

РОЗРОБНИКИ ПРОГРАМИ:

*Коломієць І.В. викладач Коледжу Національного фармацевтичного університету,
спеціаліст вищої категорії, методист*

Богданова Л.М. викладач Коледжу Національного фармацевтичного університету

Обговорено на засіданні циклової комісії спеціальних хімічних дисциплін
“29” серпня 2013 року, протокол № 1

Схвалено методичною радою Коледжу НФаУ

Протокол від 29.08.2013 № 1

Голова методичної ради  (О.В.Гейко)

« 29 » 08 2013 р.

Вступ

Програма навчальної дисципліни "Фізико-хімічні методи аналізу" для студентів складена відповідно до освітньо-професійної програми підготовки молодшого спеціаліста спеціальності 5.12020102 "Аналітичний контроль якості хімічних лікарських сполук" напряму підготовки 6.120201 "Фармація"

Предметом вивчення навчальної дисципліни є сучасні інструментальні методи якісного та кількісного аналізу

Міждисциплінарні зв'язки:

дисципліни, що забезпечують:

- неорганічна хімія,
- органічна хімія,
- аналітична хімія,

дисципліни, що забезпечуються:

- технічний аналіз.

1. Мета та завдання навчальної дисципліни

1.1. Метою вивчення навчальної дисципліни є формування професійних компетенцій молодших спеціалістів, які необхідні при виконанні техніками-лаборантами аналітичних хімічних досліджень сучасними інструментальними методами аналізу.

1.2. Основними завданнями вивчення дисципліни "Фізико-хімічні методи аналізу" є опанування студентами теоретичних основ та набуття практичних навичок з інструментальних методів аналізу, які знайшли широке застосування в лабораторній практиці.

1.3. Згідно з вимогами освітньо-професійної програми студенти повинні:

знати:

- основи сучасних інструментальних методів аналізу, їх класифікацію, сфери використання;
- використання різних методів для розв'язання аналітичних завдань: якісного, кількісного аналізу, перевірки чистоти речовини, ідентифікації речовини, дефектоскопії;
- можливість поєднання різних методів;
- принципову схему та порядок налагодження основних приладів

вміти:

- готувати прилади до роботи, перевіряти їх показники;
- проводити аналіз за допомогою приладів;
- робити порівняльну характеристику методів, які можна використовувати для аналізу дослідної речовини;
- підбирати реагент; підбирати умови проведення аналізу;
- грамотно оцінювати результати аналізу;
- добре володіти навичками роботи з довідковою літературою
- виконувати вимоги охорони праці, техніки безпеки та охорони навколишнього середовища.

Сформовані компетенції:

проведення за наданою методикою якісного та кількісного аналізу сировини, напівпродуктів та готової продукції хімічних та фармацевтичних виробництв за допомогою оптичних, електрохімічних, хроматографічних методів

На вивчення навчальної дисципліни відводиться **216 години/4 нац. кредитів /6 кредитів ECTS.**

2. Інформаційний обсяг навчальної дисципліни

МОДУЛЬ 1. ОПТИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

З М І С Т О В И Й М О Д У Л Ь 1. *Рефрактометричний та поляриметричний методи аналізу*

Конкретні цілі:

1. Засвоїти основні теоретичні положення рефрактометричного та поляриметричного методів аналізу
2. Знати основні типи приладів-рефрактометрів та поляриметрів, їх принципові блок-схеми та призначення основних вузлів. Вміти готувати прилади до роботи
3. Вміти проводити вимірювання показника заломлення та кута обертання площини поляризації
4. Вміти проводити ідентифікацію речовин, кількісний аналіз, аналіз чистоти речовини рефрактометричним методом (розраховувати значення рефракції за формулою Лорентц-Лоренца та за даними довідника, визначати вміст компонентів бінарної суміші; визначати вміст компонентів потрійної суміші за діаграмою; використовувати для розрахунків рефрактометричний фактор)
5. Вміти проводити якісний та кількісний поляриметричний аналіз. Вміти користуватись довідниками

Тема 1. Рефрактометричний метод аналізу

Хімічні, фізичні, фізико-хімічні методи аналізу як невід'ємна частина сучасної аналітичної хімії. Використання фізико-хімічних методів аналізу в різних галузях промисловості: фармацевтичній, медичній, хімічній, харчовій та інших. Фізико-хімічні методи аналізу як основа контролю за станом навколишнього середовища.

Сутність рефрактометричного методу аналізу. Сфери використання. Заломлення випромінювання (на межі двох середовищ). Показник заломлення та його залежність від зовнішніх факторів. Використання величини показника заломлення для аналітичних цілей. Кількісний аналіз багатокомпонентних систем, визначення чистоти речовини, визначення передбачуваної структури речовини. Ідентифікація речовини. Рефракція, різні види рефракції. Формула Лорентца-Лоренца. Використання рефракції для аналітичних цілей.

Вивчення рефрактометрів різних типів : Аббе, Пульфріха; їх будова, особливості використання.

Тема 2. Поляриметричний метод аналізу

Сутність методу. Оптично активні речовини. Одержання поляризованого світла. Подвійне променезаломлення. Призма Ніколя. Явище дихроїзму. Поляроїди. Площини поляризації. Якісний поляриметричний аналіз. Кількісна оцінка обертання площини поляризації. Питоме обертання. Використання методу при аналізі фармпрепаратів.

Вивчення принципів схем поляриметрів, сахариметрів. Використання довідників при проведенні аналізу.

З М І С Т О В И Й М О Д У Л Ь 2. *Фотометричний метод аналізу*

Конкретні цілі:

1. Засвоїти основні теоретичні положення фотометричного методу аналізу
2. Знати типи фотоелектроколориметрів; їх принципову блок-схему, функціональне призначення основних вузлів. Вміти готувати прилад до роботи.
3. Вміти проводити вимірювання та знімати аналітичний сигнал (абсорбційність). Вміти вибирати умови визначення (довжину хвилі та розмір кювет)

4. Вміти проводити кількісний фотометричний аналіз, використовуючи різні прийоми кількісного аналізу:

- метод порівняння;
- метод додатків (уміти опрацьовувати результати аналізу розрахунковим та графічним методом);
- метод градувального графіку (вміти готувати серію стандартних розчинів; обирати масштаб для побудови градувального графіку; визначати концентрацію речовини за градувальним графіком);
- диференційний метод.

5. Вміти користуватись довідниками

Тема 3. Фотометричний метод аналізу

Сутність фотометричного методу аналізу та сфери його використання. Теоретичні основи методу. Оптичні властивості розчинів кольорових сполук. Основний закон світлопоглинання (Бугера-Ламберта-Бера). Пропускання та абсорбційність розчинів, їх взаємозв'язок. Молярний коефіцієнт світлопоглинання, його фізичний зміст. Чутливість фотометричних визначень. Вибір реагенту для утворення забарвленого комплексу з дослідною речовиною; вибір оптимального інтервалу довжин хвиль для фотометричних визначень.

Визначення великих концентрацій речовин диференційним методом. Фотометричне титрування.

Методи (прийоми) кількісного аналізу, що використовуються в фотометрії: градувального графіку, порівняння, додатків, розрахунковий.

ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 3. Нефелометричний, турбідиметричний та флуоресцентний методи аналізу

Конкретні цілі:

1. Засвоїти основні теоретичні положення нефелометричного, турбідиметричного та флуоресцентного методів аналізу
2. Знати основні типи приладів, що використовуються в цих методах аналізу. Вміти готувати їх до роботи. Знати особливості вимог правил техніки безпеки при виконанні флуоресцентного аналізу.
3. Уміти визначати вміст дослідної речовини в розчині за допомогою різних прийомів кількісного аналізу при опрацюванні результатів нефелометричного та турбідиметричного методів аналізу
4. Уміти визначати концентрацію люмінофорів в розчині; визначати колір флуоресценції індикаторів в залежності від рН розчину; порівнювати отримані дані з даними довідника; проводити флуоресцентне титрування; обирати флуоресцентні індикатори, враховуючи інтервал переходу; готувати серію стандартних розчинів методом послідовного розбавлення; проводити візуальний кількісний аналіз за стандартною шкалою

Тема 4. Нефелометричний та турбідиметричний методи аналізу

Сутність нефелометричного та турбідиметричного методів аналізу, сфери їх використання. Розсіювання світла частками дисперсної фази. Характер світлорозсіювання за різних умов. Рівняння Релея. Умови, що визначають пряму пропорційність між здібніс-

ттю до розсіювання і концентрацією диспергуючої речовини. Фактори, що обмежують використання методів.

Апаратурне оснащення нефелометричного та турбідиметричного методів аналізу. Нефелометри, фототурбідиметри.

Фототурбідиметричне титрування: теоретичні основи, апаратура.

Тема 5. Флуоресцентний метод аналізу

Люмінесцентний метод аналізу. Сутність методу, сфери використання. Класифікація люмінесцентного методу за джерелом збудження. Флуоресценція. Основи флуоресцентного методу. Люмінофори. Механізм виникнення світіння. Закони флуоресценції: Стокса, Левшина, Вавілова. Гасіння флуоресценції: температурне, концентраційне, домішками.

Апаратурне оснащення флуоресцентного методу аналізу. Джерело збудження. Флуориметри. Техніка безпеки під час виконання робіт. Якісний флуоресцентний аналіз, дефектоскопія. Кількісний аналіз.

МОДУЛЬ 2. ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

ЗМІСТОВИЙ МОДУЛЬ 4. Потенціометричний метод аналізу

Конкретні цілі:

1. Засвоїти основні теоретичні положення потенціометричного методу аналізу
2. Знати основні типи приладів потенціометричного методу, їх принципові блок-схеми.
Вміти готувати прилади до роботи
3. Уміти збирати установку для потенціометричного титрування; готувати електроди до аналізу
4. Уміти опрацьовувати результати прямого потенціометричного аналізу: визначати рН, ЕРС, потенціал електроду, концентрацію речовини.
5. Уміти будувати потенціометричні криві у диференціальному та інтегральному виглядах
6. Уміти визначати точку еквівалентності та визначати концентрацію речовини в розчині за результатами потенціометричного титрування
8. Уміти проводити визначення концентрації речовини за допомогою іонселективних електродів

Тема 6. Потенціометричний метод аналізу

Сутність методу й сфери використання. Класифікація. Пряма й непряма потенціометрія.

Окисно-відновний потенціал, його залежність від різних чинників. Стандартний та реальний окисно-відновний потенціал.

Іонометрія. Використання іонселективних електродів. Типи цих електродів, принцип їх дії. Підготовка до роботи.

Електроди порівняння. Вимоги до електродів порівняння. Водневий електрод, хлорсрібний електрод. Їх будова, порівняльна характеристика.

Індикаторні електроди: будова, принцип дії. Індикаторні електроди, що використовуються в методах осадження, комплексоутворення, при кислотно-основних реакцій, при визначенні рН.

Потенціометричне титрування, його переваги та недоліки. Криві титрування в інтегральному та диференційному вигляді. Способи визначення точки еквівалентності. Титрування в неводних середовищах.

Апаратурне оснащення потенціометричного аналізу. Компенсаційний та некомпенсаційний метод вимірювання ЕРС. Різні типи рН-метрів, іономіри.

З М І С Т О В И Й М О Д У Л Ь 5 . Кондуктометричний метод аналізу

Конкретні цілі:

1. Засвоїти основні теоретичні положення кондуктометричного методу аналізу
2. Знати апаратурне оснащення кондуктометричного методу аналізу. Уміти пояснювати принцип дії реохордного мосту за схемою
3. Уміти збирати установку для вимірювання електропровідності
4. Уміти проводити кондуктометричне титрування ; будувати криві кондуктометричного титрування; знаходити точку еквівалентності; розраховувати кількісний вміст речовини методом прямої кондуктометрії та кондуктометричного титрування.
5. Уміти використовувати довідникову літературу.

Тема 7. Кондуктометричний метод аналізу

Сутність кондуктометричного методу аналізу. Сфери його використання. Електрична провідність розчину, її залежність від різних чинників. Прямий кондуктометричний аналіз. Причини обмеження його використання. Кондуктометричне титрування при проходженні реакцій різних типів: кислотно-основних, осадження.

Використання кондуктометричного аналізу при розв'язанні різних аналітичних задач, в процесі контролю і автоматизації виробництва.

З М І С Т О В И Й М О Д У Л Ь 6 . Електрогравіметричний та вольтамперометричний метод аналізу

Конкретні цілі:

1. Засвоїти основні теоретичні положення електрогравіметричного та вольтамперометричного методів аналізу
2. Уміти виконувати розрахунки, необхідні при виконанні електрогравіметричного аналізу
3. Уміти збирати установку для проведення електролізу (зовнішній або внутрішній); проводити аналіз та обробляти результати.
4. Уміти розшифровувати полярограми; визначати потенціал на півхвилі та проводити якісний полярографічний аналіз; проводити кількісний полярографічний аналіз за допомогою різних прийомів кількісного аналізу
5. Уміти використовувати довідник

Тема 8. Електрогравіметричний метод аналізу

Електроліз та закони Фарадея. Електрогравіметричний аналіз: сутність методу, сфери використання. Явище поляризації електродів. Схема установки для проведення електрогравіметричного аналізу.

Електроліз при контролюючому потенціалі. Прискорений електроліз. Внутрішній електроліз та використання його для аналітичних цілей. Вихід за струмом. Практичне використання електролізу для розв'язання аналітичних задач.

Фізичні та хімічні умови виділення металів. Умови, що забезпечують роздільне виділення металів на електродах.

Кулонометричний аналіз: сутність методу, сфери використання. Кулонометричне титрування.

Тема 9. Вольтамперометричний метод аналізу

Сутність вольтамперометричного методу, сфери використання, класифікація. Електроди методу. Полярнографічний метод аналізу. Ртутний крапельний електрод, його будова. Переваги та недоліки його використання. Складання проби для полярнографування. Значення фону. Усунення міграційного струму. Засоби усунення впливу кисню. Полярнографічні максимуми I та II роду, їх усунення. Полярнографи; принципова блок-схема полярнографу. Одержання полярнограм та їх розшифрування. Амперометричне титрування.

МОДУЛЬ 3. ХРОМАТОГРАФІЧНИЙ ТА КІНЕТИЧНИЙ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

З М І С Т О В И Й М О Д У Л Ь 7. Хроматографічний та кінетичний методи аналізу

Конкретні цілі:

- 1. Засвоїти основні теоретичні положення хроматографічного та кінетичного методів аналізу*
- 2. Уміти розшифровувати діаграми газової хроматографії та проводити якісний аналіз; розшифровувати паперові та тонкошарові хроматограми ; проводити якісний аналіз; використовувати довідкові матеріали в якісному аналізі*
- 3. Уміти проводити розрахунки для визначення вмісту речовини в суміші , що розділяють хроматографічно*
- 4. Уміти проводити аналіз методом іонообмінної хроматографії: готувати іонообмінну смолу до аналізу; готувати до роботи іонообмінну колонку; виконувати аналіз*
- 5. Уміти проводити якісний та кількісний аналіз методом тонкошарової та паперової хроматографії: готувати хроматографічну камеру та проводити аналіз; розшифровувати хроматограми, проводити якісний аналіз; проводити кількісний аналіз*
- 6. Уміти проводити розрахунки різними способами кількісного кінетичного методу аналізу*

Тема 10. Хроматографічний метод аналізу

Сутність методу, його використання в аналітичній практиці. Класифікація хроматографічних методів за агрегатним станом, механізмом розподілу, формою проведення процесу. Молекулярно-адсорбційна хроматографія. Сутність методу, фізико-хімічні основи, застосування. Адсорбенти органічного та неорганічного походження. Вимоги до адсорбентів. Розчинники. Іонообмінна хроматографія, сутність методу, сфери використання. Іонообмінники органічного та неорганічного походження. Амфоліти. Головні властивості, що визначають здібність іонів до обміну. Сорбційні ряди іонів.

Осадова хроматографія. Сутність методу, сфери використання. Послідовність процесу осадження та порядок розташування осадів в хроматографії. Ряди розчинності та підбір осадника.

Розподільна хроматографія. Сутність методу, фізико-хімічні основи. Різноманітні види розподільної хроматографії: газова, газорідинна, паперова, в тонкому шарі.

Вимоги до рідин, які використовуються в газорідинній хроматографії. Роль твердого носія, його властивості. Процес розподілу дослідної суміші.

Техніка проведення різних типів хроматографічного аналізу. Хроматографічна колонка та її підготовка до роботи. Підготовка сорбенту, заповнення колонки. Підготування іонітів для проведення іонообмінного аналізу. Одержання хроматограми на колонці та її аналіз. Якісний та кількісний аналіз. Одержання хроматограм на папері та в тонкому шарі. Якісний та кількісний аналіз. Застосування різноманітних методів фізико-хімічного аналізу для визначення вмісту речовин в елюйованих зонах.

Тема 11. Кінетичний метод аналізу

Теоретичні основи кінетичного методу. Кінетичні особливості хімічних реакцій. Методи вимірювання швидкості хімічних реакцій. Класифікація кінетичних методів аналізу. Методи кількісного кінетичного аналізу: метод тангенсів, фіксованого часу, фіксованої концентрації, додатків. Каталітичне титрування.

3. Рекомендована література

Основна

1. Коломієць І.В. Фізико-хімічні методи аналізу Х.: Вид-во НФаУ: Золоті сторінки, 2003
2. Коломієць І.В. , Богданова Л.М. Практикум з фізико-хімічних методів аналізу: Навч. Посіб. – Х.: Вид-во НФаУ, 2004

Допоміжна

3. Васильєв В.П. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа. – М: Высшая школа, 1989.
4. Дорохова Е.Н. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа. – М: Высшая школа, 1991.
5. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2-х частях. – М: Высшая школа, 1982.

Довідкова

6. Державна Фармакопея України/ Державне підприємство “Науково-експертний фармакопейний центр”. – 1-е вид. – Харків.: РІРЕГ, 2001. – 556 с. – Доповнення 1. – 2004. – 520 с. – Доповнення 2. – 2008. – 620с.
7. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. Справ. Изд. 6-е перераб. и доп. - М: Химия, 1989.
8. Перельман В.И. Краткий справочник химика. Справ. Изд. 7-е перераб. - М: Химия, 1964.

4. Форма підсумкового контролю успішності навчання: екзамен

5. Засоби діагностики успішності навчання: тестування, розрахункові домашні завдання, захист лабораторних робіт, контрольні роботи, індивідуальні домашні завдання