

ОДЕСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

Кафедра фармацевтичної хімії
(назва кафедри)

ЗАТВЕРДЖУЮ
Завідувач кафедри

 (Володимир ГЕЛЬМБОЛЬДТ)

ПІБ

« 27 » серпня 2021 р.


МЕТОДИЧНА РОЗРОБКА ПРАКТИЧНОГО ЗАНЯТТЯ

Курс II рік підготовки докторів філософії Факультет фармацевтичний

Навчальна дисципліна Інструментальні методи в фармацевтичному аналізі
(назва навчальної дисципліни)

Практичне заняття № 7 Тема: Кулонометрія. Кондуктометрія, Електрофорез. Особливості вискоелективного капілярного електрофорезу – обладнання та використання.

Практичне заняття розробив:
завідувач кафедри

 (Володимир ГЕЛЬМБОЛЬДТ)

підпис

ПІБ

Практичне заняття обговорено на
методичній нараді кафедри

«27» серпня 2021 р.

Протокол № 1

Практичне заняття № 7

Тема: Кулонометрія. Кондуктометрія. Електрофорез. Особливості високоефективного капілярного електрофорезу – обладнання та використання.

Мета: Ознайомитися з електрохімічними методами аналізу. Вивчити особливості високоефективного капілярного електрофорезу.

Основні поняття: інструментальний аналіз, електрохімічні методи, кулонометрія, кондуктометрія, електрофорез

Обладнання: наочний матеріал, мультимедійний проектор

Навчальний час: 2 години

План

I. Організаційний момент (привітання, перевірка присутніх, повідомлення теми, мети заняття, мотивація студентів щодо вивчення теми).

II. Контроль опорних знань (письмова робота, письмове тестування, фронтальне опитування тощо):

2.1. Вимоги до теоретичної готовності студентів до виконання практичних занять

Здобувач повинен знати:

- основні поняття і закони, що лежать в основі різноманітних інструментальних методів аналізу;
- основні принципи та можливості застосування на практиці поширених інструментальних методів хімічного аналізу;
- методи, прийоми і способи виконання фізико-хімічного аналізу для встановлення якісного складу і кількісних визначень;
- методи розділення речовин (хімічні, хроматографічні, екстракційний);
- основи математичної статистики стосовно оцінки правильності та відтворюваності результатів аналізу;
- правила техніки безпеки при роботі в хімічній лабораторії;
- роль і значення інструментальних методів у фармації, в практичній діяльності провізора;
- основні літературні джерела, довідкову літературу

Здобувач повинен вміти:

- працювати з основними типами приладів, використовуваними в аналізі (фотоелектроколориметри, спектрофотометри, потенціометри, кондуктометри, поляриметри тощо);
- вибирати при аналізі реальних об'єктів оптимальний інструментальний метод якісного і кількісного аналізу речовини;
- проводити розділення катіонів та аніонів хроматографічними методами;
- проводити лабораторні дослідження, пояснювати суть конкретних реакцій і їх аналітичні ефекти, оформляти звітну документацію за експериментальними даними;

Методична розробка практичного заняття, ОПП «Фармація», II рік підготовки докторів філософії, фармацевтичний факультет, Дисципліна: «Інструментальні методи в фармацевтичному аналізі»

- виконувати вихідні обчислення, підсумкові розрахунки з використанням статистичної обробки результатів кількісного аналізу;
- самостійно працювати з навчальною і довідковою літературою.

Перелік дидактичних одиниць:

- текст підручників
- банк тестових завдань

2.2. Питання (тестові завдання, задачі, клінічні ситуації) для перевірки базових знань за темою заняття:

1. Метод прямої кондуктометрії заснований на вимірі:

- A. напруги в ланцюзі;
- B. сили струму;
- C. питомої електропровідності розчинів електролітів;
- D. потенціал електрода.

2. Пряма кондуктометрія використовується:

- A. для визначення сумарного вмісту солей у мінеральній воді;
- B. контролю якості мазі;
- C. контролю якості цукру;
- D. контролю якості розчину глюкози.

3. Крива кондуктометричного титрування – це залежність:

- A. електропровідності розчину, що титрується, від об'єму доданого титранта;
- B. оптичної густини розчину від об'єму титранта;
- C. електропровідності розчину, що титрується, від часу;
- D. немає правильної відповіді.

4. При кондуктометричному титруванні сильної кислоти сильною основою після точки еквівалентності питома електропровідність:

- A. буде знижуватися;
- B. буде підвищуватися;
- C. залишиться незмінною;
- D. спочатку збільшуватиметься, а потім залишиться незмінною.

5. При кондуктометричному титруванні оцтової кислоти розчином аміаку після точки еквівалентності питома електропровідність:

- A. знижується;
- B. підвищується;
- C. незначно підвищується;
- D. немає правильної відповіді.

6. Метод електрогравіметрії заснований на вимірі:

- A. маси речовини, обложеного при дії органічного реагенту і наступного прожарювання осаду;
- B. маси речовини, що виділилася в процесі електролізу;

С. маси речовини, що виділилися в осад при обробці аналізованого розчину надлишком сірчаної кислоти;

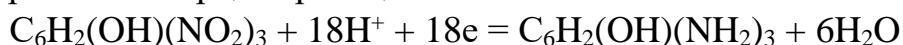
Д. немає правильної відповіді.

III. Формування професійних вмінь, навичок:

1.1. зміст завдань

1) На кулонометричне титрування 10 мл розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ йодом, що генерується в кулонометричній комірці, знадобилося 22 хв при силі струму 300 мА. Визначити кількість витраченої електрики та молярну концентрацію еквівалента розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

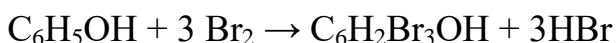
2) Наважку пікринової кислоти масою 0,0060 г розчинили і кількісно відновили в кулонометричній комірці за реакцією:



Кількість витраченої електрики встановили за кількістю йоду, що виділився в йодному кулонометрі, на титрування якого знадобилося 21,15 мл 0,0200N розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Розрахувати масову частку (%) пікринової кислоти у наважці.

3) Вміст аскорбінової кислоти в лікарському препараті визначається методом кулонометричного титрування. Для цього таблетку розчинили у воді у мірній колбі на 200,0 см³, довели об'єм розчину до мітки дистильованою водою та отримали вихідний аналізований розчин. Відібрали 10,0 см³ цього розчину, перенесли в кулонометричну комірку і додали до нього 10,0 см³ 0,1000 моль/дм³ розчину бромиду калію. Потім провели кулонометричне титрування аскорбінової кислоти електрогенерованим бромом протягом 6 хв 26 с при постійному струмі $I = 70$ мА. Одна молекула аскорбінової кислоти реагує із двома атомами броду з утворенням дегідроаскорбінової кислоти. Розрахуйте масу аскорбінової кислоти в грамах, що міститься у таблетці препарату, якщо молярна маса аскорбінової кислоти $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ дорівнює 176,13 г/моль.

4) Вміст фенолу у воді визначили методом кулонометричного титрування. Для цього відібрали аналізовану пробу води об'ємом 100 см³, помістили її в кулонометричну комірку, додали кислоту, бромід калію (надмірно в порівнянні з імовірно необхідною кількістю на реакцію з фенолом) і провели кулонометричне титрування фенолу електрогенерованим бром. Для завершення реакції



знадобилося 8 хв 20 с. Розрахуйте вміст фенолу в мкг/см³ у аналізованій воді, якщо молярна маса фенолу дорівнює 94,117 г/моль.

5) При кондуктометричному титруванні 50 мл розчину HCl 0,01 моль-екв/л NaOH були отримані такі дані

V_{NaOH} , мл	0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0
χ СМ· м ⁻¹	1,50	1,09	0,67	0,63	0,99	1,35

Методична розробка практичного заняття, ОПП «Фармація», II рік підготовки докторів філософії, фармацевтичний факультет, Дисципліна: «Інструментальні методи в фармацевтичному аналізі»

Розрахуйте концентрацію HCl за даними кондуктометричного титрування.

б) Аналізовану суміш речовин HCl та HF масою 1,2365 г помістили у мірну колбу місткістю 100,0 мл і довели об'єм до мітки. При титруванні аліквоти 10,0 мл розчином КОН із концентрацією 0,09999 н. отримали такі результати:

V(КОН), мл	5,00	6,00	7,00	8,00	9,0	10,0	11,0	12,0	13,0	14,0
I, мА	2,42	2,15	1,88	1,76	1,80	1,83	1,86	1,98	2,44	2,90

Побудувати криву титрування та обчислити масу, масові концентрації та масові частки (%) аналізованих речовин.

1.2. рекомендації (інструкції) щодо виконання завдань

№	Основні завдання	Вказівки	Відповіді
1	2	3	4
1.	Кондуктометричне титрування	Кондуктометричне аналіз	Аналітична хімія. Підручник для вищих навчальних закладів / А.С. Алемасова, В.М. Зайцев, Л.Я. Єнальєва, Н.Д. Щепіна, С.М. Гождзінський / Під ред. В.М. Зайцева. – Донецьк: ДонНУ, 2009. – 415 с.
2	Кулонометрія Кулонометричне титрування	Кулонометричний аналіз	

1.3. вимоги до результатів роботи, в т.ч. до оформлення;

Криві титрування будувати у Microsoft Excel, індивідуальний бланк відповідей на тестові завдання (бланк додається).

IV. Підведення підсумків

У результаті заняття здобувач узагальнив інформацію про електрохімічні методи аналізу та вивчив особливості високоефективного капілярного електрофорезу.

Список рекомендованої літератури

1. Фізико-хімічні методи аналізу: Навчальний посібник / В.К. Зінчук, Г.Д. Левицька, Л.О. Дубенська – Львів: Видавничий центр ЛНУ імені Івана Франка, 2008. – 362 с.
2. Аналітична хімія: підручник для студентів напряму «Фармація» і «Біотехнологія» ВНЗ / Н. К. Федущак, Ю. І. Бідніченко, С. Ю. Крамаренко, В. О. Калібабчук [та ін.]. – Вінниця : Нова Книга, 2012. – 640 с.
3. Державна Фармакопея України: в 3 т. / ДП «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Х. : Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2015. – Т. 1. – 1128 с.
4. Державна Фармакопея України: в 3 т. / ДП «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Х. : Державне

Методична розробка практичного заняття, ОПП «Фармація», II рік підготовки докторів філософії, фармацевтичний факультет, Дисципліна: «Інструментальні методи в фармацевтичному аналізі»

підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2014. – Т. 2. – 724 с.

5. Державна Фармакопея України: в 3 т. / ДП «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Х. : Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2014. – Т. 3. – 732 с.

6. Аналітична хімія : Якісний та кількісний аналіз; навчальний конспект лекцій / В. В. Болотов, О. М. Свечнікова, М. Ю. Голік, К. В. Динник, Т. В. Жукова, М. А. Зареченський, О. Г. Кизим, С. В. Колісник, Т. А. Костіна, О. Є. Микитенко, В. П. Мороз, І. Ю. Петухова, Ю. В. Сич, Л. Ю. Клименко; за загальною редакцією проф. Болотова В. В. – Вінниця : Нова книга, 2011. – 424 с.

7. Аналітична хімія : навч. довідк. посіб. для студ. вищ. навч. закл. / В. В. Болотов, О. А. Євтіфєєва, Т. В. Жукова, Л. Ю. Клименко, О. Є. Микитенко, В. П. Мороз, І. Ю. Петухова; за заг. ред. В. В. Болотова. – Х.: НФаУ, 2014. – 320 с.

8. Аналітична хімія. Підручник для вищих навчальних закладів / А.С. Алемасова, В.М. Зайцев, Л.Я. Єнальєва, Н.Д. Щепіна, С.М. Гождзінський / Під ред. В.М. Зайцева. – Донецьк: ДонНУ, 2009. – 415 с.

9. Аналітична хімія та інструментальні методи аналізу / В. Малишев, А. Габ, Д. Шахнін. - Університет "Україна", 2018, - 396 с.

10. Аналітична хімія. Задачі та вправи /. М. Бильченко, Р. Пшеничний. – Університетська книга., 2015. – 205 с.

11. Іонний обмін та іонообмінна хроматографія / В. О. Мінаєва. – Черкаси: Вид. від. ЧНУ імені Богдана Хмельницького, 2013. – 128 с