

543(02)
A 64

Аналітична хімія



Практикум

NK
PUBLISHERS

МІНІСТЕРСТВО ОХОРОНИ ЗДОРОВ'Я УКРАЇНИ

Центральний методичний кабінет
з вищої медичної освіти

АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ

ПРАКТИКУМ

Навчальний посібник для студентів вищих фармацевтичних
навчальних закладів і фармацевтичних факультетів вищих
медичних навчальних закладів IV рівня акредитації

Вінниця
Нова Книга
2012

УДК 543(075.8)
ББК 24.4я73
А 64

Рекомендовано Центральним методичним кабінетом з вищої медичної освіти МОЗ України як навчальний посібник для студентів вищих фармацевтичних навчальних закладів і фармацевтичних факультетів вищих медичних навчальних закладів IV рівня акредитації (протокол № 3 від 16.10.2012 р. засідання Комісії з медицини науково-методичної ради з питань освіти МОН молодьспорту України)

Автори:

Т. Д. Рева, доц., канд. хім. наук; **В. Л. Сліпчук**, доц., канд. пед. наук; **Г. М. Зайцева**, доц., канд. хім. наук; **О. М. Чхало**, асистент; **С. М. Гождзінський**, доц., канд. хім. наук; **В. О. Калібабчук**, завідувач кафедри, проф., доктор хім. наук (кафедра медичної та загальної хімії Національного медичного університету імені О. О. Богомольця); **Л. М. Рудковська**, провідний інженер (Інститут загальної та неорганічної хімії імені В. І. Вернадського НАН України).

Рецензенти:

Зайцев В. М., доктор хімічних наук, член-кореспондент Національної академії наук України, професор, завідувач кафедри аналітичної хімії Київського національного університету імені Т. Шевченка;

Пономаренко М. С., доктор фармацевтичних наук, професор, завідувач кафедри організації і економіки фармації Національної медичної академії післядипломної освіти імені П. Л. Шупика, заслужений працівник фармації України.

Аналітична хімія. Практикум : навч. посіб. для студ. вищих фармац. навч. заклад. і фармац. ф-тів вищих мед. навч. закладів / Т. Д. Рева, В. Л. Сліпчук, Г. М. Зайцева [та ін.]. — Вінниця : Нова Книга, 2012. — 352 с. : іл.

ISBN 978-966-382-449-9

Навчальний посібник складено відповідно до вимог типової програми з аналітичної хімії для студентів вищого фармацевтичного закладу та фармацевтичних факультетів вищих навчальних закладів IV рівня акредитації. Навчальний посібник складається з трьох розділів, які відповідають розподілу навчального матеріалу з аналітичної хімії на три модулі за кредитно-модульною системою: Модуль 1. Якісний аналіз; Модуль 2. Кількісний аналіз; Модуль 3. Інструментальні методи аналізу. Кожний розділ поділено на частини, що відповідають темам практичних занять за робочим планом програми. У посібнику використано досвід викладання аналітичної хімії на фармацевтичному факультеті Національного медичного університету імені О. О. Богомольця.

УДК 543(075.8)
ББК 24.4я73

ISBN 978-966-382-449-9

© Автори, 2012
© Нова Книга, 2012

ЗМІСТ

Вступ	7
Модуль 1. Якісний аналіз	9
1.1. Заняття 1	18
1.1.1. Правила роботи і безпеки в хіміко-аналітичній лабораторії ..	19
1.1.2. Кислотно-основна класифікація катіонів. Аналітичні реакції катіонів I аналітичної групи, умови їх виконання	20
1.2. Заняття 2	27
1.2.1. Групові реагенти на катіони II та III аналітичних груп.....	27
1.2.2. Лабораторна робота	28
1.2.3. Картковий контроль	32
1.3. Заняття 3	35
1.3.1. Аналіз суміші катіонів I–III аналітичних груп.....	35
1.4. Заняття 4	39
1.4.1. Питання для теоретичної підготовки до заняття	39
1.4.2. Ситуаційні задачі	42
1.4.3. Тестові питання з бази даних “Крок 1”	42
1.4.4. Письмова контрольна робота.....	48
1.5. Заняття 5	50
1.5.1. Групові реагенти на катіони IV аналітичної групи.....	50
1.5.2. Лабораторна робота	53
1.5.3. Картковий контроль	64
1.6. Заняття 6	68
1.6.1. Групові реагенти на катіони V, VI аналітичних груп	68
1.6.2. Лабораторна робота	69
1.7. Заняття 7	83
1.7.1. Питання для теоретичної підготовки.....	83
1.7.2. Лабораторна робота	85
1.8. Заняття 8	88
1.8.1. Контроль засвоєння змістового модуля 2	88
1.9. Заняття 9	99
1.9.1. Групові реагенти в аналізі аніонів та їх призначення	99
1.9.2. Питання для теоретичної підготовки.....	100
1.9.3. Лабораторна робота	101
1.9.4. Тестовий контроль з аналізу суміші аніонів I–III аналітичних груп	116

1.10. Заняття 10	122
1.10.1. Питання для теоретичної підготовки	122
1.10.2. Лабораторна робота	124
1.10.3. Особливі випадки в аналізі аніонів	130
1.10.4. Розв'язування ситуаційних задач з аналізу аніонів I–III аналітичних груп	135
1.11. Заняття 11	136
1.11.1. Контроль засвоєння змістового модуля 3	136
1.12. Заняття 12	138
1.12.1. Питання для підготовки	138
1.12.2. Лабораторна робота. Якісний хімічний аналіз сухої солі ..	139
1.13. Заняття 13	143
1.13.1. Перевірка наявності аніонів	143
1.14. Заняття 14	144
1.14.1. Перелік питань для підсумкового контролю з модуля 1	144
1.14.2. Порядок проведення модульного контролю (ПМК 1)	147
1.14.3. Тестові питання з бази даних “КРОК-1”	148
Модуль 2. Кількісний аналіз	154
2.1. Заняття 1	154
2.1.1. Введення в титриметричний аналіз	154
2.1.2. Техніка зважування на аналітичних терезах	159
2.1.3. Мірний посуд. Перевірка ємності мірного посуду	164
2.1.4. Приготування титрантів	168
2.1.5. Приклади розв'язання типових задач	170
2.2. Заняття 2	171
2.2.1. Кислотно-основне титрування	171
2.2.2. Лабораторна робота	175
2.2.3. Картковий контроль. Титрування сильних кислот та сильних основ	177
2.3. Заняття 3	179
2.3.1. Кислотно-основне титрування. Титрування слабких кислот лугами і слабких основ сильними кислотами.	179
2.3.2. Лабораторна робота	182
2.4. Заняття 4	185

2.4.1. Титрування багатоосновних кислот, основ, сумішей кислот	185
2.4.2. Лабораторна робота	187
2.4.3. Типові задачі	191
2.4.4. Методичні рекомендації до розв'язання задач	192
2.5. Заняття 5	195
2.5.1. Титрування амфолітів	195
2.6. Заняття 6	198
2.6.1. Контроль засвоєння змістового модуля 1	198
2.7. Заняття 7	206
2.7.1. Окисно-відновне титрування	206
2.7.2. Перманганатометричне титрування	214
2.7.3. Лабораторна робота	217
2.8. Заняття 8	221
2.8.1. Йодиметричне та йодометричне титрування	221
2.8.2. Лабораторна робота	226
2.9. Заняття 9	233
2.9.1. Бромато- і бромометричне титрування	233
2.9.2. Лабораторна робота	236
2.9.3. Розв'язування розрахункових задач	237
2.10. Заняття 10	239
2.10.1. Нітритометричне титрування	239
2.10.2. Лабораторна робота	241
2.10.3. Контроль засвоєння змістового модуля 5	243
2.11. Заняття 11	250
2.11.1. Осаджувальне титрування	250
2.11.2. Меркурометрія	257
2.11.3. Аргентометрія	258
2.11.4. Лабораторна робота	264
2.12. Заняття 12	266
2.12.1. Комплексиметричне титрування	266
2.12.2. Комплексонометрія	267
2.13. Заняття 13	276
2.13.1. Питання для теоретичної підготовки	276
2.13.2. Тестові питання з бази даних “КРОК 1”	277

2.13.3. Зразок білетів контрольної роботи змістового модуля 6.....	281
2.14. Заняття 14	282
2.14.1. Гравіметричний аналіз	282
2.15. Заняття 15	290
2.15.1. Лабораторна робота. Визначення вмісту води у препараті	290
2.16. Заняття 16	292
Підсумковий контроль засвоєння модуля 2.	292
Кількісний аналіз	292
Модуль 3. Інструментальні (фізичні та фізико-хімічні)	
методи аналізу.....	297
3.1. Заняття 1	297
3.1.1. Оптичні методи аналізу	297
3.2. Заняття 2	302
3.2.1. Спектрофотометричне визначення вмісту речовини	
у препараті	302
3.3. Заняття 3	306
3.3.1. Рефрактометрія	306
3.4. Заняття 4	316
3.4.1. Електрохімічні методи аналізу	316
3.5. Заняття 5	324
3.5.1. Хроматографічні методи аналізу	324
3.5.2. Лабораторна робота	325
3.6. Заняття 6	329
3.6.1. Контроль засвоєння змістових модулів 7–8	329
3.7. Заняття 7	336
3.8. Додатки	339
3.8.1. Форми контролю і оцінювання дисципліни	339
Рекомендована навчально-методична література	344

Модуль 1 Вступ

Наука “Аналітична хімія” сформувалася в XVIII–XIX століттях. Існує багато визначень цієї науки. Найбільш коротким і очевидним є таке: “Аналітична хімія — наука про визначення хімічного складу аналізованого зразка (лікарського засобу, субстанції, сировини для виготовлення ліків тощо)”.

Аналітичну хімію зазвичай відносять до прикладних наук, але вона має свій предмет фундаментальних досліджень, що не збігається з предметами інших наук. Якщо для інших хімічних наук першочерговими є типові (загальні) властивості речовин, що відносяться до тих або інших класів чи груп, то для аналітичної хімії найбільш важливі характеристичні властивості речовин, що відрізняють кожний індивідуальний об’єкт від інших об’єктів того ж класу. Наприклад, загальні властивості спиртів вивчають хіміки-органіки, а способи визначення спиртів взагалі і кожного окремого спирту (наприклад, етанолу) розробляють аналітики. Для цього вони виявляють ті особливості хімічних і фізичних властивостей спиртів, що відрізняють їх один від одного. Вивчення характеристичних властивостей індивідуальних об’єктів особливо важливе в тих випадках, коли вивчають природні складні композиції, що містять суміші подібних речовин.

Не менше значення для аналітичної хімії має і фізика. Вивчення заломлення світла, електролізу, дифузії, адсорбції у минулому привело до створення нових аналітичних методів, наприклад рефрактометрії, полярографії, хроматографії, кулонометрії тощо і нових аналітичних приладів. Багато складних приладів, спочатку створених фізиками для наукових досліджень, стали згодом засобами проведення хімічного аналізу.

Будь-яка методика аналізу передбачає різноманітні вимірювання. Сучасний аналіз немислимий без вимірювальних приладів, без

еталонів хімічного складу. Тому аналітична хімія тісно пов'язана з наукою про вимірювання і їх похибки, тобто з метрологією. Отже, тепер фізика, математика, біологія, метрологія і деякі інші "нехімічні" науки виявилися не менш значимими для сучасної аналітичної хімії, ніж суцільні хімічні науки.

Сучасну аналітичну хімію поділяють на три розділи:

- якісний аналіз,
- кількісний аналіз,
- інструментальні (фізичні й фізико-хімічні) методи аналізу.

Якісним аналізом визначають (відкривають) хімічні елементи, йони, атоми, атомні групи, молекули в аналізованій речовині.

Кількісним аналізом визначають кількісний склад речовини, тобто встановлюють кількості хімічних елементів, йонів, атомів, атомних груп, молекул в аналізованій речовині.

Виділення інструментальних методів аналізу в самостійний розділ аналітичної хімії певною мірою умовне, оскільки за допомогою цих методів вирішуються завдання як якісного, так і кількісного аналізу. Інструментальні (фізичні й фізико-хімічні) методи аналізу — методи, засновані на використанні залежностей між вимірюваними фізичними властивостями речовин і їх якісною й кількісною сполукою.

У фармації аналітичну хімію використовують:

- a) для ідентифікації (визначення справжності) субстанцій;
- b) для випробовування на чистоту субстанцій і визначення домішок у лікарських засобах;
- c) для ідентифікації окремих інгредієнтів (субстанцій) у лікарських засобах, які містять декілька компонентів;
- d) для кількісного визначення компонентів у лікарських засобах.

Наприклад, для перевірки справжності лікарського засобу, що містить ферум сульфат гептагідрат ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) за Державною Фармакопеею України (ДФУ) спочатку проводять реакції ідентифікації (якісні реакції) катіонів Fe^{2+} й аніонів SO_4^{2-} , а потім методами кількісного аналізу визначають вміст $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ у лікарському засобі.

Модуль 1 Якісний аналіз

До складу багатьох лікарських препаратів входять йони різних металів, які існують у складі різних сполук: солей, оксидів, гідроксидів, комплексних сполук тощо. Контроль якості лікарських препаратів передбачає ідентифікацію (встановлення тотожності невідомого з іншим відомим) компонентів, у тому числі й катіонів металів. Для цього найчастіше аналізовану пробу переводять у розчин і відкривають катіони в цьому розчині.

Для відкриття катіонів використовують відповідні аналітичні реакції на ці катіони.

Якщо аналітичні реакції включені в ДФУ (Державну Фармакопею України) чи в окремі фармакопейні статті, то такі реакції називають фармакопейними. Хоча для кожного катіона відомо багато аналітичних реакцій, проте лише деякі з них використовують для аналізу лікарських засобів.

Поняття "аналітичні властивості речовин".

Хімічні та фізико-хімічні аналітичні властивості речовин

З курсу середньої школи відомі такі поняття, як "фізичні властивості" та "хімічні властивості". В аналітичній хімії використовують специфічний термін: "аналітичні властивості речовин". Це певні хімічні або фізичні властивості, або фізико-хімічні властивості, що використовуються в аналітичній хімії. Приклади:

- йони Fe^{3+} проявляють хімічну властивість — утворюють синій осад у результаті реакції з $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$,
- йони натрію мають фізичну властивість забарвлювати полум'я газопального пальника в жовтий колір.

Навчальне видання

Рева Тетяна Дмитрівна
Сліпчук Валентина Леонідівна
Зайцева Галина Миколаївна та ін.

АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ

ПРАКТИКУМ

Навчальний посібник

Редактор *О. В. Марчук*
Технічний редактор *Ж. С. Швець*
Коректор *Г. П. Краєвська*
Комп'ютерна верстка: *Г. А. Пешков*

Підписано до друку 20.09.12. Формат 60×84/16. Папір офсетний.
Гарнітура Таймс. Друк офсетний. Ум. друк. арк. 20,5.
Тираж 300 пр. Зам. № 668.

ПП "Нова Книга"
21029, м. Вінниця, вул. Квятека, 20
Свідоцтво про внесення суб'єкта видавничої справи
до Державного реєстру видавців, виготівників
і розповсюджувачів видавничої продукції
ДК № 2646 від 11.10.2006 р.
Тел. (0432) 52-34-80, 52-34-82. Факс 52-34-81
E-mail: info@novaknyha.com.ua
www.novaknyha.com.ua