

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ АРХАНГЕЛЬСКОЙ ОБЛАСТИ

ГАПОУ АО «Архангельский медицинский колледж»

Методические указания
для выполнения контрольных работ
по аналитической химии
для студентов отделения «Фармация»
(индивидуальный учебный план)
прерывисто - цикловая форма обучения

Архангельск – 2014

СОСТАВИТЕЛИ:

Афанасьева Е.П. – преподаватель первой квалификационной категории, АМК

Дроздова О.В. – преподаватель высшей квалификационной категории, АМК

РЕЦЕНЗЕНТ:

Письменная С.В. – преподаватель высшей квалификационной категории, АМК

Методические указания составлены в соответствии с требованиями ФГОС и НД, содержат варианты контрольных работ по аналитической химии для студентов отделения «Фармация», дополнительное образование, обучение в сокращенные сроки (профессиональная переподготовка) прерывисто - цикловая форма обучения.

© Афанасьева Е.П., Дроздова О.В.

© ГАПОУ АО «Архангельский медицинский колледж», 2014.

Усл. печ. л. 2,0

Требования к умениям и знаниям при изучении дисциплины «Аналитическая химия»

Аналитическая химия является основой для дальнейшего изучения фармацевтической химии и формирования профессиональных компетенций по контролю качества лекарственных средств, изготавливаемых в аптеке, проведению основных видов внутриаптечного контроля.

В результате освоения дисциплины обучающийся должен уметь:

- правильно и аккуратно выполнять реакции полумикрометодом, капельным и микрокристаллоскопическим методами;
- владеть техникой обычных аналитических операций;
- грамотно оформлять и обрабатывать полученные результаты;
- уметь по химическим свойствам веществ, в том числе лекарственных, подбирать методы качественного и количественного анализа;
- работать с мерной посудой, на аналитических весах;
- готовить титрованные растворы, устанавливать титр и эквивалентную концентрацию раствора;
- титровать пипеткой, бюреткой и титровальной установкой;
- точно фиксировать точку конца титрования (точку эквивалентности);
- выбирать необходимые методы анализа;
- применять методы количественного анализа при контроле различных исследуемых веществ;
- наблюдать, обобщать, сравнивать, математически обрабатывать экспериментальные данные;
- работать с приборами (ФЭК, рефрактометр и др.).

В результате освоения дисциплины обучающийся должен знать:

- теоретические основы аналитической химии;
- методы качественного анализа;
- качественные реакции, применяемые в фармацевтическом анализе;
- методы количественного анализа;
- требования к реакциям, исходным веществам, титрованным растворам;
- вычисления в титриметрическом анализе.

Контрольная работа посвящена обобщению и систематизации умений и знаний по учебной дисциплине «Аналитическая химия»

Для выполнения контрольной работы, обучающиеся должны самостоятельно изучить теоретический материал по следующим темам:

1. Введение. Предмет и задачи аналитической химии. Методы качественного анализа. Требования, предъявляемые к аналитической химической реакции.
2. Анализ катионов I - VI аналитических групп.
3. Анализ анионов I - III аналитических групп.
4. Титриметрические методы анализа. Методы кислотно - основного титрования.
5. Методы окислительно – восстановительного титрования.
6. Методы осаждения.
7. Метод комплексонометрии.
8. Инструментальные методы количественного определения.

Требования к выполнению контрольной работы.

Контрольная работа высылается не позднее, чем за 1 месяц до начала сессии по адресу: 163002, г. Архангельск, пр. Новгородский д. 21, отделение «Фармация»

Контрольная работа должна выполняться со следующими условиями:

- ✓ Рукописным текстом в тетради 18 листов.
- ✓ Контрольная работа должна начинаться с титульного листа по образцу приложения.
- ✓ При выполнении теоретического вопроса выписывается вопрос, к нему дается ответ
- ✓ Указания к практической части даны в каждом задании в тексте контрольной работы
- ✓ Для определения выполняемого варианта контрольной работы следует воспользоваться следующей таблицей:

Вариант	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Последняя цифра студенческого билета	1	2	3	4	5	6	7	8	9	0

Образец оформления титульного листа.

Министерство здравоохранения Архангельской области
ГАПОУ АО «Архангельский медицинский колледж»

Контрольная работа

по дисциплине «**Аналитическая химия**»

ФИО _____

Вариант № _____

Должность _____

Место работы _____

Домашний адрес _____

Работу проверил _____

Ф.И.О. преподавателя

Оценка _____

Архангельск
2014

ТЕМАТИЧЕСКИЙ ПЛАН ЛЕКЦИЙ

№ п/п	Тема лекций	Кол-во часов
1.	Введение. Предмет и задачи аналитической химии. Методы качественного анализа. Требования, предъявляемые к аналитической химической реакции.	2
2.	Анализ катионов I - VI аналитических групп.	2
3.	Анализ анионов I - III аналитических групп.	2
4.	Титриметрические методы анализа. Методы кислотно - основного титрования.	2
5.	Методы окислительно – восстановительного титрования.	2
6.	Методы осаждения.	2
7.	Метод комплексонометрии.	2
8.	Инструментальные методы количественного определения.	2
	Итого	16 ч.

ТЕМАТИЧЕСКИЙ ПЛАН ПРАКТИЧЕСКИХ ЗАНЯТИЙ

№ п/п	Тема занятия	Кол-во часов
1.	Качественный анализ. Качественные реакции на катионы I – VI аналитических групп. Анализ смеси катионов I – VI аналитических групп.	4
2.	Качественные реакции на анионы I – III аналитических групп. Анализ смеси анионов.	4
3.	Количественный анализ. Кислотно – основное титрование. Методы кислотно – основного титрования.	4
4.	Методы осаждения. Комплексонометрическое титрование.	4
	Итого	16 ч.

**Варианты контрольных работ и номера
выполняемых заданий по изучаемому материалу раздела 2
«Количественный анализ»**

№вар./№темы	1	2	3	4	5
1 вариант	1	2, 11	3	3	5
2 вариант	2	3, 12	4	5	1
3 вариант	3	4, 13	5	6	2
4 вариант	4	5, 14	6	7	3
5 вариант	5	6, 15	7	8	4
6 вариант	6	7, 16	8	9	5
7 вариант	7	8, 17	9	10	1
8 вариант	8	9, 18	10	1	2
9 вариант	9	10, 19	1	2	3
10 вариант	10	1, 20	2	3	4

РАЗДЕЛ № 1

Качественный анализ

Вариант 1

1. К раствору соли прибавили реактив $K_2H_2Sb_2O_7$ на обнаружение катиона, получили белый осадок, растворимый в кислотах, щелочах и горячей воде. Для обнаружения аниона добавили магниезильную смесь и получили белый осадок, растворимый в кислотах. Какую соль открыли данными реакциями? Напишите химизм, методику проведения.
2. Предложите методику проведения качественного анализа хлорида кальция.

Вариант 2

1. К раствору соли для обнаружения катиона добавили реактив $K_4[Fe(CN)_6]$, получили белый осадок с желтоватым оттенком, а для обнаружения аниона добавили раствор $BaCl_2$, выпал белый осадок, нерастворимый ни в кислотах, ни в щелочах. Какую соль открыли данными реакциями? Напишите химизм, методику проведения реакции.
2. Предложите методику проведения качественного анализа тиосульфата натрия.

Вариант 3

1. К раствору соли для обнаружения катиона добавили раствор $Na_2S_2O_3$, получили белый осадок, который со временем перешел в желтый, затем в коричневый и, наконец, в черный. Анион обнаружили при добавлении к раствору соли ДФА, появилось синее окрашивание. Какую соль открыли? Напишите химизм реакций, методику проведения.
2. Предложите методику проведения качественного анализа хлорида магния.

Вариант 4

1. Для определения подлинности к раствору соли:
А) добавили раствор $Na_3[Co(NO_2)_6]$, наблюдали образование желтого осадка;

Б) добавили раствор $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, получился желтый осадок.

Напишите формулу анализируемого вещества, химизм проведенных реакций и методику проведения.

2. Предложите методику проведения качественного анализа тетрабората натрия.

Вариант 5

1. К раствору соли для определения ее состава добавили:

А) раствор хромата калия K_2CrO_4 , образовался желтый осадок;

Б) раствор нитрата серебра AgNO_3 , образовался белый творожистый осадок, растворимый в 10%-ном растворе аммиака, при действии азотной кислоты осадок выпадает вновь.

Напишите формулу анализируемой соли, методику проведения химических реакций и их химизм.

2. Предложите методику проведения качественного анализа бромида калия.

Вариант 6

1. К раствору соли для определения ее состава добавили:

А) реактив $\text{K}_2\text{H}_2\text{Sb}_2\text{O}_7$, наблюдали образование белого осадка, растворимого в кислотах, щелочах и горячей воде;

Б) раствор йода I_2 , который обесцветился.

Напишите формулу анализируемой соли, методику проведения химических реакций и их химизм.

2. Предложите методику проведения качественного анализа иодида калия.

Вариант 7

1. В образце содержится Br^- и CO_3^{2-} - ионы. Запишите все возможные качественные реакции на данные ионы в молекулярном, полном и сокращенном ионном видах. Укажите условия проведения реакций и их аналитический эффект.

2. Микрористаллоскопическая реакция на оксалат ион – опишите методику проведения реакции, укажите аналитический эффект и приведите химизм реакции.

Вариант 8

1. В образце содержится калия бромид. Запишите все возможные реакции на предложенное вещество в молекулярном, полном и сокращенном ионном видах. Для ОВР составьте ионно-электронный баланс. Укажите аналитический эффект и условия проведения реакций

2. Микрористаллоскопическая реакция на катион магния – опишите методику проведения реакции, укажите аналитический эффект и приведите химизм реакции.

Вариант 9

1. Проведите все возможные качественные реакции на катион свинца. Опишите методики проведения эксперимента и укажите меры предосторожности при работе с препаратами свинца.

2. Пирохимическая реакция на катион калия (опишите методику проведения реакции).

Вариант 10

1. К раствору соли для определения ее состава добавили:

А) раствор хромата калия K_2CrO_4 , образовался желтый осадок;

Б) раствор нитрата серебра $AgNO_3$, образовался белый творожистый осадок, растворимый в 10%-ном растворе аммиака, при действии азотной кислоты осадок выпадает вновь.

Напишите формулу анализируемой соли, методику проведения химических реакций и их химизм.

2. Проведите качественные реакции на катион натрия. Напишите все возможные уравнения реакций в молекулярном, ионном видах, отметьте условия проведения и аналитический эффект реакции.

РАЗДЕЛ № 2

Количественный анализ.

Титриметрический или объёмный анализ

В титриметрическом анализе количественное определение химических веществ проводится обычно путём точного измерения объёмов растворов двух веществ, вступающих между собой в определённую реакцию, причем используются такие реакции между веществами, которые идут быстро и до конца.

Количественные соотношения между реагирующими веществами выражаются **законом эквивалентов**: химические элементы и их соединения взаимодействуют в химических реакциях друг с другом в строго определённых массовых количествах, соответствующих их химическим эквивалентам. Данный закон лежит в основе расчётов титриметрического анализа.

Эквивалент (Э) – реальная или условная частица вещества X, которая эквивалентна одному атому водорода в кислотно-основной реакции или одному электрону в окислительно-восстановительной реакции (должна быть указана конкретная химическая реакция).

$$\text{Э} = f_{\text{Э}}(\text{X})$$

Фактор эквивалентности ($f_{\text{Э}}$) – число, обозначающее, какая доля реальной частицы вещества эквивалентна одному атому водорода в кислотно-основной реакции или одному электрону в окислительно-восстановительной реакции.

$$f_{\text{Э}}(\text{X}) = 1/z; \text{ где: } z - \text{число эквивалентности.}$$

При $f_{\text{Э}} = 1$ Э = РЧ (реальная частица); при $f_{\text{Э}} < 1$ Э = УЧ (условная частица).

Масса 1 моль эквивалента называется **молярной массой эквивалента**

$$M_{\text{Э}} = f_{\text{Э}} \cdot M$$

Важным следствием закона эквивалентов является **основное уравнение титриметрии**:

$$C_{\text{Э}}^1 \cdot V^1 = C_{\text{Э}}^2 \cdot V^2$$

Произведение молярной концентрации эквивалента ($C_{\text{Э}}$) на объём (V) раствора есть величина постоянная для растворов обоих реагирующих веществ.

Или иначе: в точке эквивалентности объёмы прореагировавших веществ обратно пропорциональны их молярным концентрациям эквивалента:

$$\frac{V_1}{V_2} = \frac{C_{\text{Э}}^2}{C_{\text{Э}}^1}$$

ВЫЧИСЛЕНИЯ В ТИТРИМЕТРИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ

Расчет навески – **g (a)**

$$g(a) = C_N \times M_{\text{Э}} \times V(\text{л}) \quad g(a) = T \times V(\text{мл}) \quad g_{\text{оп}}(a_{\text{оп}}) = \text{Тр/оп} \times V_{\text{р}}(\text{мл})$$

Расчет нормальной концентрации - C_N ($C_{\text{Э}}$, N)

$$C_{N1} = \frac{C_{N2} \times V_2}{V_1} \quad C_N = \frac{T \times 1000}{M_{\text{Э}}} \quad C_{Np} = \frac{\text{Тр/оп} \times 1000}{M_{\text{Э оп}}}$$

Расчет титра – **T г/мл**

$$T = \frac{g(a)}{V_{\text{колбы}}} \quad \text{Тр/оп} = \frac{g_{\text{оп}}}{V_{\text{р}}(\text{мл})} \quad \text{Тр/оп} = \frac{C_{Np} \times M_{\text{Э оп}}}{1000}$$

$$T_N = \frac{C_N \times M_{\text{Э}}}{1000} \quad T_M = \frac{C_M \times M}{1000} \quad T_{\%} = \frac{C_{\%} \times M}{100}$$

Расчет фактора эквивалентности, массы эквивалента – **fЭ, МЭ**

$$M_{\text{Э}} = f_{\text{Э}} \times M$$

$$f_{\text{Э}} = \frac{1 \dots \dots \dots}{\text{к-ты} \quad \text{основность}} \quad f_{\text{Э}} = \frac{1 \dots \dots \dots}{\text{осн} \quad \text{ст окисл Me}} \quad f_{\text{Э}} = \frac{1 \dots \dots \dots}{\text{соли} \quad \text{ст окисл Me} \times \text{число атомов Me}}$$

$$f_{\text{э}} = \frac{1 \dots \dots \dots}{\dots \dots \dots}$$

ок-ля число + ē одной молекулой

$$f_{\text{э}} = \frac{1 \dots \dots \dots}{\dots \dots \dots}$$

вос-ля число – ē одной молекулой

Расчет поправочного коэффициента - **K**

$$K = \frac{g_{\text{практ}}}{g_{\text{теор}}} \quad K = \frac{C_{\text{N,практ}}}{C_{\text{N,теор}}} \quad K = \frac{T_{\text{практ}}}{T_{\text{теор}}} \quad K = \frac{g}{C_{\text{N}} \times M_{\text{э}} \times V(\text{л})} \times 1000$$

Расчет массовой доли элемента в веществе или чистого вещества в смеси – **W%**:

$$W_{\%} \text{ для всей навески: } W_{\%} = \frac{T_{\text{р/оп}} \times V_{\text{р}} \times 100\%}{g_{\text{опр}} (\text{техн})}$$

$$W_{\%} \text{ для части навески: } W_{\%} = \frac{T_{\text{р/оп}} \times V_{\text{р}} \times V_{\text{разв}} \times 100\%}{V_{\text{оп}} \times g_{\text{опр}} (\text{техн})}$$

Примеры решение задач.

Задача 1. В 250 мл воды растворили 0,3180г хлорида натрия. Рассчитайте титр и нормальную концентрацию полученного раствора.

<u>Дано:</u> $V_{\text{колбы}} = 250 \text{ мл}$ $g_{\text{NaCl}} = 0,3180 \text{ г}$ $M_{\text{NaCl}} = 58,45 \text{ г/моль}$	<u>Найти:</u> $T_{\text{NaCl}} = ?$ $C_{\text{N,NaCl}} = ?$	<u>Формулы:</u> $T = \frac{g(a)}{V_{\text{колбы}}}$ $C_{\text{N}} = \frac{T \times 1000}{M_{\text{э}}}$ $M_{\text{э}} = f_{\text{э}} \times M$
---	---	---

Решение:

1. Рассчитаем титр раствора через навеску:

$$T_{\text{NaCl}} = 0,3180\text{г} / 250 \text{ мл} = 0,001272 \text{ г/мл}$$

2. Определим $M_{\text{э}} \text{ NaCl}$: $M_{\text{э}} = f_{\text{э}} \times M$, $f_{\text{э}} \text{ NaCl} = 1$, следовательно, $M_{\text{э}} = M = 58,45 \text{ г экв/моль}$

3. Определим нормальную концентрацию раствора через его титр:

$$C_{\text{N}} = \frac{0,001272 \times 1000}{58,45} = 0,0218\text{н}$$

Ответ: $T_{\text{NaCl}} = 0,001272 \text{ г/мл}$, $C_{\text{N,NaCl}} = 0,0218\text{н}$

Задача 2. Рассчитайте титр 0,1н раствора серной кислоты.

<u>Дано:</u> $C_N H_2SO_4 = 0,1н$ $M H_2SO_4 = 98 \text{ г/моль}$	<u>Найти:</u> $T H_2SO_4 = ?$	<u>Формулы:</u> $T = C_N \times M_{\text{Э}} / 1000$ $M_{\text{Э}} = f_{\text{Э}} \times M$
---	----------------------------------	---

Решение:

1. Определим $M_{\text{Э}} H_2SO_4$: $M_{\text{Э}} = f_{\text{Э}} \times M$,

$f_{\text{Э}} H_2SO_4 = 1/2$, следовательно, $M_{\text{Э}} H_2SO_4 = 1/2 M = 1/2 \times 98 = 49 \text{ г экв/моль}$

2. Рассчитаем титр раствора:

$$T H_2SO_4 = 0,1 \times 49 : 1000 = 0,004900 \text{ г/мл}$$

Ответ: $T H_2SO_4 = 0,004900 \text{ г/мл}$

Задача 3. Сколько г хлорида калия необходимо взять для приготовления 500 мл 0,1н раствора?

<u>Дано:</u> $V \text{ раствора} = 500 \text{ мл или } 0,5 \text{ л}$ $C_N KCl = 0,1н$ $M KCl = 74,6 \text{ г/моль}$	<u>Найти:</u> $g KCl = ?$	<u>Формулы:</u> $g(a) = C_N \times M_{\text{Э}} \times V(\text{л})$ $M_{\text{Э}} = f_{\text{Э}} \times M$
---	------------------------------	--

Решение:

1. Определим $M_{\text{Э}} KCl$:

$M_{\text{Э}} = f_{\text{Э}} \times M$, $f_{\text{Э}} KCl = 1$, следовательно, $M_{\text{Э}} = M = 74,6 \text{ г экв/моль}$

2. Рассчитаем навеску вещества:

$$g KCl = 0,1 \times 74,6 \times 0,5 = 3,7300 \text{ г}$$

Ответ: $g KCl = 3,7300 \text{ г}$

Задача 4. Для приготовления одного литра 0,1н раствора буры необходимо отвесить 19,0690 г соли. Взяли навеску тетрабората натрия в 19,7980 г. Определите поправочный коэффициент и нормальную концентрацию полученного раствора.

<u>Дано:</u> $C_N \text{ буры (теор)} = 0,1н$ $g \text{ теор буры} = 19,0690 \text{ г}$ $g \text{ практ буры} = 19,7980 \text{ г}$	<u>Найти:</u> $K = ?$ $C_N \text{ практ} = ?$	<u>Формулы:</u> $K = g \text{ практ} : g \text{ теор}$ $C_N \text{ практ} = C_N \text{ теор} \times K$
---	---	--

Решение:

1. Вычислим поправочный коэффициент: $K = 19,7980 : 19,0690 = 1,0382$
2. Определим практическую нормальную концентрацию полученного раствора:
 $C_N \text{ практ} = C_N \text{ теор} \times K = 1,0382 \times 0,1 = 0,1038 \text{ моль/л}$

Ответ: $K = 1,0382$; $C_N \text{ практ} = 0,1038 \text{ моль/л}$

Задачи для самостоятельного решения.

Тема 1. Метод кислотно – основного титрования (нейтрализации)

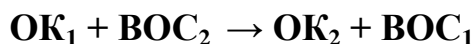
1. Какова нормальная концентрация раствора буры, если ее навеску 2,6113 г растворили в 200 мл воды? *Ответ: 0,06847н*
2. Вычислите нормальную концентрацию гидроксида натрия, титр которого равен 0,004020 г/мл. *Ответ: 0,1005н*
3. Каков титр HCl/NH_3 для 0,1125н раствора соляной кислоты? *Ответ: 0,001917г/мл*
4. Титр соляной кислоты по гидроксиду натрия равен 0,005250 г/мл. Рассчитайте нормальную концентрацию раствора соляной кислоты и её обычный титр. *Ответ: $C_N = 0,1313н$; $T = 0,004787г/мл$*
5. Чему равен титр 0,1н раствора, содержащего 0,05585 г/мл, если поправочный коэффициент раствора равен 1,019. *Ответ: $T_{\text{практ.}} = 0,05691г/мл$*
6. Чему равна величина фактора эквивалентности серной кислоты в реакциях: полной нейтрализации, неполной нейтрализации, восстановления до сероводорода.
7. Вычислить $f_{\text{Э}}$, Э , $M_{\text{Э}}$ анализируемых веществ в химических реакциях:
 - ✓ $H_2C_2O_4 + 2NaOH \rightarrow Na_2C_2O_4 + 2H_2O$
 - ✓ $CaCl_2 + 2AgNO_3 \rightarrow 2AgCl + Ca(NO_3)_2$
 - ✓ $10FeSO_4 + 2KMnO_4 + 8H_2SO_4 \rightarrow 5Fe_2(SO_4)_3 + 2MnSO_4 + K_2SO_4 + 8H_2O$
 - ✓ $ZnSO_4 + Na_2[H_2\text{Эдта}] \rightarrow Na_2[Zn\text{Эдта}] + H_2SO_4$
8. Сколько г серной кислоты содержится в растворе, если на нейтрализацию 25 мл его требуется 24,17 мл гидроксида натрия, имеющего титр 0,004085 г/мл. *Ответ: $g H_2SO_4 = 0,1209 г$*

9. Титр соляной кислоты по гидроксиду натрия равен 0,004085 г/мл. Рассчитайте нормальную концентрацию раствора соляной кислоты. *Ответ: 0,11н*

10. Раствор содержит 3,1202г натрия хлорида в 100 мл. Рассчитать титр этого раствора и его нормальность. *Ответ: T=0,031202г/мл; C_N=0,5н*

Тема 2. Методы окислительно – восстановительного титрования (редоксометрия)

В основе редокс - методов лежат окислительно-восстановительные реакции, т.е. такие реакции, которые идут со сдвигом или полным переходом электронов от одних частиц к другим – от восстановителя к окислителю:



В качестве титрантов (см. таблицу) чаще используются растворы окислителей.

Таблица

Методы окислительно-восстановительного титрования

Метод	Основное уравнение	E ⁰ , В	Титрант	М, г/моль	f _э	Установочное вещество
Перманганатометрия	$MnO_4^- + 8H^+ + 5e^- \rightarrow Mn^{2+} + 8H_2O$	1,51	<i>KMnO₄</i>	158,04	1/5	<i>H₂C₂O₄ · 2H₂O</i>
Йодометрия	$J_2 + 2e^- \rightarrow 2J$	0,54	<i>J₂</i> <i>Na₂S₂O₃ · 5H₂O</i>	253,80 248,18	1/2 1	<i>P-p с изв. K_n</i> <i>Na₂S₂O₃</i> <i>K₂Cr₂O₇</i>
Броматометрия	$BrO_3^- + 6H^+ + 6e^- \rightarrow Br^- + 3H_2O$	1,45	<i>KBrO₃</i>	167,01	1/6	<i>P-p с изв. K_n</i> <i>Na₂S₂O₃</i>
Йодатометрия	$JO_3^- + 6H^+ + 6e^- \rightarrow J + 3H_2O$	1,08	<i>KJO₃</i>	214,00	1/6	<i>P-p с изв. K_n</i> <i>Na₂S₂O₃</i>
Нитритометрия	$R-NH_2 + NaNO_2 + HCl \rightarrow [R-N \equiv N]^+ Cl^- + NaCl + 2H_2O$	1,20	<i>NaNO₂</i>	69,00	1	<i>сульфаниловая кислота,</i> <i>анестезин,</i> <i>новокаин</i>

Примеры решение задач.

Задача 1. Рассчитать навеску перманганата калия, необходимую для приготовления 50 мл 0,1н раствора.

Дано:

$$V_{p-pa} = 50 \text{ мл}$$

$$C_n \text{ KMnO}_4 = 0,1 \text{ н}$$

Найти:

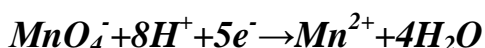
$$a \text{ KMnO}_4 = ?$$

Формулы:

$$a = C_n * M_{\text{Э}} * V(\text{л})$$

Решение:

1. Полууреакция окислительно – восстановительного процесса:



2. Определим $M_{\text{Э}} \text{ KMnO}_4$: $M_{\text{Э}} = f_{\text{Э}} \times M$, $f_{\text{Э}} = 1/5$, следовательно, $M_{\text{Э}} = M/5 = 158,03/5 = 31,606 \text{ г*экв/моль}$

3. Определим навеску перманганата калия по формуле:

$$a = 0,1 * 31,606 * 0,05 = 0,15803 \text{ г}$$

Ответ: $a = 0,15803 \text{ г}$

Задача 2. Навеску раствора перекиси водорода в 1,1600 г перенесли в мерную колбу на 200 мл, довели до метки водой и перемешали. На 20 мл этого раствора при титровании было израсходовано 30,05 мл раствора KMnO_4 , $T \text{ KMnO}_4/\text{O} = 0,000450 \text{ г/мл}$. Определите массовую долю активного кислорода во взятом количестве H_2O_2 .

Дано:

$$V_{\text{разв.}} = 200 \text{ мл}$$

$$V \text{ KMnO}_4 = 30,05 \text{ мл}$$

$$T \text{ KMnO}_4/\text{O} = 0,000450$$

г/мл

$$V \text{ H}_2\text{O}_2 = 20 \text{ мл}$$

$$g \text{ H}_2\text{O}_2 = 1,1600 \text{ г}$$

Найти:

$$W\% \text{ O} = ?$$

Формулы:

$$W\% = \frac{T_{p/on} * V_{\text{раб}} * V_{\text{разв}} * 100\%}{V_{\text{онр}} * g_{\text{онр}}}$$

Решение:

Определяем массовую долю активного кислорода по формуле:

$$W\% = 0,000450 * 30,05 * 200 * 100 / 20 * 1,1600 = 11,66 \%$$

Ответ: $W\% = 11,66 \%$

Задачи для самостоятельного решения:

1. Какую навеску $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ следует взять для приготовления 25 мл 0,05н раствора. *Ответ: 0,0788 г*

2. На титрование 10 мл 0,1н раствора щавелевой кислоты пошло 9,80 мл раствора перманганата калия. Вычислите $N KMnO_4$, $T KMnO_4$, $T KMnO_4/H_2C_2O_4$.

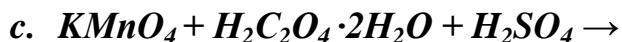
Ответ: $N KMnO_4 = 0,10204н$, $T KMnO_4 = 0,003224 г/мл$, $T KMnO_4/H_2C_2O_4 = 0,006430 г/мл$.

3. Какую навеску $KMnO_4$ необходимо взять для приготовления 2,5 литров с $T KMnO_4/Fe = 0,005585 г/мл$. *Ответ: 7,9 г*

4. На титрование 25 мл раствора, полученного при растворении 3,6769 технического сульфита натрия в мерной колбе на 250 мл, израсходовано 24 мл перманганата калия. Определите $\omega\% Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$, если $T KMnO_4/Fe = 0,005585 г/мл$.

Ответ: $\omega\% Na_2SO_3 \cdot 7H_2O = 82,24\%$

5. Закончите уравнения реакций, расставьте коэффициенты методом полуреакций (ионно-электронным):



5. Сколько грамм дихромата калия содержится в растворе, если при добавлении к нему избытка йодида калия и серной кислоты, на титрование выделившегося йода израсходовано 15 мл 0,1н раствора тиосульфата натрия. *Ответ: 0,0735 г*

6. Определить количество йода в растворе, если на титрование пошло 10,30 мл тиосульфата натрия. $T Na_2S_2O_3 / I_2 = 0,012900$. *Ответ: 0,1329 г.*

7. Какую навеску $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ необходимо взять для приготовления 500 мл 0,1н раствора тиосульфата натрия? *Ответ: 12,41 г*

8. Рассчитайте поправочный коэффициент на нормальность раствора йода, если на титрование 1 мл 0,1н раствора тиосульфата натрия пошло 1,08 мл раствора йода. *Ответ: 0,93*

9. Определите, сколько грамм тиосульфата натрия содержится в 100 граммах раствора, если на титрование 1 мл этого раствора пошло 0,62 мл 0,1н раствора йода с поправочным коэффициентом 0,96. *Ответ: 1,4773 г*
10. Определить количество йода в растворе Люголя, если на титрование 1 мл исследуемого раствора пошло 0,32мл, 0,34мл, 0,32 мл тиосульфата натрия. *Ответ: 0,4188 г*
11. К смеси, состоящей из 20,5 мл 0,045н раствора тиосульфата натрия и 19,48 0,0485н раствора йода, прибавлен раствор крахмала. Каким будет цвет раствора? Произведите необходимые расчеты, обосновать ответ.
12. Рассчитать навеску $KMnO_4$, необходимую для приготовления 100 мл 0,1н раствора. *Ответ: 0,31606 г*
13. Титр перманганата калия по пероксиду водорода равен 0,001701г/мл. Рассчитать процентное содержание перекиси водорода в растворе, если на титрование 0,5 мл раствора было израсходовано 8,9 мл 0,1N $KMnO_4$. *Ответ: 3,02%*
14. Рассчитать навеску дихромата калия, необходимую для приготовления 100 мл децинормального раствора. Рассчитать титр этого раствора. *Ответ: $a=0,49040 г$; $T=0,004904 г/мл$*
15. Рассчитать навеску $K_2Cr_2O_7$, необходимую для приготовления 50 мл децинормального раствора. Рассчитать титр этого раствора. *Ответ: $a=0,2452 г$; $T=0,004904 г/мл$*
16. Навеску дихромата калия в 0,12 г растворили в воде, добавили серной кислоты и раствор калия иодида. Выделившийся свободный йод оттитровали тиосульфатом натрия, затратив при этом 24 мл раствора. Рассчитать нормальную концентрацию и титр раствора тиосульфата натрия. *Ответ: $C_n = 0,1020н$; $T = 0,025316 г/мл$*
17. Вычислить титр и нормальную концентрацию раствора йода, если навеска его 0,4570 г растворена в мерной колбе на 250 мл. *Ответ: $T = 0,001828 г/мл$; $C_n = 0,0144н$*
18. Навеска 0,7850 г дихромата калия растворена в мерной колбе на 250 мл. К 10 мл этого раствора прибавлен KI в кислой среде, выделившийся йод оттитро-

ван 15,37 мл раствора тиосульфата натрия. Определите нормальность тиосульфата натрия и его титр по йоду. *Ответ: $C_n = 0,0417н$, $T = 0,005285$ г/мл*

19. Рассчитать навеску перманганата калия, необходимую для приготовления 450 мл 0,1н раствора. *Ответ: $a=1,42227$ г*

20. Рассчитать навеску перманганата калия **$KMnO_4$** , необходимую для приготовления 250 мл 0,1н раствора. *Ответ: $a=0,79015$ г*

Тема 3. Методы осадительного титрования

Методы осаждения объединяют объёмно – аналитические определения, в основе которых лежат реакции образования осадков малорастворимых соединений. При этом осадок должен быть практически нерастворим и быстро выпадать; необходимо, чтобы легко фиксировалась индикаторами точка эквивалентности; титрование не должно искажаться явлениями адсорбции других веществ.

В данном объёмном анализе о массе вещества судят по затраченному объёму рабочего раствора – титранта. В зависимости от применяемого титранта методы осаждения классифицируют на **аргентометрию и роданометрию**.

В качестве индикаторов в методах осаждения применяются индикаторы – реагенты и адсорбционные индикаторы.

Аргентометрическое титрование включает в себя метод Мора и метод Фаянса. Роданометрическое титрование включает прямую роданометрию и метод Фольгарда. Каждый из перечисленных методов обладает своими особенностями.

Задачи для самостоятельного решения:

1. Рассчитать массу калия хлорида, содержащегося в 100 мл раствора, если на титрование 10 мл этого раствора было израсходовано 5,44 мл 0,1н раствора нитрата серебра. *Ответ: $a=0,40528$ г.*

2. *Rp.: Sol. Argenti nitratis 0,5 %
(пятидесятипроцентного) - 200 ml*

*D.S.: для промывания
мочевого пузыря*

Рабочая пропись

*Допустимое
отклонение
(пр.305)*

Составьте рабочую пропись. Найдите допустимое отклонение, согласно приказу № 751н. Сделайте предварительный расчет объема титранта двумя способами.

3. Сделать вывод о качестве приготовленной лекарственной формы, если на титрование 0,5 мл её было израсходовано 0,67 мл титранта.

Rp: Sol. Kalii chloridi 1% - 50 ml.

D.S.: для внутривенного введения.

4. Раствор содержит 1,1503 г калия бромида в 100 мл. Рассчитать титр этого раствора и его нормальную концентрацию. *Ответ: $T=0,011503$ г/мл; $C_N=0,096N$*

5. Сделать вывод о качестве приготовленной лекарственной формы, если на титрование 1 мл её было израсходовано 0,85 мл титранта.

Rp: Sol. Kalii bromidi 1%-150 ml.

D.S.: для внутреннего применения.

6. Раствор содержит 1,1503 г калия бромида в 100 мл. Рассчитать титр этого раствора и его нормальную концентрацию. Вычислить, какой объём 0,1N раствора нитрата серебра будет израсходован на титрование 1 мл этого раствора? *Ответ: $T=0,011503$ г/мл; $C_N=0,096N$; $V_{0,1N AgNO_3}=0,96$ мл*

7. Оформить рецепт, рассчитать рабочую пропись, определить допустимые отклонения (пр. 751н), рассчитать рамки Д.О. для лекарственной формы. Сделайте предварительный расчет объёма титранта, если навеска раствора для титрования 0,5 мл.

Rp.: Sol. Natrii chloridi 0,9% - 200ml

Sterilisetur!

D.S.: для внутривенного введения.

8. Сделать вывод о качестве приготовленной лекарственной формы, если на титрование 1 мл её было израсходовано 0,65 мл титранта.

Rp: Sol. Kalii iodidi 1% - 200 ml.

D.S.: по 1 чайной ложке 3 раза в день.

9. Вычислить нормальную концентрацию раствора нитрата серебра, титр которого по хлориду натрия равен 0,002923 г/мл. *Ответ: 0,05N*

10. Рассчитать, сколько грамм хлорида калия содержится в 100 мл раствора, если на титрование 10 мл его затрачено 11,34 мл 0,1050н раствора нитрата серебра?

Ответ: 0,88789 г

Тема 4. Комплексометрическое титрование

Комплексометрия является одним из новых, получивших широкое распространение методов комплексообразования в титриметрическом анализе. Метод основан на взаимодействии ионов металлов с органическими соединениями – комплексоном. Комплексоны – это группа аминокислот, в молекулах которых атом азота связан с метилкарбоксильными группами.

В качестве титранта в этом методе чаще всего используют динатриевую соль этилендиаминтетрауксусной кислоты, называемую комплексоном III или трилоном Б, в связи с этим данный метод иногда называют трилонометрией. Трилон Б образует с ионами металлов прочные, растворимые в воде комплексные соединения строго определённого состава.

Точка эквивалентности в этом методе фиксируется с помощью металлохромных индикаторов (мурексид, эриохром).

Комплексометрическое титрование нашло широкое применение при анализе природных объектов.

Задачи для самостоятельного решения:

1. Какую навеску $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ следует взять для приготовления 50 мл 0,05н раствора. *Ответ: 0,3080 г*
2. На титрование 2 мл 0,1004н раствора сульфата магния в присутствии хромогена черного пошло 2,24 мл раствора трилона Б. Вычислите $N_{трБ}$, $T_{трБ}$, $T_{трБ}/MgSO_4$. *Ответ: $N_{трБ} = 0,0896$, $T_{трБ} = 0,012196$ г/мл, $T_{трБ}/MgSO_4 = 0,011039$ г/мл.*
3. Навеска 1,52г сульфата магния растворена в мерной колбе на 250 мл. На титрование 20 мл полученного раствора израсходовано 19,85мл раствора трилона Б. Вычислите титр раствора трилона Б, его нормальную концентрацию. *Ответ: $T_{трБ} = 0,009251$ г/мл, $N_{трБ} = 0,04972$ н.*

4. <i>Rp.: Sol. Calcii chloridi</i> 2% - 200 ml <i>D.S.: по 1 ч.л. х 3 раза в день</i> <i>после еды. Детское.</i>	<i>Рабочая пропись</i>	<i>Допустимое отклонение</i>
--	------------------------	------------------------------

Составьте рабочую пропись. Найдите допустимое отклонение, согласно приказу № 751н. Сделайте предварительный расчет объема трилона Б двумя способами.

5. На титрование 2 мл раствора хлорида кальция, израсходовано 3,56 мл трилона Б. Определите $\omega\%$ хлорида кальция в растворе, если $T_{\text{трБ}/\text{ZnSO}_4} = 0,014380$ г/мл.

Ответ: $\omega\% \text{CaCl}_2 = 1,95\%$

6. На титрование 2 мл 0,1N MgSO_4 было израсходовано 2,24 мл раствора трилона Б. Вычислить нормальность раствора трилона Б, его титр и титр трилона Б по сульфату магния. *Ответ: $N_{\text{трБ}} = 0,089$, $T_{\text{трБ}} = 0,015753$ г/мл, $T_{\text{трБ}/\text{MgSO}_4} = 0,010964$ г/мл.*

7. Определить процентное содержание сульфата цинка в лекарственной форме, если на титрование 1 мл этого раствора было израсходовано 0,42 мл 0,1н раствора трилона Б; $T_{\text{трБ}/\text{ZnSO}_4} = 0,014378$ г/мл. *Ответ: 0,6%*

8. <i>Rp.: Sol. Magnesii sulfatis</i> 2% - 50 ml <i>D.S.: для электрофареза.</i>	<i>Рабочая пропись</i>	<i>Допустимое отклонение</i>
--	------------------------	------------------------------

Составьте рабочую пропись. Найдите допустимое отклонение, согласно приказу № 305. Сделайте предварительный расчет объема трилона Б двумя способами.

9. Определить процентное содержание хлорида кальция в лекарственной форме, если на титрование 1 мл этого раствора было израсходовано 1,19 мл 0,1н раствора трилона Б; $T_{\text{трБ}/\text{CaCl}_2} = 0,010950$ г/мл. *Ответ: 1,3%*

10. Составьте рабочую пропись, рассчитайте допустимые отклонения и предварительный объем титранта, если для анализа взяли 2 мл раствора левомецетина.

<i>Rp.: Sol. Laevomycetini</i> 0,2 % - 10 ml <i>D.S.: по 1 кап х 3 раза в день</i> <i>в оба глаза</i>	<i>Рабочая пропись</i>	<i>Допустимое отклонение</i> <i>Пр № 305</i>
--	------------------------	---

Тема 5. Инструментальные методы количественного определения.

Рефрактометрия

Рефрактометрия – один из методов физико – химического количественного определения веществ.

Определение проводят с помощью прибора – рефрактометра, который измеряет показатель преломления раствора (n раствора). Метод основан на том, что луч света при переходе из одной среды в другую преломляется.

Расчет %-ного содержания действующего вещества в лекарственной форме проводится по формуле:

$$\% = \frac{n_{p-ра} - n_0}{F}, \text{ где}$$

n р-ра –показатель преломления раствора;

n_0 – показатель преломления воды очищенной (1,333);

F – фактор, справочные данные.

Фактор показывает, на сколько изменяется показатель преломления при изменении концентрации в 1%; данная величина устанавливается экспериментально и имеется в справочных таблицах.

Метод применяется для анализа растворов веществ с концентрацией от 3 до 50%.

Примеры решение задач.

Сделать предварительный расчет показателя преломления концентрированного раствора кальция хлорида 5% - 100 мл с учётом норм допустимых отклонений (пр.751н).

<i>Rp.: Sol. Calcii chloridi</i>	<i>Рабочая пропись</i>	<i>Допустимое</i>
5% - 100 ml	5,0	<i>отклонение</i>
<i>концентрированный раствор</i>		$\pm 2\%$; [4,9% – 5,1%]

1. Находим границы концентрации с учетом допустимого отклонения.

Приказ № 751н (2015 г.) При содержании сухих веществ до **20% включительно** - д.о. $\pm 2\%$ от обозначенного процента. При содержании сухих веществ **свыше 20%** д.о. $\pm 1\%$ от обозначенного процента.

5% - 100%

x - 2% x = 0,1 [4,9% – 5,1%]

2. Рассчитываем $n_{p-ра}$ для min и max концентрации:

$$n_{p-ра} = 0,001200 \cdot 4,9\% + 1,3333 = 1,3388$$

$$n_{p-ра} = 0,001200 \cdot 5,1\% + 1,3333 = 1,3391$$

$$n_{p-ра} [1,3388 - 1,3391]$$

Задачи для самостоятельного решения:

1. Сделать предварительный расчет показателя преломления раствора с учётом норм допустимых отклонений (пр.751н). F = 0,00166

Rp.: Sol. Natrii chloridi 10%-100ml

Sterilisetur!

D.S.: для обработки ран.

Ответ: 1,34910; 1,350098

2. Сделать предварительный расчет показателя преломления раствора с учётом норм допустимых отклонений (пр.751н). F = 0,00142

Rp.: Sol. Glucosi 5%-50ml

D.S.: для питья новорожденному.

Ответ: 1,339816; 1,340384

3. Сделать предварительный расчет показателя преломления раствора с учётом норм допустимых отклонений (пр.751н). F = 0,00185

Rp.: Sol. Acidi aminocarponici 5 %-50ml

M.D.S.: по 1 д.л. x 3раза в день.

Ответ: 1,34188; 1,34262

4. Сделать предварительный расчет показателя преломления концентрированного раствора кальция хлорида 20% (1:5) - 100 мл с учётом норм допустимых отклонений (пр.751н). F = 0,00117

Ответ: 1,3559; 1,3568

5. Сделать предварительный расчет показателя преломления концентрированного раствора натрия бромида 20% (1:5) - 200 мл с учётом норм допустимых отклонений (пр.305). $F = 0,0013$

Ответ: 1,35848; 1,35952

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Приказ № 751н МЗ РФ от 26.10.15 «Об утверждении правил изготовления и отпуска лекарственных препаратов для медицинского применения аптечными организациями, индивидуальными предпринимателями, имеющими лицензию на фармацевтическую деятельность».
2. Государственная фармакопея СССР. Вып. 1. Общие методы анализа. – 11-е изд, доп. – М.: Медицина, 1987. – 336с.
3. Глубоков, Ю.М. Аналитическая химия / Глубоков Ю.М., В.А. Головачева, Ю.А. Ефимова и др.: под ред. Ищенко А.А. – 5-е изд., стер. – М.: Издательский центр «Академия», 2008. – 320с.
4. Кислотно-основное титрование в фармацевтическом анализе/ под общей редакцией проф. Чекрышкиной Л.А./ Л.А. Чекрышкина, Н.И. Эвич, А.А. Киселева. – Пермь: Пермская государственная фармацевтическая академия, 2003. - 56с.
5. Количественный химический анализ: учебно-методическое пособие для студентов. – 4-е изд, доп и перераб. - Пермь: Пермская государственная фармацевтическая академия, 2004. - 67с.
6. Методы титриметрического анализа лекарственных веществ/ под общей редакцией проф. Чекрышкиной Л.А./ Л.А. Чекрышкина, Н.И. Эвич, Арефина Н.Ф.. – Пермь: Пермская государственная фармацевтическая академия, 2005. - 76с.
7. Попова, Л.Ф., Мельник, А.А. Расчетные задачи в аналитической химии: методическая разработка./ Л.Ф. Попова, А.А. Мельник. – Архангельск: Издательство Поморского государственного университета им. М.В. Ломоносова, 1998. – 80с.
8. Полеев, М.Э. Аналитическая химия/ М.Э. Полеев, И.Н. Душечкина. – М.: Медицина, 1987. – 400с, ил.

СПРАВОЧНЫЕ ТАБЛИЦЫ

ТИТРЫ, г/мл			
Препараты	0,1N NaOH	0,1N AgNO ₃	0,1N HCl
Гексаметилентетрамин			0,01400
Димедрол	0,02918	0,02918	
Йод	по 0,1N Na ₂ S ₂ O ₃ = 0,01269		
Калия йодид	0,01660	по 0,1N KMnO ₄ = 0,0083005	
Калия хлорид		0,007456	
Кальция хлорид		0,01095	по 0,1N трилону Б = 0,01095
Кислота аскорбиновая	0,01761	по 0,1N J ₂ = 0,008806	
Кислота глютаминовая	0,01471		
Кислота хлористоводородная	0,04394		
Магния сульфат	по 0,1N трилону Б = 0,01232		
Натрия бензоат			0,01441
Натрия бромид		0,01029	
Натрия гидрокарбонат			0,0084
Натрия салицилат			0,01601
Натрия тиосульфат	по 0,1N J ₂ = 0,0248		
Натрия хлорид		0,005844	
Пероксид водорода	по 0,1N KMnO ₄ = 0,001701 по 0,1N Na ₂ S ₂ O ₃ = 0,001701		
Серебра нитрат	по 0,1N NH ₄ SCN = 0,01699		
Сульфацил натрия			0,02542
Цинка сульфат	по 0,1N трилону Б = 0,01438		

Приказ № 751н МЗ РФ от 26.10.15

«Об утверждении правил изготовления и отпуска лекарственных препаратов для медицинского применения аптечными организациями, индивидуальными предпринимателями, имеющими лицензию на фармацевтическую деятельность».

Отклонения (в %), допустимые при изготовлении жидких лекарственных форм массо-объемным методом.

В весе отдельных ингредиентов (г).	
от 0,01 до 0,02	± 20
свыше 0,02 до 0,1	± 15
свыше 0,1 до 0,2	± 10
свыше 0,2 до 0,5	± 8
свыше 0,5 до 0,8	± 7
свыше 0,8 до 1,0	± 6
свыше 1,0 до 2,0	± 5
свыше 2,0 до 5,0	± 4
свыше 5,0	± 3