свидетелей».

***Вывод*:**

Дата:_____

Лабораторная работа № 16

Химико-токсикологический анализ веществ, изолируемых настаиванием с водой

Цель работы: изучить способы пробоподготовки, освоить качественное и количественное определение токсикантов этой группы.

Пробоподготовка

Извлечение анализируемого вещества из биологического материала

Проведение диализа

Предварительные испытания

Ход анализа азотной кислоты

Отгонка азотной кислоты

Схема аппарата и техника отгонки

Качественные реакции обнаружения HNO_3 в дистилляте
Реакция с дифениламином

Реакция окрашивания шерсти

Количественное определение азотной кислоты в дистилляте методом алкалиметрии

Принцип метода. Диализат, полученный после настаивания тканей с водой и проведении диализа, отгоняется в перегонном аппарате, и в полученном дистилляте определяется азотная кислота методом кислотно-основного титрования (алкалиметрия).

Ход работы

1. Приготовление раствора щелочи.

Рассчитать навеску гидроксида натрия, необходимую для приготовления 200 мл 0,1 н раствора NaOH, и приготовить раствор.

2. Приготовление стандартного раствора щавелевой кислоты.

Рассчитать навеску щавелевой кислоты $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$, необходимую для приготовления 50 мл 0,1н раствора, и приготовить раствор.

3. Стандартизация раствора гидроксида натрия.

1. Заполнить бюретку раствором NaOH.
2. В коническую колбу отмерить пипеткой 10 мл раствора щавелевой кислоты и добавить 2-3 капли фенолфталеина.
3. Титровать раствор кислоты раствором гидроксида натрия до появления бледно розовой, не исчезающей окраски. Титрование повторить трижды.
4. Рассчитать нормальную концентрацию и титр раствора гидроксида натрия.

Таблица 24 - Стандартизация раствора гидроксида натрия

№ опыта	$C_н$ кислоты, моль/л	Vкислоты, мл	V(NaOH), мл	$V_{ср.}$ NaOH, мл	$C_н$ (NaOH), моль/л	T(NaOH), г/мл
1		10				
2		10				
3		10				

Расчеты

4. Определение концентрации азотной кислоты.

1. В колбу для титрования отмерить 10 мл дистиллята, добавить 2-3 капли фенолфталеина и титровать раствором щелочи до появления слабо-розовой неисчезающей окраски. Титрование повторить трижды.
2. Рассчитать нормальную концентрацию, титр HNO_3 и ее содержание в 200 мл дистиллята.

Таблица 25 - Определение концентрации азотной кислоты

№ опыта	Сн (NaOH), моль/л	Vдистил-лята, мл	V(NaOH), мл	Vср.(NaOH), мл	Сн (HNO_3), моль/л	Т(HNO_3), г/мл
1		10				
2		10				
3		10				

Расчеты

***Вывод*:**

Химико-токсикологический анализ нитритов

Качественные реакции на нитриты

Реакция с дифениламином (дают также нитраты)

Реакция с реактивом Грисса

Капельная реакция на иод-крахмальной бумаге

Количественное определение нитритов в диализате спектрофотометрическим методом

Принцип определения

Ход работы

1. *Приготовление основного стандартного раствора*

Рассчитайте массу нитрита натрия $NaNO_2$, необходимую для приготовления 1 л раствора с концентрацией нитрит-ионов NO_2^- 5 мкг/мл.

2. *Приготовление рабочих стандартных растворов*

По данным таблицы 26 определите молярную концентрацию нитрит-ионов в рабочих стандартных растворах и определите их оптическую плотность.

Таблица 26 - Концентрация и оптическая плотность рабочих стандартных растворов

№ п/п	Осн. станд. р-р, мл	Реактив Грисса, мл	Дистиллир. вода	С, ммоль/л	А, оптич. плотность
1	0,5	1	До 25 мл		0,2
2	1,0	1			0,4
3	1,5	1			0,7
4	2,0	1			0,82

Расчеты

3. *Построение калибровочного графика*

Постройте калибровочный график в координатах концентрация нитрит-ионов NO_2^- : оптическая плотность

По графику рассчитайте содержание нитрит-ионов NO_2^- в мкг/мл и в моль/л в исследуемом образце, если оптическая плотность анализируемой пробы равна 0,35.

***Вывод*:**

Дата:_____

Лабораторная работа № 17

Обнаружения карбоксигемоглобина в крови химическими методами

Цель работы: изучить реакции качественного обнаружения карбоксигемоглобина в крови.

Ход работы

1. *Насыщение крови угарным газом.*

Схема прибора и техника насыщения

Качественные реакции обнаружения карбоксигемоглобина в крови химическими методами

Для выполнения первых двух опытов готовят растворы крови. К 1 мл крови прибавляют 3 мл 0,25% раствора гидроксида аммония.

Реакция с 30% раствором гидроксида натрия (проба Гоппе-Зейлера)

Реакция с 40% раствором формальдегида (проба Либермана)

Для выполнения следующих двух опытов готовят водные растворы крови. К 0,1 мл крови прибавляют дистиллированную воду до 10 мл и взбалтывают.

Реакция с гексацианоферратом (III) калия (проба Бюркера)

Реакция с сульфатом меди (II) (проба Залесского)

Для выполнения следующих двух опытов готовят растворы крови. К 1 мл крови прибавляют 9 мл воды дистиллированной и взбалтывают.

Реакция с гексацианоферратом (III) калия и дихроматом калия (проба Сидорова)

Реакция с гексацианоферратом (III) калия и уксусной кислотой (проба Ветцеля)

Для выполнения последней реакции используют неразбавленную кровь.

Реакция с ацетатом свинца (проба Рубнера)

***Вывод*:**

Литература

Основная

1. Громова, Л. Н. Лабораторные и практические занятия по токсикологической химии : учебно-методическое пособие для студентов биотехнологического факультета по специальности «Ветеринарная фармация» / Л. Н. Громова, В. М. Холод, В. П. Баран ; Витебская государственная академия ветеринарной медицины. – Витебск : ВГАВМ, 2014. – 84 с.
2. Холод, В. М. Токсикологическая химия : учебное пособие для студентов по специальности «Ветеринарная фармация» / В.М. Холод, В. П. Баран, Л. Н. Громова ; Витебская государственная академия ветеринарной медицины. – Витебск : ВГАВМ, 2023. – 320 с.
3. Холод, В. М. Токсикологическая химия : учебное пособие для студентов по специальности «Ветеринарная фармация» / В.М. Холод, В. П. Баран, Л. Н. Громова ; Витебская государственная академия ветеринарной медицины. – Витебск : ВГАВМ, 2014. – 408 с.

Дополнительная

1. Другов, Ю. С. Пробоподготовка в экологическом анализе / Ю. С. Другов. – Москва : Лаб-Пресс, 2005. – 756 с.
2. Жебентяев, А. И. Химико-токсикологический анализ лекарственных веществ / А. И. Жебентяев, В. М. Ершик. – Витебск : ВГМУ, 2009. – 155 с.
3. Лабораторные исследования в ветеринарии: химико-токсикологические методы : справочник / редактор Б. И. Антонов. – Москва : Агропромиздат, 1989. – 320 с.

ПЕРИОДИЧЕСКАЯ СИСТЕМА ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА

периоды	ГРУППЫ ЭЛЕМЕНТОВ																	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18
	IA																	VIIIA
1	1 **H** водород 1,00794	IIA											IIIA	IVA	VA	VIA	VIIA	2 **He** гелий 4,0026
2	3 **Li** литий 6,941	4 **Be** бериллий 9,0122											5 **B** бор 10,811	6 **C** углерод 12,011	7 **N** азот 14,007	8 **O** кислород 15,9994	9 **F** фтор 18,9984	10 **Ne** неон 20,1797
3	11 **Na** натрий 22,9898	12 **Mg** магний 24,305	IIIB	IVB	VB	VIB	VIIB	VIIIB			IB	IIB	13 **Al** алюминий 26,9815	14 **Si** кремний 28,086	15 **P** фосфор 30,9738	16 **S** сера 32,066	17 **Cl** хлор 35,452	18 **Ar** аргон 39,948
4	19 **K** калий 39,0983	20 **Ca** кальций 40,078	21 **Sc** скандий 44,956	22 **Ti** титан 47,87	23 **V** ванадий 50,942	24 **Cr** хром 51,996	25 **Mn** марганец 54,938	26 **Fe** железо 55,845	27 **Co** кобальт 58,933	28 **Ni** никель 58,693	29 **Cu** медь 63,546	30 **Zn** цинк 65,39	31 **Ga** галлий 69,723	32 **Ge** германий 72,61	33 **As** мышьяк 74,922	34 **Se** селен 78,96	35 **Br** бром 79,904	36 **Kr** криптон 83,80
5	37 **Rb** рубидий 85,468	38 **Sr** стронций 87,62	39 **Y** иттрий 88,906	40 **Zr** цирконий 91,224	41 **Nb** ниобий 92,906	42 **Mo** молибден 95,94	43 **Tc** технеций [98]	44 **Ru** рутений 101,07	45 **Rh** родий 102,905	46 **Pd** палладий 106,42	47 **Ag** серебро 107,868	48 **Cd** кадмий 112,411	49 **In** индий 114,82	50 **Sn** олово 118,71	51 **Sb** сурьма 121,76	52 **Te** теллур 127,60	53 **I** иод 126,904	54 **Xe** ксенон 131,29
6	55 **Cs** цезий 132,905	56 **Ba** барий 137,327	57* **La** лантан 138,906	72 **Hf** гафний 178,46	73 **Ta** тантал 180,948	74 **W** вольфрам 183,84	75 **Re** рений 186,207	76 **Os** осмий 190,23	77 **Ir** иридий 192,22	78 **Pt** платина 195,08	79 **Au** золото 196,967	80 **Hg** ртуть 200,59	81 **Tl** таллий 204,383	82 **Pb** свинец 207,2	83 **Bi** висмут 208,980	84 **Po** полоний [209]	85 **At** астат [210]	86 **Rn** радон [202]
7	87 **Fr** франций [223]	88 **Ra** радий [226]	89** **Ac** актиний [227]	104 **Rf** резерфордий [261]	105 **Db** дубний [262]	106 **Sg** сиборгий [266]	107 **Bh** борий [264]	108 **Hs** хассий [269]	109 **Mt** мейтнерий [268]	110 **(Uun)** [271]	111 **(Uuu)** [272]	112 **(Uub)** [277]	113 **(Uut)** [282]	114 **(Uuq)** [285]		116 **(Uuh)** [289]		118 **(Uuo)** [293]

*ЛАНТАНИДЫ

58 **Ce** церий 140,115	59 **Pr** празеодиум 140,115	60 **Nb** неодим 144,24	61 **Pm** прометий 144,913	62 **Sm** самарий 150,36	63 **Eu** европий 151,965	64 **Gd** гадолиний 157,25	65 **Tb** тербий 158,925	66 **Dy** диспрозий 162,5	67 **Ho** гольмий 164,93	68 **Er** эрбий 167,26	69 **Tm** тулий 168,934	70 **Yb** иттербий 173,04	71 **Lu** лютеций 174,967

**АКТИНИДЫ

90 **Th** торий 232,038	91 **Pa** протактиний 231,035	92 **U** уран 238,028	93 **Np** нептуний 237,048	94 **Pu** плутоний 244,064	95 **Am** америций 243,061	96 **Cm** кюрий 247,07	97 **Bk** берклий 247,07	98 **Cf** калифорний 251,079	99 **Es** эйнштейний 252,083	100 **Fm** фермий 257,095	101 **Md** менделевий 258,099	102 **No** нобелий 259,1	103 **Lr** лоуренсий 260,105

РАСТВОРИМОСТЬ КИСЛОТ, ОСНОВАНИЙ И СОЛЕЙ В ВОДЕ

Анионы	Катионы																
	H^+	K^+	Na^+	NH_4^+	Ba^{2+}	Ca^{2+}	Mg^{2+}	Pb^{2+}	Mn^{2+}	Zn^{2+}	Cu^{2+}	Hg^{2+}	Al^{3+}	Cr^{3+}	Fe^{2+}	Fe^{3+}	Ag^+
OH^-		Р	Р	Р	Р	М	Н	Н	Н	Н	Н	–	Н	Н	Н	Н	–
F^-	Р	Р	Р	Р	М	Н	Н	Н	Р	Р	Р	–	М	Р	М	М	Р
Cl^-	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	М	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Н
Br^-	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	М	Р	Р	Р	М	Р	Р	Р	Р	Н
I^-	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Н	Р	Р	–	Н	Р	Р	Р	–	Н
S^{2-}	Р	Р	Р	Р	Н	М	–	Н	Н	Н	Н	Н	–	–	Н	–	Н
SO_3^{2-}	Р	Р	Р	Р	Н	Н	М	Н	Н	Н	Н	–	–	–	Н	–	Н
SO_4^{2-}	Р	Р	Р	Р	Н	М	Р	Н	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	М
NO_3^-	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р
NO_2^-	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	–	–	–	–	–	–	–	–	М
PO_4^{3-}	Р	Р	Р	Р	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н
CO_3^{2-}	Р	Р	Р	Р	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	–	–	Н	–	Н
SiO_3^{2-}	Н	Р	Р	–	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	–	–	–	Н	–	–
$HCOO^-$	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р
CH_3COO^-	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р	Р

Электрохимический ряд активности металлов

Li Cs Rb K Ba Sr Ca Na Mg Be Al Mn Zn Cr Fe Cd Co Ni Mo Sn Pb *(H_2)* Cu Hg Ag Pt Au

Учебное издание

Холод Валерий Михайлович,
Громова Лариса Николаевна,
Баран Владимир Петрович

ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО ДИСЦИПЛИНЕ «ТОКСИКОЛОГИЧЕСКАЯ ХИМИЯ». ХИМИКО-ТОКСИКОЛОГИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Рабочая тетрадь

Ответственный за выпуск В. П. Баран
Технический редактор Е. А. Алисейко
Компьютерный набор Л. Н. Громова
Компьютерная верстка Т. А. Никитенко
Корректор Т. А. Никитенко

Подписано в печать 23.07.2026. Формат 60×84 1/8.
Бумага офсетная. Ризография.
Усл. печ. л. 7,0. Уч.-изд. л. 2,22. Тираж 50 экз. Заказ 2655.

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

ISBN 978-985-591-313-0