

**МІНІСТЕРСТВО ОХОРОНИ ЗДОРОВ'Я УКРАЇНИ  
ФАХОВИЙ КОЛЕДЖ  
НАЦІОНАЛЬНОГО ФАРМАЦЕВТИЧНОГО УНІВЕРСИТЕТУ**

Циклова комісія хімічних дисциплін  
Хіміко–технологічне відділення

**ЗВІТ**

з лабораторних робіт  
з фізико – хімічних методів аналізу

Спеціальність **226 «Фармація, промислова фармація»**  
Освітньо–професійна програма **«Виробництво фармацевтичних препаратів»**

студента(ки) групи В –

---

**Харків, 2022**

									<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ документ а</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дат а</i>					

## ЗМІСТ

1. Визначення масової частки дослідного розчину за рефрактометричним фактором
2. Поляриметричне визначення вмісту оптично активної речовини в розчині
3. Визначення вмісту феруму в розчині у вигляді тіоціанату методом градуювального графіку
4. Потенціометричне визначення рН
5. Потенціометричне титрування за реакціями окиснення – відновлення
6. Визначення концентрації солі методом іонообмінної хроматографії

									<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ документ а</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дат а</i>					

## Лабораторна робота №1

**Тема : Визначення масової частки дослідної речовини за рефрактометричним фактором**

**Мета роботи :** Оволодіти методикою рефрактометричних вимірювань

**Прилади та реактиви:** дослідні розчини солей, рефрактометр, скляні палички , етанол, фільтрувальний папір

### Порядок виконання операцій при роботі на рефрактометрі РЛУ

1. Відкрити кришку призмного блоку. Нанести на призму 2-3 краплі дистильованої води. Закрити кришку.
2. Поле зору окуляру повинно бути освітлено рівномірно. Темні плями вказують на недостатність речовини на призмі.
3. У випадку появи спектру на межі розподілу, обертанням компенсатору, встановити чітку межу: “світло-тінь”.
4. Обертанням мікрометричного гвинта, навести межу: “світло-тінь” на перехрестя ліній в полі зору окуляра. Визначити показник заломлення за шкалою.
5. Для дистильованої води показник заломлення складає 1,3330 при 20°C.
6. Якщо ж значення виявляється іншим, ретельно промити призму спиртом, потім водою і знов виміряти показник заломлення води. У разі необхідності підправити шкалу ключем, який додається до приладу.
7. Після перевірки налагодження приладу, призму протерти фільтрувальним папером.
8. Нанести краплю дослідного розчину і виміряти показник заломлення. Відлік провести 3-4 рази. Знайти середнє значення.
9. Після закінчення роботи призму протерти ватою, змоченою спиртом, промити водою і протерти фільтрувальним папером.
10. Прокласти фільтрувальний папір між призмами і залишити прилад до наступного вимірювання.
11. За рефрактометричними таблицями знайти рефрактометричний фактор й обчислити масову частку речовини в розчині за формулою

$$W = \frac{n - n^\circ}{F}$$

										Лист
Изм.	Лист	№ документ а	Подпись	Дат а						

## Лабораторна робота № 2

**Тема:** Визначення вмісту оптично активної речовини за градувальним графіком

**Мета роботи:** Оволодіти методикою проведення кількісного поляриметричного аналізу.

**Реактиви та обладнання:** Дослідний розчин оптично активної речовини, поляриметр, поляриметрична трубка, дистильована вода.

### Порядок дій при роботі на поляриметрі СУ

1. При виконанні лабораторної роботи слід дотримуватись правил техніки безпеки.
2. Заповнити поляриметричну трубку дистильованою водою таким чином, щоб були відсутні пухирики повітря.
3. Помістити поляриметричну трубку в кюветне відділення.
4. Ввімкнути прилад та настроїти його “на темряву”.
5. Перевірити правильність налагодження приладу за шкалою ноніуса: “0” верхньої та нижньої шкали повинні співпадати.
6. Заповнити трубку дослідним розчином (перед цим кілька разів обмити розчином трубку).
7. Помістити трубку з розчином в кюветне відділення та настроїти прилад “на темряву”.
8. Зняти показання і шкали ноніуса. Якщо необхідно - внести поправку.
9. Перерахувати показання цукрової шкали приладу на “звичайні” кутові градуси (за інструкцією до приладу).
10. Кожне вимірювання проводити тричі; брати середнє значення.

### Методика виконання роботи

1. Заповнити поляриметричну трубку дистильованою водою, таким чином, щоб не було бульбашок повітря в трубці.
2. Перевірити налагодження приладу за дистильованою водою, якщо необхідно відмітити поправку.
3. Виміряти кут обертання площини поляризації серії стандартних розчинів. Для кожного розчину проводити вимірювання тричі і знаходити середнє значення.
4. Побудувати графік в координатах "кут обертання – концентрація розчину"
5. Виміряти кут обертання досліджуваного розчину та за графіком визначити вміст досліджуваної сполуки в розчині ( г/л )

							<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ документ а</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дат а</i>			

## Лабораторна робота № 3

**Тема:** "Визначення вмісту феруму в розчині у вигляді тіоціанату методом градуювального графіку"

**Мета:** Навчитися визначати вміст в розчині методом градуювального графіку.

**Суть:** Готують серію стандартних розчинів тіоціанатного комплексу феруму (III), будують градуювальний графік та за ним визначають вміст феруму в контрольному розчині;

**Прилади та реактиви:** фотоколориметр КФК-2, мірні колби на 50 см<sup>3</sup>, піпетки, стандартний розчин залізо-амонійних галунів (T=0,1мг/см<sup>3</sup>), розчин амоній тіоціанату (10%).

### Методика виконання роботи

#### 1. Приготування серії стандартних розчинів:

1 см<sup>3</sup> стандартного розчину переносять в колбу, підкисляють 1 см<sup>3</sup> нітратної кислоти, додають 5 см<sup>3</sup> розчину амоній тіоціанату та доводять до мітки дистильованою водою. Розчин добре перемішати та фотометрувати відносно дистильованої води в кюветі 1 см при довжині хвилі  $\lambda=490$  нм. Фотометрують аналогічно приготовлені розчини, які містять послідовно 2 см<sup>3</sup>, 3 см<sup>3</sup>, 4 см<sup>3</sup>, 5 см<sup>3</sup> стандартного розчину галунів. Результати заносять в таблицю.

#### 2. Побудова градуювального графіку

На міліметровому папері будують графік залежності абсорбційності від об'єму стандартного розчину галунів, що містить 0,1 мг феруму в 1 см<sup>3</sup>.

#### 3. Виконання завдання

Заданий розчин переносять в мірну колбу (V=50 см<sup>3</sup>) та готують аналогічно стандартним розчинам, додаючи 1 см<sup>3</sup> нітратної кислоти, 5 см<sup>3</sup> амонію тіоціанату, ретельно перемішують та фотометрують.

#### 4. Визначення вмісту заліза в дослідному розчині

За градуювальним графіком визначають об'єм стандартного розчину феруму.

#### Завдання:

Розрахувати молярну концентрацію феруму в дослідному розчині.

						Лист
Изм.	Лист	№ документ а	Подпись	Дат а		

## Лабораторна робота №4

**Тема: Потенціометричне визначення рН**

Мета роботи: Набути навичок потенціометричного визначення рН

Прилади та реактиви: рН – метр (або іономір), гальванічний елемент (скляний H<sup>+</sup>-селективний та хлорсрібний електрод), зразкові буферні розчини.

### *Виконання роботи*

1. Ознайомитись з інструкцією роботи на рН-метрі.
2. Увімкнути прилад до електромережі та прогріти на протязі 30 хв.
3. Користуючись зразковими буферними розчинами, перевірити правильність налагодження приладу. Для цього в стаканчик наливають таку кількість буферного розчину, щоб була повністю вкрита робоча поверхня електродів (приблизно 50 см<sup>3</sup>). Спочатку вимірюють за “грубою” шкалою (діапазон 1 ÷ 14), потім перемикають на шкалу необхідного діапазону і отримують значення рН.
4. За завданням викладача вимірюють рН заданого розчину.
5. Зробити висновок щодо виконаної роботи.

						<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ документ а</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дат а</i>		

## Лабораторна робота №5

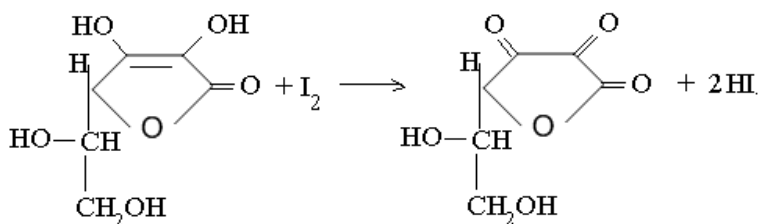
### Тема: Потенціометричне титрування за реакціями окисно-відновної взаємодії

Мета роботи: Оволодіти методикою проведення потенціометричного титрування за окисно-відновними реакціями

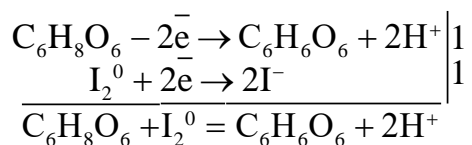
Прилади та реактиви: іономір – ЭВ-74, платиновий електрод, хлорсрібний електрод, магнітна мішалка, установка для титрування, стандартний розчин  $I_2$  ( $C(1/2 I_2) = 0,1$  моль/д<sup>3</sup>), дослідний розчин аскорбінової кислоти.

Сутність методу: дослідний розчин аскорбінової кислоти потенціометрично титрують стандартним розчином  $I_2$  за допомогою платинового індикаторного електроду та хлорсрібного електроду порівняння

#### Хімізм процесу:



$$M_e(1/2 C_6H_8O_6) = \frac{176,13}{2} = 88,06 \text{ г / моль}$$



#### Методика виконання роботи

1. Прилад увімкнути в електромережу при натиснених кнопках “температура” та інтервал “1÷19” та прогріти протягом 20-30 хвилин.
2. Відібрати в стаканчик для титрування 10 см<sup>3</sup> дослідного розчину кислоти. Якщо необхідно, додати дистильованої води так, щоб електроди були вкриті розчином.
3. Провести грубе титрування, додаючи по 1 см<sup>3</sup> титранту. Визначити приблизний об’єм титранту до точки еквівалентності.
4. Провести точне титрування, додаючи поблизу очікуваного стрибку по 0,2 см<sup>3</sup> титранту.
5. За отриманими даними заповнити таблицю для побудови кривої потенціометричного титрування в інтегральному та диференціальному вигляді:

V <sub>йоду</sub> , см <sup>3</sup>	E	ΔV	ΔE	ΔE/ΔV
-------------------------------------	---	----	----	-------

6. Побудувати криві потенціометричного титрування у інтегральному та диференціальному вигляді; визначити точку еквівалентності.
7. Обчислити вміст аскорбінової кислоти в розчині (г/дм<sup>3</sup>).

$$m(C_6H_8O_6) = \frac{C_e(1/2 I_2) \cdot V(I_2) \cdot M_e(1/2 C_6H_8O_6)}{V(\text{проби})}$$

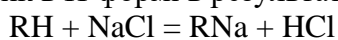
						Лист
Изм.	Лист	№ документ а	Подпись	Дат а		

## Лабораторна робота № 6

### Тема: Визначення концентрації солі методом іонообмінної хроматографії

Мета: Оволодіти методикою іонообмінної хроматографії. Визначити вміст натрію хлориду в дослідному розчині.

Сутність методу. При пропусканні дослідного розчину через сильнокислотний катіонообмінник в Н-формі в результаті реакції іонного обміну:



утворюється хлоридна кислота, вміст якої визначають титриметрично.

Прилади та реактиви: хроматографічна колонка, катіоніт КУ-2 в Н-формі, стакани ( $V = 150 \text{ см}^3$ ;  $200 \text{ см}^3$ ), піпетка  $V = 10 \text{ см}^3$ , бюретка  $V = 25 \text{ см}^3$ .

Розчини: натрій гідроксиду, дослідний розчин.

### **Методика виконання роботи**

1. *Переведення катіоніту в Н-форму та заповнення колонки.* Для переведення катіоніту в Н-форму замочити катіоніт у розчині хлоридної кислоти ( $C = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ ) на добу. Потім ретельно промити катіоніт дистильованою водою. Помістити катіоніт в колонку (шар висотою приблизно 5–6 см) й промити дистильованою водою до нейтральної реакції за метил-оранжем. Промивання проводити до отримання жовтого забарвлення індикатора. Над шаром катіоніту весь час повинна знаходитись рідина. У випадку утворення в колонці бульбашок повітря катіоніт слід розпушити склянкою паличкою.
2. *Проведення іонного обміну.* Дослідний розчин, вміщений в мірну колбу  $V = 100 \text{ см}^3$ , довести до мітки дистильованою водою, перемішати. Відібрати  $10 \text{ см}^3$  цього розчину та пропустити через колонку зі швидкістю 1 крапля в секунду. Розчин, який витікає з колонки (елюат) зібрати в конічну колбу ( $V = 250 \text{ см}^3$ ). Для повного вимивання кислоти, що виділяється (рН перевіряють за метилоранжем) через колонку пропускають 60 – 100  $\text{см}^3$  дистильованої води по 10 – 15  $\text{см}^3$ , ретельно збираючи елюат в ту ж конічну колбу.
3. *Титриметричне визначення кислоти.* Отриманий розчин відтитрувати розчином гідроксиду натрію до переходу рожевого забарвлення. Розрахувати вміст натрію хлориду, що еквівалентний вмісту хлоридної кислоти за звичайним рівнянням титриметрії

										<i>Лист</i>
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ документ а</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дат а</i>						