

МІНІСТЕРСТВО ОХОРОНИ ЗДОРОВ'Я УКРАЇНИ

Полтавський державний медичний університет

Кафедра хімії та фармації

**ХІМІЧНІ ТА ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ
В МЕДИЦИНІ**

Вибіркова навчальна дисципліна

НАВЧАЛЬНИЙ ПРАКТИКУМ

рівень вищої освіти	<i>другий (магістерський) рівень вищої освіти</i>
галузь знань	<i>22 «Охорона здоров'я»</i>
спеціальність	<i>222 «Медицина»</i>
кваліфікація освітня	<i>магістр медицини</i>
кваліфікація професійна	<i>лікар</i>
освітньо-професійна програма	<i>«Медицина»</i>
форма навчання	<i>денна</i>
курс та семестр	<i>1 курс, I семестр</i>
вивчення навчальної дисципліни	

Полтава – 2024 рік

Обсяг навчальної дисципліни

Кількість кредитів / годин – 3/90 із них:

лекції (год.) – -

практичні заняття (год.) – 30

самостійна робота (год.) – 90 : тестування в системі e-aristo

Вид контролю – залік

Тематичний план практичних занять

№ з/п	Тема	К-ть годин
МОДУЛЬ 1. ХІМІЧНІ ТА ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ В МЕДИЦИНІ		
<i>Хімічні методи</i>		
1	Гравіметричні методи аналізу.	2
<i>Об'ємні методи аналізу. Титриметричні та осаджувальні методи</i>		
2	Кислотно-основне титрування. Ацидиметричний метод.	2
3	Кислотно-основне титрування. Алкаліметричний метод.	2
4	Редоксиметрія. Перманганатометричний метод.	2
5	Редоксиметрія. Йодометричний метод.	2
6	Осаджувальне титрування. Аргентометричний метод.	2
7	Комплексонометричний метод аналізу.	2
<i>Фізико-хімічні (інструментальні) методи аналізу</i>		
8	Рефрактометричний метод дослідження.	2
9	Поляриметричний метод дослідження.	2
10	Колориметричний метод дослідження.	2
11	Турбідиметричний метод дослідження.	2
12	Потенціометричний метод дослідження.	2
13	Дослідження мікрогетерогенних систем.	2
14	Ідентифікація досліджуваного об'єкту.	2
15	Залік	2
	Разом	30

Тема 1. ГРАВІМЕТРИЧНИЙ МЕТОД АНАЛІЗУ

Актуальність: гравіметричний аналіз – один з найбільш універсальних методів. Він застосовується для визначення будь-якого компонента. Гравіметричні методи осадження дозволяють кількісно визначати практично всі найбільш важливі катіони та аніони неорганічної природи, а також ряд неорганічних сполук, в тому числі і лікарських. У більшій частині гравіметричних методик використовується пряме визначення, коли з аналізованої суміші виділяється досліджуваний компонент, який зважується.

Конкретні цілі: навчитися зважувати на аналітичних терезах та виробити вміння виконувати основні операції, які застосовуються у ваговому методі аналізу. Дослідити вологість певних продуктів, використавши вміння і навички, одержані на попередньому занятті.

Теоретичні питання для самостійної підготовки:

1. Розкрити суть та завдання кількісного аналізу, а також його роль в оцінці харчових продуктів.
2. Охарактеризувати методи кількісних визначень: хімічні, фізичні, фізико-хімічні. У чому полягає суть гравіметричного (вагового) методу?
3. Як побудовані аналітичні терези? Основні правила зважування.
4. Які помилки можуть з'являтися при роботі методами кількісного аналізу? Що таке точність аналізу?
5. Що таке середня проба і як вона відбирається?
6. Що означає висушування до постійної маси?
7. При якій температурі визначають вологість органічних та неорганічних речовин?
8. Ознайомтеся з методикою визначення вологості харчових продуктів і розрахунком результатів.
9. Охарактеризувати переваги і недоліки гравіметричного (вагового) методу.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

Дослідження вологості продуктів

Обладнання, реактиви, продукти харчування: терези технічні і аналітичні, бюкси, сушильна шафа, ексікатор, хліб різних сортів, поліетиленовий пакет, морква, яблука.

Використовуючи теоретичні знання і навички, набуті при виконанні попередньої роботи, проведіть дослідження вологості хліба, моркви, яблук. Результати запишіть у відповідні таблиці.

Послідовність роботи:

1. Висушування бюкса до постійної маси.
2. Зважування наважки хліба, яблук, моркви (3-5 г).
3. Висушування наважки до постійної маси при температурі 102-105⁰С або висушування 1 год. 30 хвилин при температурі 130⁰С.

4. Розрахунки результатів аналізу.

5. Оформлення таблиць у відповідності з результатами досліджень.

Визначення проводиться або висушуванням у сушильній шафі (арбітражний метод), або у приладі ВПІХПа ВЧ (вологомір К.Н. Чижової).

При арбітражному методі зважують у бюксі, який доводять до постійної маси, 3-5 г проби з точністю до 0,01 г. Наважку розподіляють рівним шаром по внутрішніх стінах бюкса і розташовують у сушильній шафі при температурі 130⁰С на 1 год. 30 хвилин, або висушують при температурі 102-105⁰С до постійної маси.

Розрахунки:

Маса порожнього бюкса з кришкою, г _____

Маса наважки, г _____

Маса бюксу з наважкою, г _____

Маса бюкса з наважкою до висушування, г _____

Маса бюкса з наважкою після висушування, г _____

Процентний вміст води (x_1) розраховують за формулою:

$$x_1 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

де, m – наважка проби, г; m_1 – маса бюкса з пробою до висушування, г; m_2 – маса бюкса з пробою після висушування, г.

Процентний вміст сухих речовин розраховують за формулою:

$$x = 100 - \alpha,$$

де, α – вологість продукту у процентах.

Таблиця 1

Залежність вологості продукту від його сорту

Сорт продукту	Вологість (%)

Висновок: _____

Таблиця 2

Залежність вологості продукту від терміну його зберігання

Термін зберігання продукту	Вологість (%)

Висновок: _____

Таблиця 3

Залежність вологості продукту від умов зберігання

Умови зберігання продукту	Вологість (%)

Висновок: _____

ОСНОВИ ОБ'ЄМНОГО МЕТОДУ АНАЛІЗУ. ТИТРИМЕТРИЧНІ ТА ОСАДЖУВАЛЬНІ МЕТОДИ

Тема 2. КИСЛОТНО-ОСНОВНЕ ТИТРУВАННЯ. АЦИДИМЕТРИЧНИЙ МЕТОД

Актуальність: методи об'ємного аналізу, зокрема методи нейтралізації, широко використовуються в біохімічних лабораторіях. Аналіз біологічних рідин дає багато корисної інформації для діагностики захворювань. Метод нейтралізації ґрунтується саме на реакціях нейтралізації, які використовуються при визначенні кислот, основ, солей, фенолів, амінів, амінокислот, різних фармацевтичних і медичних препаратів.

Конкретні цілі: навчитись розраховувати і готувати робочі та стандартні розчини в методі ацидиметрії. Набути вміння визначати їх концентрацію та титр.

Теоретичні питання до заняття:

1. Що являє собою іонний добуток води і від чого залежить та чи інша реакція середовища?
2. Які бувають випадки титрування у методі нейтралізації?
3. Що таке криві титрування і з якою метою вони будуються? Що називається точкою нейтральності, еквівалентності, стрибком на кривій титрування?
4. Поясніть дію індикаторів, виходячи з теорії будови індикатора.
5. Що називається інтервалом переходу і показником титрування індикатора?
6. Який колір має фенолфталеїн, метиловий оранжевий і лакмус у чистій воді, у розчинах лугу і кислоти?
7. Які показники при аналізі харчових продуктів можна визначити методом нейтралізації? Чим обумовлена твердість води? Як усунути тимчасову твердість?

Підготовка до випробування

Обладнання, реактиви: терези технічні і аналітичні, бюкси, колби мірні, колби для титрування, лійка, бюретки, піпетки, папір білий, промивалки, концентрований розчин хлоридної кислоти, тетраборат натрію, дистильована вода, метиловий оранжевий.

Приготування «робочого» розчину кислоти (HCl)

У зв'язку з тим, що концентрована хлоридна кислота виділяє хлороводень, а концентрована сульфатна кислота поглинає пари води з повітря, то спочатку готують розчин цих кислот приблизної концентрації (0,1 н), а потім титр і точну нормальну концентрацію встановлюють за допомогою речовини тетраборату натрію (бури). Спочатку розраховують наважку кислоти, яка необхідна для приготування певного об'єму розчину, за формулою:

$$Q_{\text{HCl}} = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000} (\text{г}); \quad E_{\text{HCl}} = 36,5 \text{ г.}$$

Так як розведеної розчини кислоти готують з більш концентрованих, то за допомогою ареометра визначають густину розчину кислоти, а за таблицею – його концентрацію, яка відповідає густині (наприклад, а %).

Розраховують, у скількох грамах цього розчину буде міститися $Q_{\text{г}} \text{ HCl}$: в 100 г розчину міститься а г HCl в m г розчину міститься $Q_{\text{г}} \text{ HCl}$:

$$m = \frac{Q \cdot 100}{a}$$

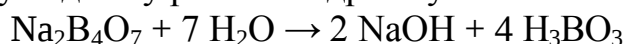
Так як концентровані розчини не зважують, а вимірюють за об'ємом, то слід перейти до об'ємних одиниць:

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

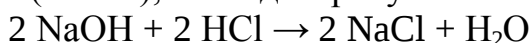
Потім в мірну колбу необхідно відміряти концентрований розчин кислоти (трохи більше розрахованого об'єму), і додати дистильованої води до помітки. Колбу закрити пробкою і добре перемішати.

Встановлення титру і нормальної концентрації розчину кислоти (HCl).

Титр і точна нормальна концентрація «робочого» розчину кислоти встановлюється за допомогою вихідної речовини тетраборату натрію (бури – $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), який у водному розчині гідролізується:



У результаті цього процесу утворюється слабка кислота (ортоборна) і сильна основа (NaOH), яка відтитровується хлоридною кислотою:



Сумарне рівняння, яке відбиває процес титрування бури розчином хлоридної кислоти:



Один моль бури взаємодіє з двома молями хлоридної кислоти, тому її еквівалентна маса буде дорівнювати половині молекулярної маси:

$$E_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}} = \frac{M. \text{ч.}}{2} = 190,7 \text{ (г)}$$

Для приготування певного об'єму (наприклад, 100 мл) приблизно 0,1 н розчину тетраборату натрію необхідно розрахувати наважку:

$$Q = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000} \text{ (г)}$$

На аналітичних терезах беруть наважку, яка близька до розрахованої, переносять в мірну колбу і розчиняють в невеликому об'ємі гарячої дистильованої води (у холодній погано розчиняється). Після розчинення бури колбу охолоджують до кімнатної температури і доводять об'єм розчину до помітки дистильованої водою, закривають колбу пробкою і ретельно перемішують. Для приготовленого розчину розраховують титр і нормальну концентрацію за відомими формулами.

За допомогою приготовленого установчого розчину тетраборату натрію встановлюють титр і нормальну концентрацію кислоти (у даному випадку хлоридної). Це здійснюється шляхом титрування розчином хлоридної кислоти певного об'єму бури. Необхідно відповідно підготувати для титрування бюретку (див. вище), заповнивши її 0,1 н розчином хлоридної кислоти.

У колбу для титрування вносять піпеткою певний об'єм (10-20 мл) тетраборату натрію і декілька крапель індикатора метилового оранжевого. У другій колбі готують «свідок»: 50 мл дистильованої води і декілька крапель метилового оранжевого. Вода забарвлюється у жовтий колір. Після цього приступають до процесу титрування хлоридною кислотою тетраборату натрію до появи у колбі для титрування оранжево-рожевого відтінку, який не зникає на протязі приблизно 30 секунд. Після цього відраховують об'єм витраченої кислоти і результат записують до лабораторного зошиту. Титрування проводять три рази.

За результатами титрування розраховують точну нормальну концентрацію і титр хлоридної кислоти відповідно формули:

$$N_{\text{HCl}} = \frac{N_{\text{бури}} \cdot V_{\text{бури}}}{V_{\text{HCl}}}; \quad T_{\text{HCl}} = \frac{N_{\text{HCl}} \cdot E_{\text{HCl}}}{1000}.$$

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

Визначення тимчасової твердості води, одержаної з різних джерел

Перш ніж приступити до даної роботи, слід пригадати від чого залежить твердість води, як можна усунути тимчасову твердість.

Дана робота носить навчально-дослідницький характер, так як пропонується визначити тимчасову твердість води, одержаної з різних джерел.

Досліджувану воду відміряють піпеткою на 100 мл, виливають у конічну колбу, додають 2 краплі індикатора метилового оранжевого і титрують «робочим» розчином хлоридної кислоти до появи слабо-рожевого забарвлення, яке порівнюють з забарвленням «свідка». Титрування повторюють 2-3 рази для розрахунків беруть середнє значення.

1 титрування:	Середній арифметичний об'єм:
2 титрування:	
3 титрування:	

Тимчасову твердість (ρ) розраховують за формулою:

$$\rho = N_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}} \cdot 10 \frac{(\text{мг} - \text{екв})}{\text{л}}.$$

Коефіцієнт 10 вказує, яка кількість мг-еквівалентів піде на титрування одного літра води.

Результати досліджень

Джерело води	Показник тимчасової твердості

Висновок: _____

Тема 3. КИСЛОТНО-ОСНОВНЕ ТИТРУВАННЯ. АЛКАЛІМЕТРИЧНИЙ МЕТОД

Актуальність: методи об'ємного аналізу, зокрема методи нейтралізації, широко використовуються в біохімічних лабораторіях. Аналіз біологічних рідин дає багато корисної інформації для діагностики захворювань. Метод нейтралізації ґрунтується саме на реакціях нейтралізації, які використовуються при визначенні кислот, основ, солей, фенолів, амінів, амінокислот, різних фармацевтичних і медичних препаратів.

Конкретні цілі: ознайомитися з теоретичним матеріалом, що стосується загальної характеристики об'ємного методу аналізу. Метод нейтралізації і його застосування при визначенні основних класів хімічних сполук. Набуття пошуково-дослідницького підходу до роботи.

Теоретичні питання до заняття:

1. Дати характеристику суті титриметричного (об'ємного) методу аналізу і його класифікацію.
2. Які вимоги пред'являють до реакцій, що використовуються у титриметричному аналізі?
3. Що характеризує нормальність, молярність і титр розчину? Які існують способи приготування титрованих розчинів?
4. Які речовин називаються вихідними і які до них ставляться вимоги?
5. Що називається «робочим» розчином, а також титром робочого розчину за речовиною, що визначається?
6. Що таке еквівалентна маса речовин? Як розраховуються еквівалентні маси кислот, основ, солей? Як формулюється закон еквівалентів?
7. Що таке поправочний коефіцієнт? Які використовуються способи титрування?
8. Загальна характеристика методу нейтралізації.

Підготовка до випробування

Обладнання і реактиви: технічні терези, аналітичні терези, бюкси, бюретки, піпетки, лійки, колби мірні, колби для титрування, папери білі, промивалки, хімічні стакани, скляні палички з гумовими наконечниками, дистильована вода, концентрований розчин лугу, щавелева кислота, фенолфталеїн, хліб білий і чорний, сир, молоко.

Приготування «робочого» розчину лугу (NaOH).

Так як приготувати із наважки точний розчин лугу (NaOH, KOH) неможливо (поглинає з повітря пари води і диоксида вуглецю), то готують його розчин приблизної концентрації (0,1 н). Для цього спочатку розраховують наважку, яка необхідна для приготування заданого об'єму розчину, за формулою:

$$Q_{\text{NaOH}} = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000} (\text{г}).$$

У наслідок того, що NaOH завжди має домішки, то на технічних терезах беруть більшу наважку, ніж розрахована. Наважку переносять у фарфорову чашку (розчинення лугу – екзотермічний процес), додають 15-20 мл дистильованої води, обмивають наважку для видалення домішок карбонату натрію з поверхні і швидко зливають цю воду.

Потім наважку заливають частиною відміреного об'єму прокип'яченої дистильованої води (для видалення діоксиду вуглецю) і розчиняють її. Після цього додають об'єм води, який залишився, добре перемішують і зберігають у щільно закритій склянці.

Робочий розчин лугу можна приготувати з його концентрованого розчину. Для цього за допомогою ареометру визначають густину концентрованого розчину, а таблицею – процентний вміст лугу у ньому (наприклад, а%).

За формулою:

$$Q_{\text{NaOH}} = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000},$$

розраховують, скільки необхідно лугу для приготування розчину певного об'єму і певної концентрації (наприклад, 0,1 н).

Далі розраховують, скільки грамів розчину лугу (наприклад, а%-ної) необхідно взяти, щоб там містилося Q г NaOH:

100 г розчину лугу містять а г NaOH

m г розчину лугу містять Q г NaOH

$$m = \frac{100 \cdot Q}{a}.$$

Так як концентровані розчини звичайно не зважують, а відміряють за об'ємом, то слід перейти до об'ємних одиниць:

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

потім необхідно відміряти концентрований розчин лугу (трохи більший розрахованого об'єму), вилити у мірну колбу і додати дистильованої води до помітки. Колбу закрити корком і добре перемішати.

Встановлення титру і нормальної концентрації розчину лугу (NaOH).

Необхідно пам'ятати, що встановлення титру і нормальної концентрації, будь-якого «робочого» розчину складається з таких процесів:

- а) приготування розчину «вихідної» речовини;
- б) розрахунок титру і нормальної концентрації «вихідної» речовини;
- в) титрування «робочим» розчином певного об'єму «вихідної» речовини; г) розрахунок титру і нормальної концентрації «робочого» розчину.

Зверніть увагу на те, що титр і нормальна концентрація «робочого» розчину лугу (NaOH) встановлюється за допомогою «вихідного» розчину щавелевої кислоти ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

Перш за все необхідно приготувати повний об'єм (наприклад, 100 мл) приблизно 0,1 н розчину щавелевої кислоти. Для цього слід розрахувати наважку за формулою:

$$Q = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000} \text{ (г)}$$

На аналітичних терезах зважують наважку, наближену до розрахованої. Переносять її у мірну колбу, спочатку розчиняють дистильованою водою, а потім доводять до помітки, закривають колбу пробкою і ретельно перемішують розчин. Для приготовленого розчину розраховують титр і нормальну концентрацію за формулою:

$$T = \frac{Q}{V}; N = \frac{T \cdot 1000}{E}.$$

За допомогою приготовленого установчого розчину щавлевої кислоти встановлюють титр і нормальну концентрацію лугу (NaOH). Це здійснюється шляхом титрування робочим розчином (NaOH) певного об'єму вихідної речовини (щавлевої кислоти). Для титрування використовують бюретки, що закріплюють у штативі, які необхідно ретельно вимити дистильованою водою і ополоснути робочим розчином гідроксиду натрію. Потім через лійку заповнити бюретку цим же розчином, щоб у носіку бюретки не було бульбашок повітря і розчин було доведено до нульової поділки (дивіться за нижнім меніском, очі спостерігача повинні бути на рівні помітки).

Піпетку певного об'єму (10-20 мл) ополіскують приготовленим розчином щавлевої кислоти і відмірений розчин цієї вихідної речовини ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$) переносять до конічної колби для титрування, додавши туди 1-2 краплі розчину індикатора фенолфталеїну.

Колбу для титрування ставлять під бюретку, титрують щавлеву кислоту по краплях розчином лугу при перемішуванні до появи слабо рожевого забарвлення, яке не зникає на протязі 30 секунд. Об'єм витраченого на титрування лугу записують у лабораторний журнал. Титрування повторюють не менше трьох разів. Для розрахунків використовують тільки ті об'єми лугу, які різняться між собою у сотих долях мілілітру.

За результатами титрування розраховують точну нормальну концентрацію і титр NaOH за формулами:

$$N_{NaOH} = \frac{N_{H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O} \cdot V_{H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O}}{V_{NaOH}};$$

$$T_{NaOH} = \frac{N_{NaOH} \cdot E_{NaOH}}{1000}.$$

**Вимоги держстандарту показників кислотності харчових продуктів
за характеристикою якості:**

Хліб житній – 12 ⁰ T	Молоко – 16-18 ⁰ T
Хліб бородинський – 10 ⁰ T	Кефір жирний – 85-120 ⁰ T Кефір нежирний – 85-
Хліб житньо-пшеничний – 10 ⁰ T 120 ⁰ T	Сметана 20%-на – 65-100 ⁰ T Сир 18%-ний – 210 ⁰ T
	Сир 9%-ний – 225 ⁰ T Сир нежирний – 250 ⁰ T

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

Визначення кислотності в умовних градусах кислотності

Умовні градуси кислотності означають кількість мілілітрів 1 н розчину лугу, що необхідно затратити для нейтралізації кислот, які містяться в 100 г досліджуваного продукту.

На технохімічних терезах зважують 25,0 г м'якушу хліба, кладуть у мірний стакан, додають туди дистильованої води до об'єму 250 мл.

Скляною паличкою з гумовим наконечником ретельно розтирають хліб до однорідної маси, дають розчину відстоятися і фільтрують.

Піпеткою відбирають 50 мл відфільтрованого розчину в колбу для титрування, додають 2-3 краплі індикатора фенолфталеїну.

Бюретку заливають (за правилами) 0,1 н «робочим» розчином NaOH і титрують витяжку з хліба до слаборожевого забарвлення.

Титрування повторюють декілька разів і результати записують у лабораторний зошит.

За результатами титрування розраховують кислотність хліба (умовні градуси кислотності).

$$X = 2V,$$

де, X – умовні градуси кислотності, ⁰ T; V – середній об'єм «робочого» розчину NaOH який пішов на титрування, мл.

1 титрування:	Середній арифметичний об'єм:
2 титрування:	
3 титрування:	

Висновок: _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

Визначення кислотності молока у градусах тернера ($^{\circ}T$)

Градуси кислотності молока ($^{\circ}T$) означають кількість мілілітрів 0,1 н розчину лугу, що необхідно затратити для нейтралізації кислот, які містяться у 100 мл молока.

У колбу для титрування вносять піпеткою 10 мл молока, 20 мл дистильованої води, 3 краплі індикатора фенолфталеїну і ретельно перемішують. Бюретку заповнюють 0,1 н розчином лугу і відтитровують кислоти, що містяться у молоці, до появи слаборожевого забарвлення, яке не зникає на протязі 1 хвилини. Титрування повторюють кілька разів, результати записують у лабораторний зошит.

1 титрування:	Середній арифметичний об'єм:
2 титрування:	
3 титрування:	

Для розрахунків беруть середнє значення об'єму (V) 0,1 н розчину лугу. За результатами титрування розраховують градуси кислотності молока ($^{\circ}T$):

на титрування 10 мл молока йде V мл 0,1 н NaOH на титрування 100 мл молока йде X мл 0,1 н NaOH

$$X = \frac{100 \cdot V}{10} = 10V.$$

Висновок: _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

Визначення кислотності напівфабрикатів з сиру у градусах тернера ($^{\circ}T$)

Кислотність у $^{\circ}T$ означає кількість мілілітрів 0,1 н розчину лугу, яке необхідне для нейтралізації кислот, що містяться у 100 г продукту.

На технохімічних терезах зважують 50 г напівфабрикату, переносять в хімічну склянку ємністю 200-250 мл, розтирають товстою склянкою паличкою з гумовим наконечником і ретельно перемішують. У склянку додають поступово 50 мл дистильованої води, яка нагріта до 34-40 $^{\circ}C$, 3 краплі фенолфталеїну і ретельно перемішують.

Бюретку заповнюють 0,1 н розчином лугу і відтитровують кислоти, що знаходяться у напівфабрикаті з сиру до появи слаборожевого забарвлення, яке не зникає на протязі 1 хвилини. Титрування повторюють декілька разів.

1 титрування:	Середній арифметичний об'єм:
2 титрування:	
3 титрування:	

Для розрахунків беруть середнє значення об'єму (V) 0,1 н, розрахунок дуже простий:

$$X = 20 \cdot V_{\text{NaOH}}$$

Висновок: _____

Тема 4. РЕДОКСИМЕТРІЯ. ПЕРМАНГНАТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД

Актуальність: вміння визначати кількісний вміст різних речовин методом перманганатометрії дає можливість застосовувати отримані навички при вивченні фармацевтичного, фітохімічного та хіміко-токсикологічного аналізу, є необхідними умовами для аналізу речовин і правильного трактування одержаних результатів досліджень.

Конкретні цілі: ознайомитися з теоретичним матеріалом, що стосується загальної характеристики окисно-відновного методу аналізу, перманганатометрії, їх застосування для визначення якості продуктів харчування; набути вміння досліджувати вміст заліза в розчині.

Теоретичні питання для самостійної підготовки:

1. Суть окисно-відновного методу. Що називається окисником і відновником?
2. Поняття про окисно-відновний потенціал. Як визначається напрямок окисно-відновних реакцій, виходячи з величин окисно-відновних потенціалів?
3. Як визначаються еквіваленти окисників і відновників?
4. Загальна характеристика методу перманганатометрії. В якому середовищі найсильніше проявляються окисні властивості перманганату калію? Чому?
5. Як готують і зберігають розчин перманганату калію? Які речовини використовують для визначення точної його концентрації? Як фіксується точка еквівалентності?

Підготовка до випробування

Обладнання, реактиви: терези технічні і аналітичні, бюкси, колби мірні і для титрування, лійки, бюретки, піпетки, листок білого паперу, промивалка, дистильована вода, сухі солі перманганату калію, оксалату натрію, сіль Мора, 2 н розчин сірчаної кислоти.

Приготування «робочого» розчину перманганату калію.

Так як перманганат калію має, як правило, домішки діоксиду марганцю, то приготувати його розчин точної концентрації із наважки неможливо. Тому готують розчин приблизно необхідної концентрації. У перші дні після приготування титр розчину змінюється, тому що перманганат калію окислює органічні домішки, що є у воді, і при цьому частково перетворюється у діоксид марганцю, який випадає в осад. У зв'язку з цим титр і точну нормальну концентрацію перманганату калію встановлюють через 8-10 днів після приготування його розчину. Зберігають цей розчин у темній пляшці, так як при світлі перманганат калію розкладається. В лабораторній практиці частіше всього користуються 0,02 н або 0,05 н розчинами KMnO_4 . Для приготування розчину перш за все необхідно розрахувати наважку, виходячи з формули:

$$Q_{\text{KMnO}_4} = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000} (\text{г});$$

$E_{\text{KMnO}_4} = 31,61 \text{ г (у кислотному середовищі).}$

На технічних терезах беруть наважку, близьку до розрахованої, розчиняють дистильованою водою у мірній колбі і залишають на 8-10 днів у темному місці. Після цього відфільтровують осад (MnO_2) через скляну вату. Паперові фільтри використовувати не можна, так як папір відновлює перманганат калію.

Установка титру і точної нормальної концентрації розчину перманганату калію.

Точну концентрацію KMnO_4 установлюють за допомогою щавелевої кислоти або оксалату натрію ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ або $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$). Перш за все, як завжди, розраховується наважка «вихідної» речовини, яка необхідна для приготування певного об'єму 0,02 н або 0,05 н розчину.

$$Q = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000} (\text{г})$$

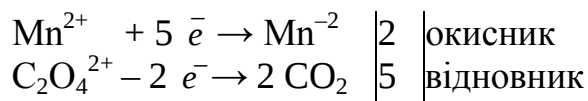
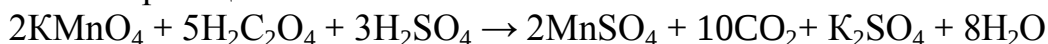
$$E_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = \frac{M}{2} = 63,03 \text{ г}$$

$$E_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} = \frac{M}{2} = 67,00 \text{ г.}$$

На аналітичних терезах беруть наважку щавелевої кислоти або оксалату натрію, переносять у мірну колбу, розчиняють, доводять об'єм розчину до помітки дистильованою водою і ретельно перемішують. Вираховують титр і нормальну концентрацію приготовленого розчину «вихідної» речовини. Усі ці дані заносять у лабораторний зошит.

Бюретку із скляним краном промивають розчином KMnO_4 і заповнюють до нульової помітки. Піпетку промивають розчином щавелевої кислоти, а потім 10 мл її переносять у колбу для титрування. У цю ж колбу циліндром наливають 8-10 мл 2 н сірчаної кислоти, так як реакція проходить у кислому середовищі. Розчин, що міститься у колбі для титрування, нагрівають на водяній бані до температури $60^\circ\text{--}70^\circ\text{C}$ (доводити до кипіння не можна, тому що щавелева кислота розкладається). Гарячий розчин титрують розчином перманганату калію, додаючи кожную наступну краплю (при інтенсивному перемішуванні) тільки після знебарвлення попередньої, яке іде спочатку дуже повільно. У міру накопичення іонів Mn^{2+} , що служать каталізатором реакції, швидкість її збільшується.

Між перманганатом калію і щавелевою кислотою у колбі для титрування відбувається така реакція:



У точні еквівалентності наступна крапля перманганату калію знебарвлюватися не буде, і розчин забарвиться у блідо-рожевий колір. Титрування повторюють не менше трьох разів і беруть середнє значення об'єму KMnO_4 для розрахунків.

Результати досліджень

Титрування	Об'єм $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (мл)	Об'єм KMnO_4 (мл)
1	10	
2	10	
3	10	

$$N_{\text{KMnO}_4} = \frac{N_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} \cdot V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}}{V_{\text{KMnO}_4}}; \quad \bar{V} = \frac{V_1 + V_2 + V_3}{3}; \quad T_{\text{KMnO}_4} = \frac{N_{\text{KMnO}_4} \cdot E_{\text{KMnO}_4}}{1000}$$

Висновок: _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

Визначення вмісту заліза в солі Мора $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$

Розчин солі Мора готують у мірній колбі на 100 мл, розчиняючи в холодній дистильованій воді необхідну наважку солі, взятую на аналітичних терезах. Результати зважування заносять у лабораторний журнал. Бюретку заповнюють розчином перманганату калію. Піпетку промивають розчином солі Мора і 10 мл його переносять в колбу для титрування. У цю ж колбу вносять 8-

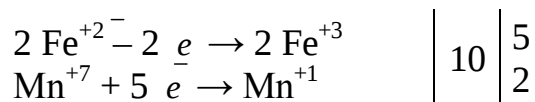
10 мл 2 н розчину сірчаної кислоти. Розчин титрують із бюретки перманганатом калію до слабо-рожевого забарвлення (нагрівати не можна, тому що солі двохвалентного заліза у таких умовах окислюються).

У колбі для титрування така реакція:



М. ч. солі Мора = 395 г; Еквівалентна маса солі Мора = 392 г.

$$Q_{\text{Мора}} = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000} = \frac{0,05 \cdot 392 \cdot 100}{1000} \approx 1,9 \text{ (г)} - \text{наважка солі Мора}$$



Еквівалентна маса заліза = 55,85 г.

Титрування повторюють не менше трьох разів і для розрахунків використовують середнє значення об'ємів KMnO_4 .

Результати титрування

Титрування	Об'єм розчину солі Мора, (мл)	Об'єм розчину KMnO_4 , (мл)
1		
2		
3		

Після цього роблять розрахунки вмісту заліза в солі Мора:

а) Розрахунок нормальної концентрації солі Мора:

$$N_{\text{с.Мора}} = \frac{N_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4}}{V_{\text{с.Мора}}};$$

б) Визначення вмісту заліза в об'ємі (V) мірної колби (у даному випадку 100 мл):

$$Q_{\text{Fe}} = \frac{N_{\text{с.Мора}} \cdot V_{\text{колби}}}{1000} \text{ (г)};$$

в) Розрахунок процентного вмісту заліза у солі Мора:

Наважка солі Мора – 100%

Q_{Fe} – x%

$$x = \frac{Q_{\text{Fe}} \cdot 100}{\text{Наважка солі Мора}}$$

Результати досліджень необхідно занести у лабораторний зошит.

Висновок: _____

Тема 5. РЕДОКСИМЕТРІЯ. ЙОДОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД

Актуальність: йодометричний метод аналізу заснований на використанні окисно-відновних властивостей системи. Така властивість використовується у титриметричному аналізі для визначення відновників, окислюючи їх розчином йоду, та для визначення окисників, відновлюючи їх йодид-іонами. Йод здатний вступати в реакцію приєднання, які використовують в аналітичній хімії для визначення подвійних зв'язків у ненасичених органічних сполуках, а також вступати в реакцію заміщення атомів гідрогену в ароматичних та гетероциклічних сполуках, що використовують для кількісного визначення цих речовин у лікарських препаратах.

Конкретні цілі: ознайомитися з теоретичним матеріалом, що стосується методу йодометрії, його застосування для визначення якості продуктів харчування; набуття вміння готувати робочі розчини і установлювати їх концентрацію.

Завдання для самостійної підготовки:

1. Суть йодометрії. Чому цим методом можна визначити як відновники, так і окисники?
2. Розчини яких речовин використовують в якості «робочих» і «вихідних»?
3. Як розраховується еквівалентна маса тиосульфату натрію і йоду при їх взаємодії?
4. Суть титрування методом заміщення?
5. Які умови необхідні для йодометричного титрування?
6. Ознайомтеся з методикою виконання даної лабораторної роботи.

Підготовка до випробувань

Обладнання, реактиви: терези технічні і аналітичні, бюкси, колби мірні, колби для титрування, лійки, бюретки, піпетки, аркуш білого паперу, промивалка, тиосульфат натрію, кристалічний йод, дихромат калію, крохмаль, розчини йодиду калію (0,2 н), розчин сірчаної кислоти (2 н).

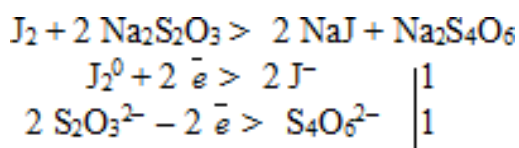
Приготування «робочого» розчину тиосульфату натрію ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)

У методі йодометрії визначення окисників здійснюється за допомогою «робочого» розчину тиосульфату натрію методом заміщення. Суть цього методу полягає в тому, що до досліджуваного розчину додають надлишок йодиду калію у кислому середовищі. При реакції окисника з йодидом калію виділяється еквівалентна кількість вільного йоду, який відтитрують тиосульфатом натрію.

Так як точний розчин тиосульфату натрію із наважки приготувати не можна (на повітрі він зневоднюється), то спочатку готують розчин приблизно необхідної концентрації, а потім установлюють титр і точну нормальну концентрацію за допомогою «вихідного» розчину дихромату калію. Для цієї мети перш за все розраховують наважку тиосульфату натрію, необхідну для приготування певного об'єму розчину заданої нормальності (наприклад, 0,02 н):

$$Q_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000} (\text{г})$$

Для розрахунку еквівалентної маси (E) тіосульфату натрію необхідно подивитися на його реакцію з йодом:



$$E_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = \frac{\text{М. ч.}}{1} = 248,19 \text{ г}$$

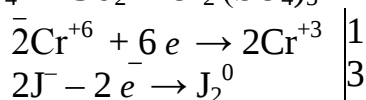
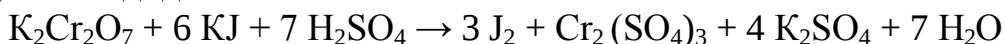
На технічних терезах беруть наважку тіосульфату натрію трохи більшу від розрахункової, розчиняють її у мірній колбі свіжекип'яченою і охолодженою дистильованою водою, ретельно перемішують. Розчин переносять у темну склянку і залишають на 8-10 днів. Це пов'язано з тим, що розчин під дією вуглекислого газу і кисню повітря змінює титр (особливо у перші дні після приготування). Після вказаного терміну (8-10 днів) титр тіосульфату не змінюється довгий час. Точну його концентрацію установлюють з допомогою дихромату калію.

Приготування розчину дихромату калію ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).

Розчин «вихідної» речовини дихромату калію готують із наважки, попередньо розрахованої по формулі:

$$Q = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000} (\text{г})$$

Для розрахунку еквівалентної маси (E) $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ необхідно подивитись на його реакцію із йодидом калію.



Хром у дихроматі калію, який є окисником, приймає шість електронів, тому:

$$E_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = \frac{\text{М г}}{6} = 49,03 (\text{г})$$

На аналітичних терезах беруть наважку дихромату калію, близьку до розрахованої, переносять у мірну колбу певного об'єму (наприклад, 100 мл), доводять до помітки дистильованою водою і ретельно перемішують. Розраховують титр і точну нормальну концентрацію розчину.

Установлення точної нормальної концентрації тіосульфату натрію

Нормальну концентрацію розчину тіосульфату натрію установлюють за допомогою дихромату калію методом заміщення. З цією метою до розчину йодиду калію у кислому середовищі додають точно відмірений певний об'єм титрованого розчину дихромату калію. Еквівалентна кількість йоду, яка при цьому виділяється, титрується тіосульфатом натрію (рівняння реакції дивіться вище). Для цього у колбу для титрування вносять 4-6 мл 0,2 н йодиду калію і 8-10 мл 2 н сірчаної кислоти. Якщо розчин жовтіє (від можливої домішки KJO_3 в йодиді калію), то додають 1-2 краплі розчину тіосульфату натрію. Після цього піпеткою у цю колбу вносять 10 мл розчину дихромату калію, закривають її годинниковим або предметним склом і ставлять на 5 хвилин в темне місце для проходження реакції.

Потім скло знімають і промивають над колбою дистильованою водою (на склі можуть бути кристали йоду), додають 50 мл дистильованої води (для зменшення інтенсивності забарвлення розчину від солі $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ зеленого кольору) і по краплях титрують тіосульфатом натрію до солом'яно-жовтого забарвлення. Після цього в колбу вносять 2-3 мл крохмалю (індикатор), розчин стає темно-синім. Титрування продовжують до зникнення синього кольору і появи світло-зеленого кольору. Титрування проводять не менше трьох разів (різниці між даними паралельних титрувань повинна бути не більше 0,1 мл), і середній об'єм використовують для розрахунку точної концентрації тіосульфату натрію.

$$N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{N_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \cdot V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}}$$

Таким чином, тіосульфат натрію і дихромат калію безпосередньо між собою не реагують, але вони еквівалентні через йод, який виділяється при реакції дихромату калію з йодидом калію і відтитровують тіосульфатом натрію. Тому для розрахунку нормальності $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ можна використовувати вищенаведену формулу.

Приготування «робочого» розчину йоду і установлення його точної нормальної концентрації.

Вміст відновників у розчині визначають прямим титруванням «робочим» розчином йоду або непрямим методом (зворотне титрування), суть якого полягає в тому, що до розчину відновника подають надлишковий, але точно відмірений об'єм йоду. У реакцію вступає частина йоду, еквівалентна кількості відновника. Йод, який не вступив у реакцію з відновником (надлишок йоду), титрують розчином тіосульфату натрію. Об'єм йоду у надлишку визначають із співвідношення:

$$N_{\text{I}} \cdot V_{\text{I}} = N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3};$$

$$V_{\text{I}} = \frac{N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}}{N_{\text{I}}}$$

Об'єм йоду, який вступив у реакцію з відновником, розраховується як різниця між загальним об'ємом йоду і його надлишком. Це дає можливість визначити кількість відновника:

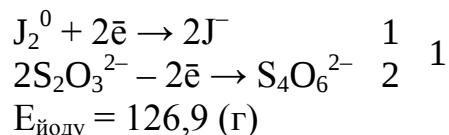
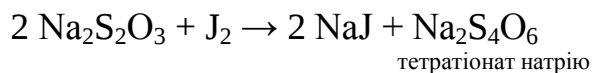
$$Q_{\text{відн.}} = \frac{N_{\text{I}} \cdot E_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot V_{\text{I}}}{1000} (\text{г})$$

Робочий розчин йоду (0,02 н) готують із кристалічного йоду, розрахувавши необхідну для цього наважку по формулі:

$$Q = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000} (\text{г})$$

Наважку беруть на технохімічних терезах і розчиняють і йодиді калію (8 г йодиду калію на 20-30 мл води), тому що у воді йод не розчиняється.

Об'єм мірної колби доводять до помітки дистильованою водою і ретельно перемішують. Точну нормальну концентрацію йоду встановлюють по титрованому розчину тіосульфату натрію методом прямого титрування:



Титрування можна проводити двояко:

1) розчин тіосульфату натрію титрують розчином йоду; 2) розчин йоду титрують розчином тіосульфату натрію. Як індикатор використовують крохмаль. У першому випадку точку еквівалентності визначають по виникненню незникаючого синього забарвлення від однієї краплі йоду. У другому випадку – по знебарвленню синього розчину від однієї краплі тіосульфату натрію (крохмаль потрібно додавати тільки у кінці титрування, коли розчин у колбі стане солом'яно-жовтим). Процес титрування проводять не менше трьох разів і розраховують нормальність робочого розчину лугу.

$$N_{\text{йоду}} = \frac{N_{\text{тиос.}} \cdot \bar{V}_{\text{тиос.}}}{V_{\text{йоду}}}, \text{ або: } N_{\text{йоду}} = \frac{N_{\text{тиос.}} \cdot V_{\text{тиос.}}}{\bar{V}_{\text{йоду}}};$$

$$T_{\text{йоду}} = \frac{N_{\text{йоду}} \cdot E_{\text{йоду}}}{1000}.$$

1000Титрований розчин йоду можна також приготувати із фіксаналу. Індикатор крохмаль, який використовують в йодометрії, готують так: приблизно 0,5 г його розтирають з 50 мл холодної води. Одержану суспензію вливають, перемішуючи, у колбу з 200 мл кип'яченої води і кип'ятять 2-3 хвилини.

Висновок: _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

Визначення вітаміну с у фруктах та овочах

Вітамін С – це одноосновна кислота $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ з вільною карбоксильною групою, яка поширена в продуктах у вигляді аскорбінової і дегідроаскорбінової кислот. Обидві форми фізіологічно активні і нормується їх загальний вміст.

Обладнання, реактиви: ваги технічні, мірні колби, фарфорові чашки, бюретки, піпетки, 1% розчин соляної кислоти, 2% розчин щавелевої кислоти, кристалічний KI, 1% розчин крохмалю, 0,001 М розчин йодоватокислого калію KIO_3 , фільтрувальний папір.

Експериментальна частина:

Беруть наважку середньої проби 5-10 г на технічних терезах, переносять у фарфорову чашку, розтирають з 1% розчином соляної кислоти (не більше 20 мл) до однорідної маси і переносять у колбу на 100 мл. Розчин доводять до мітки 20% розчином щавелевої кислоти, витримують 10 хв. і швидко фільтрують у суху колбу. Потім відбирають паралельно три проби по 5-20 мл фільтрату (в залежності від вмісту аскорбінової кислоти) у конічні колби. У дві паралельні проби додають маленький кристалик KI і 1мл 1% розчину крохмалю та титрують 0,001 М робочим розчином йодоватокислого калію KIO_3 до появи фіолетового забарвлення.

При визначенні аскорбінової кислоти в забарвлених розчинах ставлять третю колбу для порівняння кольору. Навіть у інтенсивно рожевих розчинах явно пробивається фіолетове забарвлення, яке з'являється від однієї краплі йоду з крохмалем.

1 титрування: Середній арифметичний об'єм:

2 титрування:

3 титрування:

Вміст аскорбінової кислоти розраховується за формулою:

$$x = \frac{100 \cdot V \cdot C \cdot V_1}{m \cdot V_2},$$

де, V – кількість 0,001 М розчину KIO_3 , витраченого на титрування, см^3 ; C – 0,088 мг аскорбінової кислоти, що відповідає 1 мл 0,001 М розчину KIO_3 ; V_1 – об'єм екстракту, мл; V_2 – об'єм екстракту, взятого на титрування, мл; m – маса наважки, г.

Отриманий результат порівнюють зі стандартним для даного виду продукції і роблять висновки.

Висновок: _____

Тема 6. ОСАДЖУВАЛЬНЕ ТИТРУВАННЯ. АРГЕНТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД

Актуальність: в методі осаджувального титрування використовують реакції, в результаті яких утворюються малорозчинні сполуки сталого складу. Найважливішими вимогами, які висувають до цих реакцій, є невелике значення добутку розчинності осаду та його швидке утворення.

Конкретні цілі: ознайомитися з теоретичним матеріалом, стосовно загальної характеристики методу осадження, аргентометрії, їх застосування для контролю якості продуктів харчування; набуті вміння визначати вміст кухонної солі у харчових продуктах, набуті дослідницький досвід при експериментальній роботі.

Теоретичні питання для самостійної підготовки:

1. Суть методу осадження. Яким вимогам повинні відповідати реакції осадження?
2. Дайте характеристику аргентометрії (метод Мора).
3. Характеристика методу аргентометрії.
4. Якими методами можна визначати розчини аргентометрично?
5. Які індикатори застосовують в аргентометрії?
6. Чим відрізняється меркуриметричне титрування від аргентометричного?
7. Чим пояснити різку зміну забарвлення в точці еквівалентності?
8. Які способи титрування доцільні для визначення йодидів?
9. Що таке міцела?
10. Чим зумовлюється вміст солі у продуктах?

Підготовка до випробування

Обладнання, реактиви: терези технічні і аналітичні, бюкси, колби мірні, колби для титрування, лійки, бюретки, піпетки, промивалка, сухі солі хлориду натрію, нітрату срібла, 5%-ний розчин хромату калію.

Приготування «робочого» розчину нітрату срібла і визначення його концентрації:

Нітрат срібла має домішки, тому спочатку і готують його розчин приблизно необхідної концентрації (наприклад, 0,05 н), а точну нормальну концентрацію і титр встановлюють з допомогою розчину хлориду натрію. Необхідну наважку нітрату срібла розраховують за формулою:

$$Q_{\text{AgNO}_3} = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000} (\text{г})$$

Еквівалентна маса нітрату срібла 169,9 г. наважку, близьку до розрахованої, беруть на технохімічних терезах, переносять у мірну колбу певного об'єму, розчиняють у невеликій кількості дистильованої води, доводять водою до помітки і ретельно перемішують. Розчин зберігають у темних пляшках.

Розчин речовини (NaCl), з допомогою якої встановлюють точну нормальну концентрацію AgNO_3 , готують приблизно такої ж концентрації, як і нітрат срібла. Для цього розраховують наважку хлориду натрію:

$$Q_{\text{NaCl}} = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000} (\text{г})$$

Еквівалентна маса хлориду натрію 58,44.

На аналітичних терезах зважують наважку, близьку до розрахованої, переносять у міну колбу певного об'єму (наприклад, 100 мл), розчиняють, доводять до помітки дистильованою водою і добре перемішують. Виходячи з наважки розраховують титр і нормальність розчину хлориду натрію:

$$T = \frac{Q}{V}; \quad N = \frac{T \cdot 1000}{E}$$

Після цього шляхом титрування визначають точну нормальну концентрацію і титр розчину нітрату срібла. З цією метою бюретку заповнюють розчином AgNO_3 . У колбу для титрування піпеткою вносять певний об'єм (наприклад, 10 мл) 0,05 н розчину хлориду натрію і 0,5 мл 5%-ного розчину хромату калію (K_2CrO_4). Розчин забарвлюється у жовтий колір. Із бюретки по краплях додають розчин нітрату срібла, ретельно перемішують розчин у колбі для титрування. Момент еквівалентності фіксується зміною жовтого кольору розчину у червоно-коричневий або оранжево-бурий у результаті утворення осаду хромату срібла (Ag_2CrO_4). Реакції, які при цьому відбуваються:



Осад хромату срібла почне випадати тільки після того, як усі іони хлору будуть осажені у вигляді AgCl . Це пояснюється тим, що хромат срібла має у десять разів більшу розчинність, ніж хлорид срібла.

Титрування необхідно проводити в нейтральному середовищі, так як у кислому середовищі хромат срібла розчиняється, а в лужному – утворюється бурий осад оксиду срібла (Ag_2O). Титрування повторюють не менше трьох разів. Результати титрування потрібно занести у лабораторний зошит і на їх основі розраховують точну нормальну концентрацію і титр «робочого» розчину нітрату срібла.

$$N_{\text{AgNO}_3} = \frac{N_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{NaCl}}}{V_{\text{AgNO}_3}}; \quad T_{\text{AgNO}_3} = \frac{N_{\text{AgNO}_3} \cdot E_{\text{AgNO}_3}}{1000}$$

Срібло – дорогоцінний метал, тому усі його розчини необхідно зливати у спеціально відведений для цього посуд.

Висновок: _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

Визначення вмісту кухонної солі у кулінарних напівфабрикатах

Обладнання, реактиви: апарат для збовтування, терези технічні, колби мірні на 250 мл, колби для титрування, бюретки, піпетки на 10-25 мл, скляні палички, крапельниці, 5%-ний розчин хромату калію, 0,05 н або 0,1 н розчин нітрату срібла.

Кухонну сіль визначають в овочевих і інших напівфабрикатах. Із підготовлених проб у хімічні стакани зважують (з точністю до 0,01 г):

а) овочевих напівфабрикатів – 5 г; б) напівфабрикатів із сиру – 5 г;

Додають трохи дистильованої води, розмішують скляною паличкою і одержану масу переносять через лійку у мірну колбу на 250 мл, заповнюють колбу на 3/4 об'єму дистильованою водою і збовтують. Потім об'єм розчину у колбі доводять дистильованою водою до помітки, добре перемішують і фільтрують через сухий фільтр у суху колбу. 10-25 мл фільтрату переносять піпеткою у колбу для титрування, додають 3-4 краплі 5%-ного розчину хромату калію і титрують 0,05 н (або 0,1 н) розчином нітрату срібла до появи оранжево-бурого забарвлення, яке не зникає на протязі 30 секунд. Титрують не менше двох разів.

Вміст хлориду натрію (в %) розраховують по формулі:

$$x = \frac{V \cdot 250 \cdot 100 \cdot P \cdot K}{m \cdot V},$$

де, V – об'єм нітрату срібла, затраченого на титрування розчину, який досліджується, мл; P – кількість хлориду натрію, відповідна мл розчину нітрату срібла (для 0,05 н розчину AgNO_3 – 0,0029 г, для 0,1 н розчину – 0,00585 г); K – поправочний коефіцієнт для 0,05 н або 0,1 н розчину AgNO_3 ; 250 – об'єм мірної колби, мл; m – наважка досліджуваного продукту, г; V – об'єм фільтрату, взятого для титрування, мл.

1 титрування:	Середній арифметичний об'єм:
2 титрування:	
3 титрування:	

Висновок: _____

Тема 7. КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД АНАЛІЗУ

Актуальність: титриметричний метод аналізу, що базується на реакціях утворення розчинних, дуже міцних комплексів полідентантних лігандів-комплексонів із катіонами лужноземельних та важких металів

Конкретні цілі: ознайомитися з теоретичним матеріалом, що стосується характеристики комплексонометричного методу, його застосування для контролю якості продуктів харчування; набути вміння визначати загальну твердість води, розвивати наукове мислення і дослідницький досвід до експериментальної роботи.

Теоретичні питання для самостійної підготовки:

1. Що таке комплексонометрія і для чого її використовують.
2. Практичне застосування комплексонометрії при визначенні твердості води.
3. Які катіони обумовлюють тимчасову твердість води.
4. Які існують способи пом'якшення води.
5. Якими властивостями володіють індикатори у комплексонометрії.
6. Основні положення хелатометрії.
7. Комплексонометрія та застосування її в аналізі.

Підготовка до випробування

Обладнання, реактиви: терези технічні і аналітичні, трилон Б (комплексон III), сульфат магнію, колби мірні, колби для титрування, бюретки, піпетки, аміачний буферний розчин, еріохром чорний Т, хлорид натрію.

Приготування «робочого» розчину трилону Б і визначення його точної нормальної концентрації:

Для приготування 0,05 н розчину трилону Б розраховується наважка:

$$Q_{\text{Тр.Б}} = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000} (\text{г})$$

Трилон Б (комплексон III) має таку формулу:



При температурі 120-140°C він обезводжується. У реакціях з катіонами заміщується два іони Na^+ , тому еквівалентна маса цієї солі дорівнює половині молекулярної маси:

$$E_{\text{Тр.Б} \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 186,13 \text{ г}; E_{\text{Тр.Б}} = 168,11 \text{ г}.$$

На технохімічних терезах беруть наважку, близьку до розрахованої, розчиняють у мірній колбі певного об'єму і ретельно перемішують. Точну нормальну концентрацію і титр установлюють з допомогою розчину «вихідної» речовини сульфату магнію 0,05 н (або 0,1 н). Розчин цієї речовини готують із наважки, взятої на аналітичних терезах, попередньо розрахувавши її по формулі:

$$Q = \frac{N \cdot E \cdot V}{1000} (\text{г})$$

Виходячи із наважки і об'єму колби, в якій її розчиняють, розраховують титр і нормальну концентрацію сульфату магнію. Еквівалентна маса сульфату магнію дорівнює 1/2 молярної маси.

Бюретку заповнюють розчином трилону Б. Піпеткою набирають 10 мл розчину сульфату магнію і переносять у колбу для титрування. Туди ж доливають 5 мл аміачного буферного розчину, ретельно перемішують і вносять 20-30 мг (на кінчику шпателя) сухої індикаторної суміші (еріохром чорний Т і NaCl у співвідношенні 1:100). Титрують розчином трилону Б по краплях до переходу червоного кольору в синьо-голубий (не менше трьох разів). Потім розраховують нормальну концентрацію трилону Б:

$$N_{\text{Тр.Б}} = \frac{N_{\text{MgSO}_4} \cdot V_{\text{MgSO}_4}}{V_{\text{Тр.Б}}}$$

Аміачний буферний розчин готують таким чином: у мірну колбу на 1 л вносять 67,5 хлориду амонію (NH_4Cl), доливають 200 мл дистильованої води і ретельно перемішують до повного розчинення солі. Потім додають 570 мл концентрованого розчину гідроксиду амонію (NH_4OH), доводять об'єм до помітки дистильованою водою і перемішують, рН одержаного розчину дорівнює 10.

Висновок: _____

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

Визначення загальної твердості води, одержаної з різних джерел

Тверда вода має ряд негативних властивостей: утворює накип у котлах, знижує миючу здатність мила, погіршує розварювання окремих продуктів та ін.

Твердість буває: тимчасова (карбонатна) – обумовлюється присутністю гідрокарбонатів кальцію і магнію [$\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ і $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$].

Сума тимчасової і постійної твердості визначає загальну твердість води.

Для проведення багатьох технічних процесів потрібна м'яка вода, тому необхідно визначати її твердість. Зараз для цієї мети широко використовується комплексонометричний метод, так як він має високу чутливість, вимагає невеликих витрат часу і дає хороші результати.

Експериментальна частина:

У колбі для титрування вносять 100 мл досліджуваної води, добавляють 5 мл аміачного буферного розчину, ретельно перемішують і вносять на кінці шпателя суху індикаторну суміш. Після повного розчину цієї суміші розчин забарвлюється у червоний колір (еріохром чорний Т утворює з іонами Ca^{2+} і Mg^{2+} забарвлені у червоний колір нестійкі комплексні сполуки).

До цього розчину з бюретки по краплинах добавляють розчин ЕДТА (трилон Б) до переходу червоного забарвлення у синьо-голубе. Титрування повторюють не менше 3 разів і для розрахунків беруть середнє значення об'єму розчину ЕДТА. Градуси твердості – суму міліеквівалентів (МЕКВ) іонів кальцію і магнію в 1 л води визначають за формулою:

$$mв = \frac{N_{EDTA} \cdot \bar{V}_{EDTA}}{100} = N_{EDTA} \cdot \bar{V}_{EDTA} \cdot 10$$

Таблиця 1

Результати власних досліджень

Джерело води	$\bar{V}_{EDTA}$	mв (МЕКВ/1 л)

Висновок: _____

Дослід 2. Ідентифікація речовини за величиною молекулярної рефракції.

Величина молекулярної рефракції знаходиться у прямій залежності від природи і будови речовини. Якщо визначити показник заломлення речовини, а також його густину, за дослідними даними, користуючись таблицею властивостей органічних сполук, можна встановити, яка речовина досліджувалась. якщо розраховувати речовину молекулярної рефракції за формулою:

$$R = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \cdot \frac{M}{d} \text{ см}^3/\text{моль},$$

а також за сумою атомних рефракцій і рефракцій зв'язку:

$$R_M = \sum_M \cdot R_{\text{зв}} + \sum_M \cdot R_{\text{цикл}} + \sum_{Ra}$$

то збіг знайдених числових значень R_M буде підтвердженням правильності зроблених відносно природи речовин висновків.

Тема 9. ПОЛЯРИМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ДОСЛІДЖЕННЯ

Актуальність: оптичні методи аналізу, такі як *поляриметрія* (вимірювання кута обертання площини поляризації поляризованого променя світла, що пройшов через оптично активне середовище) знаходять широке застосування в практиці аптечного контролю фармацевтичних препаратів завдяки експресності і мінімальному використанню досліджуваних лікарських препаратів. Поляриметрія застосовується для визначення якості рідких лікарських форм (фармацевтичні препарати групи алкалоїдів, гормонів, вітамінів, антибіотиків та терпенів), а також для ідентифікації сумішей.

Конкретні цілі: інтерпретувати принципи поляриметричного методу. Застосовувати метод поляриметрії для визначення якості досліджуваних об'єктів та ліків.

Теоретичні питання для самостійної підготовки:

1. Справжня та середня швидкість хімічної реакції.
2. Залежність швидкості реакції від концентрації реагуючих речовин.
3. Залежність швидкості реакції температури (правило Вант-Гоффа, температурний коефіцієнт, рівняння Ареніуса).
4. Класифікація хімічних реакцій за молекулярністю та порядком.
5. Теоретичні основи поляриметричного методу аналізу (поляризоване світло, кут обертання площини поляризації, залежність цього кута від різних факторів, питоме та мольне обертання, оптична активність речовин).
6. Визначення оптичної активності речовин за формулою та за графіком, практичне використання поляриметрії.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

Обладнання, реактиви, продукти харчування: стандартні розчини цукру для побудови калібрувального графіка; мірні колби на 100 мл; бюретка на 25 мл; поляриметр.

Дослід 1. Визначення концентрації цукру в розчині.

Готують 5 стандартних розчинів цукру: 10; 15; 20; 25; і 30%-ні. Для цього наважки 10, 15, 20, 25 і 30 г, які беруть на аналітичних вагах, переносять в мірні колби на 100 мл, розводять дистильованою водою до $\frac{2}{3}$ об'єму колби і повністю розчиняють цукор у кожній колбі. Далі вміст колби розводять водою до мітки, перемішують і вимірюють кут обертання площини поляризації у кожному розчині. За результатами вимірів будують калібрувальний графік. Для цього на осі абсцис відкладають процентний вміст цукру, а на осі ординат – кут обертання.

Після вимірів кута обертання площини поляризації досліджуваного розчину цукру за допомогою калібрувального графіка знаходять його концентрацію.

Тема 10. КОЛОРИМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ДОСЛІДЖЕННЯ

Актуальність: фотоколориметричний метод кількісного аналізу характеризується високою чутливістю, селективністю, експресністю, об'єктивністю, можливістю автоматизації і комп'ютеризації процесу аналізу. Все це зумовлює широке використання даного методу в аналітичній та фармацевтичній практиці.

Конкретні цілі: сформувати знання принципів і класифікації оптичних методів аналізу, теоретичних основ молекулярно-абсорбційних методів і вміння застосовувати їх в кількісному аналізі. Набути вміння роботи на ФЕК.

Теоретичні питання для самостійної підготовки:

1. Загальна характеристика та класифікація дисперсних систем.
2. Світлорозсіювання в дисперсних системах. Явище Тиндаля, опалесценція, флюоресценція.
3. Рівняння Релея (повне та скорочене) для колориметричних вимірювань.
4. Апаратура, методика вимірювань та практичне використання методів.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

Прилади й реактиви: фотоелектричний колориметр, колби на 25 мл, піпетки, золь сірки (*методику одержання див. у лабораторній роботі №1, дослід 1*).

Фотоелектричні колориметри бувають різних конструкцій. Найбільш прості у застосуванні фотоколориметри типу КФК; принципова схема приладу представлена на *рис. 1*.

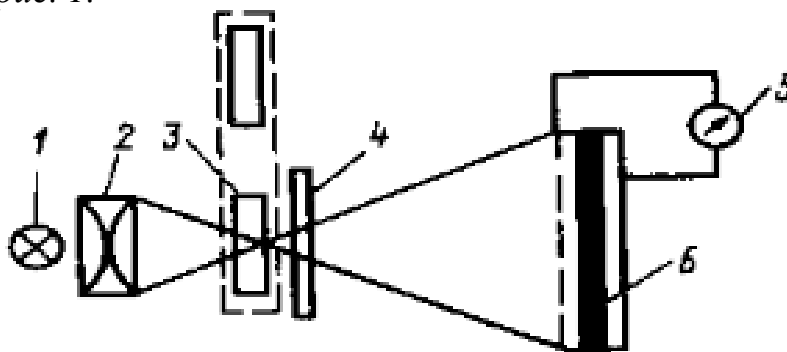


Рис. 1. Принципова схема фотоколориметра

Світловий пучок від джерела (лампа) 1 іде через конденсатор 2 у досліджувану систему, що перебуває в одній з кювет 3, світлофільтр 4 і попадає на фотоелемент 6. Результати вимірів реєструють гальванометром 5.

Принцип вимірів оптичної густини полягає в тому, що спочатку роблять установку гальванометра на нуль, поміщаючи у світловий потік кювету з дистильованою водою. Потім у світловий потік вводять кювету з досліджуваною системою. Це викликає відхилення стрілки гальванометра, тому що на фотоелемент падає світло іншої інтенсивності. По шкалі гальванометра можна встановити величину оптичної густини.

Розрахунок:

Вміст хлоридів в воді (Q , мг/ л) розраховують по рівнянню:

$$Q = \frac{V_T C \cdot 35,5 \cdot 1000}{V_o},$$

де, V_T – AgNO_3 , мл; V_o – об'єм питної води, мл; C – молярна концентрація стандартного розчину AgNO_3 .

Тема 12. ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ДОСЛІДЖЕННЯ

Актуальність: потенціометричний метод дозволяє визначити концентрацію йонів водню в розчинах і різних біологічних рідинах. Наявність доступних вимірювальних приладів робить цей метод широко використовуваним на практиці. Знання закономірностей виникнення електродних потенціалів, будови електродів, вимірювання рН середовища дає в руки медиків інструмент для діагностики і коректування важливого показника різних рідин внутрішнього середовища організму.

Конкретні цілі: знати суть методу потенціометрії, який дозволяє визначити концентрацію йонів в різних середовищах, будову електродів, принцип вимірювання за допомогою потенціометра. Вміти працювати на приладі, вимірювати рН різних розчинів і біологічних рідин, провести потенціометричне титрування і визначити концентрацію досліджуваного розчину.

Теоретичні питання для самостійної підготовки:

1. Електродний потенціал (його виникнення та визначення за рівнянням нернста), нормальний електродний потенціал, окислювально-відновний потенціал.
2. Будова та принцип дії елемента Якобі-Данієля (мідно-цинковий електрод).
3. ЕРС гальванічного елемента.
4. Загальна характеристика потенціометричного методу аналізу.
5. Індикаторні електроди: водневий електрод, як індикаторний та електрод порівняння, хінгідроний, скляний електроди.
6. Електроди порівняння: каломельний та хлор срібний.
7. Пряма та непряма потенціометрія.
8. Компенсаційний та некомпенсаційний методи визначення ЕРС гальванічного елемента.
9. Практичне використання потенціометрії.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

рН-метричне визначення кількості кислоти

Ґрунтується на реакції кислотно-основної взаємодії: $\text{H}^+ + \text{OH}^- = \text{H}_2\text{O}$. Момент закінчення реакції визначають по різкій зміні потенціалу біля еквівалентної точки.

Хід роботи

У бюретку заливають 0,1 N робочий розчин NaOH. Одержаний для аналізу розчин кислоти доводять в мірній колбі на 100 см³ до мітки і добре перемішують. У стаканчик для титрування наливають 20-25 мл одержаної для аналізу кислоти, додають дистильованої води стільки, щоб в розчин були занурені електроди: індикаторний (скляний) і електрод порівняння (хлорсрібний). Гальванічний елемент підключають в компенсаційну схему рН-метра і вимірюють рН-розчину (або ЕДС елемента).

Після першого вимірювання рН-розчину з бюретки до розчину додають по 1 мл 0,1 N р-ну NaOH, кожний раз добре перемішують розчин скляною паличкою, а після вимірювання електроди промивають дистильованою водою і висушують фільтрованим папером. На початку титрування рН змінюється дуже незначно. Потім відбувається різка зміна цієї величини, а потім знову незначна. Титрування проводять до тих пір, поки рН розчину не стане дорівнювати 11-12. Одержані дані заносять в таблицю.

V _{мл NaOH}	pH
—	
1 мл	
1 мл	
1 мл і т.д.	

За одержаними даними будують графік потенціометричного титрування, відкладаючи по осі ординат рН, а по осі абсцис – V (мл) робочого розчину. Момент еквівалентності визначають по середній точці перегину кривої титрування (рис. 1):

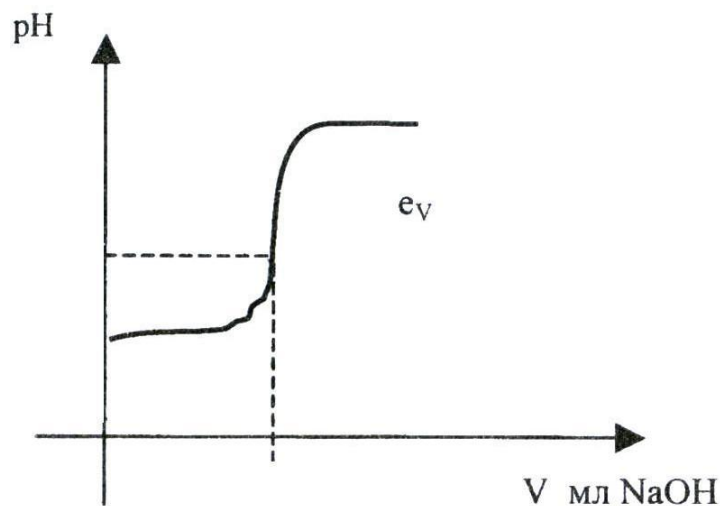


Рис. 1. Крива титрування

За законом еквівалентів ($C_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}} = C_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH}}$) визначають концентрацію кислоти:

$$C_{\text{HCl}} = \frac{C_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}}}{V_{\text{HCl}}}; \quad g_{\text{HCl}} = \frac{C \cdot V \cdot E}{1000}$$

де, g – грамівий вміст кислоти в розчині; E – еквівалент кислоти.

Тема 13. ДОСЛІДЖЕННЯ МІКРОГЕТЕРОГЕННИХ СИСТЕМ

Актуальність: дисперсні системи більш грубої дисперсності, ніж золі, відносять до розряду мікрогетерогенних систем. Розмір частинок у таких системах від 10^{-7} до 10^{-4} м. У більшості випадків частинки дисперсної фази можна спостерігати в звичайний світловий мікроскоп, тому ці системи і названі мікрогетерогенними.

Конкретні цілі: мати поняття аерозоль, суспензія, паста, емульсія та призначення цих дисперсних систем. Вміти пояснювати методи одержання аерозолів, суспензій, паст, емульсій. Характеризувати механізм дії емульгаторів та стабілізаторів

Теоретичні питання для самостійної підготовки:

1. Загальна характеристика мікрогетерогенних систем.
2. Порошки (одержання, аналіз, властивості, застосування).
3. Суспензії (одержання, аналіз, властивості, стабілізація, застосування).
4. Емульсії (одержання, аналіз, типи, стабілізація, руйнування засування).
5. Загальна характеристика мил та миючих засобів, їх миюча дія, практичне застосування.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

Дослід 1. *Тиксотропні властивості емульсій.*

Для емульсій, як і для колоїдних розчинів, характерна структурна в'язкість і відповідно тиксотропні властивості.

Для проведення дослідів готують 2% розчин желатину. Наливають 2 мл цього розчину в пробірку, нагрівають до 40°C і додають по краплях при струшуванні 2,8-3,0 мл толуолу. Емульсію, що утворилась, витримують 1-2 год. За цей час у результаті структурування емульсія загускає настільки, що майже не виливається з пробірки. Після інтенсивного струшування в зв'язку з руйнуванням структури в'язкість емульсії знову зменшується і емульсія перетворюється в рідину.

Дослід 2. *Добування і дослідження емульсій типу М/В і В/М.*

У три пробірки наливають 2 мл соняшникової олії. Потім у пробірку I наливають 2 мл дистильованої води, у пробірку II – 2-3 мл 5% розчину карбонату натрію і в пробірку III наливають 2-3 мл 10% розчину хлориду кальцію. Усі три пробірки енергійно струшують. У пробірці I утворюється нестійка емульсія, яка швидко руйнується, у пробірці II – стійка емульсія олії у воді білого кольору, у пробірці III утворюється емульсія води в олії жовтуватого кольору.

Тип емульсії визначають також методом забарвлення. На предметне скло наносять краплю емульсії, насипають кілька кришталіків барвника метиленового синього і перемішують емульсію за допомогою піпетки.

Метиленовий синій добре розчиняється у воді і не розчиняється в олії. Тому, спостерігаючи емульсію М/В під мікроскопом, безбарвні кульки побачимо на блакитному фоні. При спостереженні емульсії В/М на безбарвному фоні побачимо блакитні кульки води.

Висновок: _____

Тема 14. ІДЕНТИФІКАЦІЯ ДОСЛІДЖУВАНОВОГО ОБ'ЄКТУ

Конкретні цілі: закріпити знання здобувачів з теоретичних питань, ситуаційних та розрахункових задач, що містяться у Модулі 1.

Експериментальна частина та результати дослідження:

Провести дослідження, обрахувати результати та записати хід роботи досліджуваного об'єкту (попередньо визначеного з викладачем).

[illegible]

Викладач _____

Тема 15. ЗАХИСТ НАУКОВО-ДОСЛІДНОЇ РОБОТИ

Здобувачі освіти оформлюють результати дослідження у вигляді постеру (формат А 1). Захист роботи відбувається на останньому занятті всією групою.

За результатами захисту здобувачі отримують «залік». Допуск до заліку є наявність у здобувача середньої оцінки успішності 3,0. Якщо здобувач має менше 72 балів, то він не допускається до заліку та повинен відпрацювати пропущені заняття у комп'ютерному класі.

Рекомендована література:

Базова (наявна в бібліотеці ПДМУ):

1. Іващенко О.Д., Копанцева Л.М. та ін. Аналітична хімія : навчальний посібник для здобувачів вищої освіти спеціальності 226 «Фармація, промислова фармація». Полтава: ПДМУ, 2023. 162 с.

2. Іващенко О.Д., Нікозять Ю.Б., Копанцева Л.М. Медична хімія. Модуль II. Рівноваги в біологічних системах на межі поділу фаз для студентів медичний факультетів вищих закладів освіти МОЗ України : навч. посіб. Полтава : ПДМУ, 2022. 160 с.

3. Іващенко О.Д., Нікозять Ю.Б., Іщейкіна Л.К., Копанцева Л.М. Медична хімія. Модуль I. Кисотно-основна рівновага та комплексоутворення в біологічних системах для здобувачів вищої освіти медичних факультетів закладів вищої освіти МОЗ України : навч. посіб. Полтава : ПУЕТ, 2021. 107 с.

4. Аналітична хімія : навч.-метод. посіб. / І.Д. Бойчук, А.В. Шляніна, Н.П. Гирина. К.: Медицина, 2017. 88 с.

5. Аналітична хімія. Якісний аналіз: навч.-метод. посіб. / Т.Д. Рева, О.М. Чихало. К.: Медицина, 2017. 280 с.

Додаткова:

1. Аналітична хімія: навчальний посібник для студентів вузів. І.С. Гриценко, В.В. Болотов. Х.: НФаУ, 2017. 504 с.

2. Аналітична хімія (якісний аналіз): навчальний посібник / Г.О. Сирова, В.М. Петюніна, Л.В. Лук'янова, Т.С. Тішакова, О.В. Савельєва. Харків, 2019. 131 с.

3. Циганок Л.П. Аналітична хімія. Хімічні методи аналізу: навчальний посібник. Дніпро: ДНУ ім. О. Гончара, 2014. 252 с.

4. Аналітична хімія: навчально-методичний посібник / І.Д. Бойчук. 2017. 88 с.