

ПРАКТИКУМ З ЕЛЕКТРОХІМІЧНИХ МЕТОДІВ ДОСЛІДЖЕННЯ У ФАРМАЦЕВТИЧНІЙ ХІМІЇ

ЕЛЕКТРОННІ МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ



МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ОДЕСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ імені І. І. МЕЧНИКОВА
ФАКУЛЬТЕТ ХІМІЇ ТА ФАРМАЦІЇ
КАФЕДРА АНАЛІТИЧНОЇ ТА ТОКСИКОЛОГІЧНОЇ ХІМІЇ

ПРАКТИКУМ З ЕЛЕКТРОХІМІЧНИХ МЕТОДІВ ДОСЛІДЖЕННЯ У ФАРМАЦЕВТИЧНІЙ ХІМІЇ

ЕЛЕКТРОННІ МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
для здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти
факультету хімії та фармації

Одеса
ОНУ імені І. І. Мечникова
2026

УДК 543:615 П691

Укладачі:

Р. Є. Хома, доктор хімічних наук, професор, професор кафедри аналітичної та токсикологічної хімії;

С. В. Топоров, кандидат хімічних наук, доцент, доцент кафедри аналітичної та токсикологічної хімії;

О. М. Рахлицька, кандидат хімічних наук, доцент, доцент кафедри аналітичної та токсикологічної хімії.

Рецензенти:

Ю. В. Ішков, доктор хімічних наук, старший науковий співробітник, професор кафедри органічної та фармацевтичної хімії Одеського національного університету імені І. І. Мечникова;

А. Ф. Тимчук, кандидат хімічних наук, доцент, доцент кафедри фізичної та колоїдної хімії Одеського національного університету імені І. І. Мечникова.

*Рекомендовано вченою радою факультету хімії та фармації
ОНУ імені І. І. Мечникова.
Протокол № 1 від 10 вересня 2025 р.*

П691 **Практикум з електрохімічних методів дослідження у фармацевтичній хімії [Електронний ресурс]** : електрон. метод. вказівки для здобувачів першого (бакалавр.) рівня вищ. освіти ф-ту хімії та фармації / уклад.: Р. Є. Хома, С. В. Топоров, О. М. Рахлицька. Одеса : ОНУ імені І. І. Мечникова, 2026. 60 с. 1,4 МБ.

Методичні вказівки містять відомості щодо мети і завдань практикуму з електрохімічних методів дослідження у фармацевтичній хімії, його змісту, порядку проходження і підведення підсумків, а також методики виконання лабораторних робіт. Вони допоможуть здобувачам при проходженні практикуму і сприятимуть підготовці до заліку. Методичні вказівки адресовані здобувачам факультету хімії та фармації спеціальності ЕЗ Хімія першого (бакалаврського) рівня вищої освіти, а також можуть бути корисними для керівників практикуму.

УДК 543:615

ЗМІСТ

ВСТУП	5
I. СТРУКТУРА ТА ЗМІСТ ПРАКТИКУМУ З ЕЛЕКТРОХІМІЧНИХ МЕТОДІВ ДОСЛІДЖЕННЯ У ФАРМАЦЕВТИЧНІЙ ХІМІЇ	6
1.1 Мета і завдання практикуму	6
1.2 Організація проведення практикуму	7
1.3 Зміст практикуму	9
1.4 Графік проведення практикуму	11
1.5 Теми лабораторних занять	12
1.6 Індивідуальні завдання	13
1.7 Методи навчання	13
1.8 Форми контролю і методи оцінювання	14
1.9 Розподіл балів	15
II ПРАВИЛА ПОВЕДІНКИ В ЛАБОРАТОРІЇ. ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ ПРИ РОБОТІ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ	16
III. МЕТОДИКИ ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ	26
3.1. Правила оформлення лабораторних робіт	26
3.2. Опрацювання результатів хімічного аналізу	26
<i>Лабораторна робота № 1</i> Кулонометричне визначення аскорбінової кислоти в лікарській рослинній сировині	28
<i>Лабораторна робота № 2</i> Кулонометричне визначення сумарного вмісту органічних сполук в плодах шипшини та кизилу	31
<i>Лабораторна робота № 3</i> Алкаліметричне кондуктометричне та потенціометричне визначення активної сполуки у лікарському препараті Фенібут	34
<i>Лабораторна робота № 4</i> Алкаліметричне рН-метричне та кондуктометричне визначення хлорпромазину в субстанції	38
<i>Лабораторна робота № 5</i> Визначення новокаїну в препараті методом нітритометричного редоксметричного титрування	41
<i>Лабораторна робота № 6</i> Редоксметричне визначення вмісту іонів кобальту(II) в розчині	44

Лабораторна робота № 7

Визначення фторидів методом прямої потенціометрії з використанням LaF_3 -електроду	46
--	----

Лабораторна робота № 8

Визначення іонів заліза(III) в розчині методом високочастотного титрування	49
---	----

Рекомендована література.....	51
-------------------------------	----

Додаток 1. Структура звіту щодо проходження виробничої практики	53
---	----

Додаток 2. Форма звіту	54
------------------------------	----

Додаток 3. Форма щоденнику	55
----------------------------------	----

ВСТУП

«Практикум з електрохімічних методів дослідження у фармацевтичній хімії» є вибіркоvim освітнім компонентом освітньо-професійної програми (ОПП) «Фармацевтична хімія» для першого (бакалаврського) рівня вищої освіти зі спеціальності ЕЗ Хімія. Вона спрямована на закріплення теоретичних знань, отриманих здобувачами під час вивчення «Аналітичної хімії» та на формування практичних умінь хіміка-лаборанта з електрохімічних методів дослідження у фармацевтичній хімії.

«Практикум з електрохімічних методів дослідження у фармацевтичній хімії» проводиться зі здобувачами 3 курсу очної форми навчання в п'ятому семестрі.

Під час практикуму здобувачі оволодівають методиками аналізу лікарських засобів з використанням електрохімічних методів дослідження.

Практикум передбачає закріплення одержаних теоретичних знань, удосконалення експериментальних навичок і набуття практичних навичок і умінь, формування та розвиток у здобувачів професійного вміння приймати самостійні рішення в умовах конкретної професійної ситуації, оволодіння сучасними методами, формами організації праці, знаряддям праці в галузі їхньої майбутньої спеціальності.

Практикум будується у формі виконання здобувачем під керівництвом викладача визначених програмою загальних та індивідуальних завдань.

На практикум відводиться 90 годин (3 кредитів ЄКТС).

I. СТРУКТУРА ТА ЗМІСТ ПРАКТИКУМУ З ЕЛЕКТРОХІМІЧНИХ МЕТОДІВ ДОСЛІДЖЕННЯ У ФАРМАЦЕВТИЧНІЙ ХІМІЇ

1.1. Мета і завдання практикуму

Мета практикуму – удосконалити практичні навички хіміка-лаборанта у підготовці та проведенні електрохімічного дослідження у фармацевтичній хімії, удосконалення хіміко-аналітичного мислення, вміти обирати необхідний електрохімічний метод залежно від поставленої задачі.

Завдання:

- ознайомитись з роботою електро-аналітичного обладнання, методами електрохімічного дослідження у фармацевтичній хімії;
- засвоїти методики електрохімічного дослідження у фармацевтичній хімії;
- сформулювати практичні вміння щодо проведення електрохімічного дослідження лікарських засобів;
- оволодіти навичками відбору електрохімічного аналізу для конкретної задачі.

У результаті вивчення практикуму здобувач вищої освіти повинен

знати:

- основні електрохімічні методи аналізу речовин;
- принципи роботи та теоретичну базу функціонування кожного електрохімічного методу аналізу;
- основне устаткування, принципи і методологію виконання електрохімічного аналізу;
- способи визначення фізико-хімічних констант електрохімічними методами;

вміти:

- проводити титрування з потенціометричною, амперометричною, кондуктометричною детекцією кінцевої точки титрування;
- проводити прямі потенціометричні та кондуктометричні визначення;
- проводити прямі та непрямі кулонометричні визначення;
- інтерпретувати потенціометричні, кондуктометричні, поляризаційні та вольтамперні криві;
- розв'язувати розрахункові задачі з електрохімічних методів;
- користуватися приладами, що використовують в електрохімічних дослідженнях;
- використовувати методи математичного аналізу та статистичного аналізу для обробки експериментальних даних.

1.2. Організація проведення практикуму

Керівництво практикумом здійснюють викладачі кафедри аналітичної та токсикологічної хімії.

Базою практикуму є кафедра аналітичної та токсикологічної хімії.

Під час практикуму за можливості проводяться виїзні екскурсії до підприємств, установ та організацій, з якими університет має довгострокові договори на проведення практик (ТДВ «ІНТЕРХІМ», Фізико-хімічний інститут ім. О. В. Богатського НАН України, ТОВ «ПОДОРОЖНИК ОДЕСА», ПрАТ «АМ «Фармація»)

У випадку надзвичайних обставин (епідеміологічної ситуації, військового стану тощо) проведення практики може здійснюватись у змішаній формі, із використанням дистанційних технологій навчання (онлайн).

Керівник практикуму:

- інформує здобувачів про порядок проходження практикуму і організаційні заходи;
- проводить інструктаж з техніки безпеки;
- забезпечує здобувачів необхідними документами;
- здійснює контроль за виконанням програми практикуму та термінами її проведення;
- надає методичну допомогу здобувачам вищої освіти під час виконання ними індивідуальних завдань;
- проводить обов'язкові консультації щодо обробки зібраного матеріалу та його використання для звіту про практикум;
- інформує здобувачів вищої освіти про порядок надання звітів про практикум;
- приймає захист звітів про практикум у складі комісії;
- здає звіти здобувачів про практикум на кафедру.

На початку практикуму керівник проводить установчу конференцію, на якій наголошує про необхідність суворого дотримання здобувачами правил охорони праці і протипожежної безпеки з обов'язковим проходженням ними відповідних інструктажів та розпису в журналах з ТБ. Також під час цієї конференції здобувачам оголошується загальний план проходження практикуму, роздаються щоденники практикуму.

Здобувачі вищої освіти під час проходження практикуму зобов'язані:

- до початку практикуму одержати від керівника практикуму методичні матеріали (методичні вказівки, програму, щоденник, індивідуальне завдання) та консультації щодо оформлення всіх необхідних документів;

- у повному обсязі виконувати всі завдання, передбачені програмою практикуму та вказівками її керівника;
- вивчити і суворо дотримуватись правил охорони праці, техніки безпеки та внутрішнього розпорядку;
- нести відповідальність за виконану роботу;
- своєчасно оформити звітну документацію та скласти залік з практикуму.

Протягом проходження практикуму відбувається узагальнення матеріалів практикуму та підготовка підсумкового звіту, який повинен бути представлений на останньому тижні практикуму. Підсумки практикуму підводяться на засіданні кафедри аналітичної та токсикологічної хімії та розглядаються на засіданні вченої ради факультету хімії та фармації.

Оформлення результатів проходження практикуму в відповідній документації:

1. Щоденник практикуму.
2. Письмовий звіт про виконану роботу.
3. Висновок керівника практикуму від ОНУ імені І. І. Мечникова про проходження практикуму.

Щоденник – основний і обов’язковий документ звітності про проходження практикуму здобувачем (Додаток 1). Відсутність щоденника, незадовільне і невчасне оформлення його можуть бути причиною недопущення до заліку з практикуму.

Метою ведення щоденника є відображення щоденної практичної роботи здобувачів на робочих місцях. Практикант повинен по закінченні робочого дня фіксувати в журналі всі види виконаних ним робіт та перелік отриманих практичних умінь і навичок.

Особливо слід виділяти специфіку оснащення робочого місця, використане в роботі обладнання та документальні матеріали, алгоритм виконання кожного виду роботи. Обов’язковою є наявність зразків облікових документів, заповнених здобувачами власноруч. Щодня слід фіксувати отримані практичні вміння та навички. Практичним навиком, закріпленим у процесі роботи, вважається певний вид діяльності або виробнича операція, виконана не менше 3-х разів.

Здобувач зобов’язаний щодня надавати свій щоденник безпосередньому керівнику від бази практики для перевірки і візування. Щоденник зберігається до закінчення терміну практики в установі (підприємстві) і повинен бути доступний керівнику практики від кафедри.

Після закінчення практикуму щоденник завіряється підписом керівника установи і печаткою установи.

Звіт – документ, який пишеться здобувачем особисто, керівником установи не затверджується (Додаток 2). Звіт є результатом самостійної роботи здобувача. Він має відповідати наступним вимогам: чіткість, лаконічність, повнота висвітлення. Переказ у звіті матеріалів з інструкцій, навчальних посібників, лекцій є неприпустимим.

Матеріал до складання звіту повинен накопичуватися і узагальнюватися з першого дня практики. У звіті повинна бути наведена загальна характеристика установи, відмічені умови і обстановка, в якій працював здобувач, відображений основний зміст практики – кількість виконаних аналізів та окремих видів роботи і перераховані використані методи аналізу, зроблені висновки про виконання програми. Необхідно також показати труднощі, які виникли під час роботи, позитивні та негативні моменти в організації виробничої практики, свою участь у суспільному житті колективу підприємства, а також пропозиції щодо поліпшення організації виробничої практики.

Протягом проходження практикуму відбувається узагальнення матеріалів практики та підготовка підсумкового звіту, який повинен бути представлений на останньому тижні практикуму. Підсумки практикуму підводяться на засіданні кафедри аналітичної та токсикологічної хімії та розглядаються на засіданні вченої ради факультету хімії та фармації.

1.3. Зміст практикуму

Змістовий модуль 1

Електрохімічні методи дослідження з накладеною електрикою зовні

Тема 1. Методи, які засновані на використанні законів Кулона

Електрогравіметричний метод. Теоретичні основи. Закони Фарадея. Природа напруги розкладу і перенапруги, хімічної і концентраційної поляризації. Особливості та переваги аналізу при контрольованому потенціалі електрода. Кулонометричний метод аналізу. Класифікація, вимоги, можливості, переваги. Пряма кулонометрія при контрольованому потенціалі (ППК). Кулонометри. Непряма кулонометрія при контрольованій силі току (КГК, кулонометричне титрування).

Тема 2. Вольтамперометричні методи дослідження

Полярографічний метод. Сутність методу. Переваги та вади використання ртутного крапельного електрода. Постійноточкова полярографія: дифузійний струм, електрокапілярна крива, максимуми, якісний аналіз, основи кількісного полярографічного методу. Амперометричне титрування. Види кривих, титрування з біметалічними електродами. Методи вольтамперометрії з твердими електродами.

Змістовий модуль 2

Електрохімічні методи дослідження без накладеної електрики зовні

Тема 3. Безконтактні електрохімічні методи дослідження

Кондуктометрія: пряма кондуктометрія та кондуктометричне титрування. Хронокондуктометрія. Високочастотне титрування. Титрування сумішей речовин. Апаратура: мости, види електролітичних комірок.

Тема 4. Теоретичні основи потенціометричного методу дослідження

Потенціометрія: теоретичні основи методу. Рівняння Нернста, його використання в залежності від типу електрода. Класифікація іоноселективних електродів: типи мембран, будова; електродна функція, рівняння Нікольського, основні характеристики: час відгуку, коефіцієнт селективності, границя виявлення, температурний коефіцієнт, дрейф, час життя електрода тощо.

Тема 5. Застосування прямої потенціометрії та потенціометричного титрування

Пряма потенціометрія: вибір електродів в залежності від складу аналізованого зразку, способи та основні прийоми кількісного аналізу за допомогою прямої потенціометрії. Застосування іонометрії для визначення активності катіонів металів і аніонів.

Змістовий модуль 3

Оформлення звіту з практикуму. Надання документів керівнику практикуму від ЗВО за підсумками проходження практикуму (щоденника, звіту). Представлення звіту на кафедрі за підсумками проходження практикуму.

1.4. Графік проведення практикуму

№ з/п	Назви робіт	Індивідуальна робота	Кількість годин
1	Отримання індивідуального завдання на навчальну практику		2
2	Оглядова лекція з техніки безпеки (ТБ) та охорони праці (ОП)	Робота з літературою	2
3	Ознайомлення з лабораторіями кафедри		1
4	Виконання індивідуального завдання, проведення спостережень, вимірювань, обробка і систематизація отриманих результатів	Робота з науковою, навчально-методичною літературою, конспектами лекцій. Виконання лабораторних робіт	60
5	Підготовка матеріалу з навчальної практики	Робота з науковою, навчально-методичною літературою	10
6	Оформлення звіту з навчальної практики	Робота з науковою, навчально-методичною літературою	15
7	Захист звіту з навчальної практики		
Усього годин			90

1.5. Теми лабораторних занять

№ з/п	Назва теми <i>Очна форма навчання</i>	Кількість годин
1	Кулонометричне визначення аскорбінової кислоти в лікарській рослинній сировині. <i>Відбір проби для аналізу; пробопідготовка. Кулонометричне титрування аскорбінової кислоти в плодах шипшини (FRUCTUS ROSAE) за допомогою 2,6-діхлорфеноліддофенолу. Обробка результатів. Висновок щодо придатності ЛРС до застосування</i>	6
2	Кулонометричне визначення сумарного вмісту органічних сполук в плодах шипшини та кизилу. <i>Відбір проби для аналізу; пробопідготовка. Кондуктометричне титрування. Обробка результатів. Висновок щодо придатності ЛЗ до застосування</i>	6
3	Алкаліметричне, кондуктометричне та потенціометричне визначення активної сполуки у лікарському препараті Фенібут. <i>Відбір проби для аналізу; пробопідготовка. Алкаліметричне кондуктометричне та потенціометричне титрування. Обробка результатів. Висновок щодо придатності ЛЗ до застосування</i>	6
4	Алкаліметричне рН-метричне та кондуктометричне визначення хлорпромазину в субстанції. <i>Відбір проби для аналізу; пробопідготовка. Алкаліметричне рН-метричне та кондуктометричне титрування в водно-етанольному розчині. Обробка результатів. Висновок щодо придатності ЛЗ до застосування</i>	6
5	Визначення новокаїну в препараті методом нітритометричного редоксметричного титрування. <i>Відбір проби для аналізу; пробопідготовка. Нітритометричне редоксметричне титрування. Обробка результатів. Висновок щодо придатності ЛЗ до застосування</i>	6
6	Редоксметричне визначення вмісту іонів кобальту(II) в розчині. <i>Відбір проби для аналізу; пробопідготовка. Редоксметричне титрування. Обробка результатів. Висновок щодо придатності ЛЗ до застосування</i>	6
7	Визначення фторидів методом прямої потенціометрії з використанням LaF ₃ -електроду. <i>Відбір проби для аналізу; пробопідготовка. Дослідження впливу рН розчину на фторидну функцію мембранного електрода. Побудова градувального графіку. Прямі потенціометричні вимірювання Обробка результатів. Висновок щодо придатності ЛЗ до застосування</i>	6
Усього годин		42

1.6. Індивідуальні завдання

1. Кулонометрія при дослідженні у фармацевтичній хімії.
2. Вольтамперометрія при дослідженні у фармацевтичній хімії.
3. Кондуктометрія при дослідженні у фармацевтичній хімії.
4. Біосенсори з кондуктометричним детектуванням при дослідженні у фармацевтичній хімії.
5. Іонселективні електроди при дослідженні у фармацевтичній хімії.
6. Ферментні електроди при дослідженні у фармацевтичній хімії.
7. рН-метричне титрування при дослідженні у фармацевтичній хімії.
8. Критерії відбору електродів порівняння.
9. Буферні розчини в калібруванні рН електродів при дослідженні крові людини.
10. Осаджувальне потенціометричне титрування при дослідженні у фармацевтичній хімії.
11. Комплексонометричне потенціометричне титрування при дослідженні у фармацевтичній хімії.
12. Капілярний зонний електрофорез при дослідженні у фармацевтичній хімії.
13. Електрохімічні методи дослідження антиоксидантної активності.
14. Електрохімічні мультисенсорні системи при дослідженні у фармацевтичній хімії.
15. Електрохімічні сенсори із молекулярними відбитками (Electrode imprinting).
16. Електрохімічна імпедансна спектроскопія при дослідженні у фармацевтичній хімії.

1.7. Методи навчання

У процесі проведення практикуму використовуються наступні методи навчання:

словесні – інструктаж, розповідь, в тому числі з аналізом конкретних ситуацій, пояснення, бесіда;

наочні – самостійне спостереження при виконанні лабораторних робіт; візуалізація; демонстрація відео-експериментів;

практичні – виконання лабораторних робіт, розв'язування електроаналітичних задач, здійснення розрахунків під час обробки отриманих експериментальних результатів за індивідуальним завданням.

1.8. Форми контролю і методи оцінювання

Контроль за проходженням здобувачами практикуму здійснює керівник практикуму від кафедри аналітичної та токсикологічної хімії факультету хімії та фармації.

Контроль здійснюється з дотриманням вимог об'єктивності, індивідуального підходу, систематичності і системності та всебічності.

Контроль включає:

1. *Поточний контроль:*

- Самостійна робота,
- Захист лабораторних робіт.

2. *Періодичний контроль:*

- оформлення щоденника практики,
- оформлення звіту практики,
- підготовка та захист навчальної практики.

3. *Підсумковий контроль:* залік.

Загальна підсумкова оцінка за практикум визначається як сума балів за результатами всіх видів поточного і періодичного контролю.

1.9. Розподіл балів

<p>Контроль за проходженням здобувачами практикуму здійснює керівник практикуму від кафедри аналітичної та токсикологічної хімії факультету хімії та фармації.</p> <p>Контроль здійснюється з дотриманням вимог об'єктивності, індивідуального підходу, систематичності і системності та всебічності.</p> <p>Контроль включає:</p>	<p>Контроль за проходженням здобувачами практикуму здійснює керівник практикуму від кафедри аналітичної та токсикологічної хімії факультету хімії та фармації</p>									
	Змістовий модуль 1			Змістовий модуль 2			Змістовий модуль 3			
	Контроль включає:	К-ть завдань	Сума балів	К-ть балів за 1 завдання	К-ть завдань	Сума балів	К-ть балів за 1 завдання	К-ть завдань	Сума балів	
<i>Поточний контроль:</i>	<i>Поточний контроль:</i>	1	5	5	6	30	-	-	-	
Самостійна робота	Самостійна робота	1	20	20	1	20	-	-	-	
Захист лабораторних робіт	Захист лабораторних робіт	-	-	-	-	-	25	1	25	
<i>Періодичний контроль</i>	<i>Періодичний контроль</i>				50			25		
оформлення щоденника практикуму	оформлення щоденника практики									

II. ПРАВИЛА ПОВЕДІНКИ В ЛАБОРАТОРІЇ. ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ ПРИ РОБОТІ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ

Загальні правила поведінки в лабораторії

До робіт в хімічній аналітичній лабораторії допускаються особи, яким на момент виконання робіт виповнилося не менше 18 років. Виконавець робіт повинен пройти інструктаж з техніки безпеки праці і протипожежних заходів, зробити у відповідному журналі запис про це. Він повинен бути ознайомлений з умовами праці, йому має бути продемонстрований порядок організації робочого місця, безпечні прийоми роботи та способи виявлення несправностей апаратури, проведено навчання діям при можливому виникненні загрозливих ситуацій та аварій, користування аптечними засобами

Загальні правила в лабораторії

1. Заходьте до лабораторії лише з дозволу керівника практики або завідувача лабораторії. Заходьте і виходьте з лабораторії спокійно, щоб випадково не перекинути хімічний посуд з приладами або склянки з реактивами, що стоять на столах.

2. У лабораторії категорично забороняється:

- ✓ працювати без халату;
- ✓ працювати одному в лабораторії;
- ✓ залишати лабораторію без дозволу керівника практики або завідувача лабораторії;
- ✓ пробувати на смак хімічні реактиви, допускати їх контакти зі шкірою;
- ✓ залишати відкритими шкідливі хімічні сполуки і зберігати в столі реактиви без відповідного надпису;
- ✓ брати для роботи реактиви невідомого походження, проводити синтези в забрудненому хімічному посуді;
- ✓ нахилитися над посудом, у якому кипить рідина;
- ✓ працювати у витяжній шафі з повністю піднятими дверцятами, просувати голову до витяжної шафи;
- ✓ виливати в раковину концентровані розчини кислот і лугів, а також органічні розчинники, сильно пахучі й вогнебезпечні речовини та їх розчини;
- ✓ зтягувати ротом у піпетки органічні і неорганічні сполуки та їх розчини;
- ✓ одному переносити бутілі з хімічними речовинами;
- ✓ виносити з лабораторії посуд та хімічні реактиви;
- ✓ залишати без нагляду діючі прилади;
- ✓ приймати їжу, пити воду з хімічного посуду.

3. Працювати в лабораторії необхідно тільки в халаті з бавовняної тканини, який одягають на верхній одяг та застібують спереду.

4. Кожен практикант повинен працювати на закріпленому за ним робочому місці. Основним місцем виконання лабораторних робіт є робочий стіл, на якому необхідно дотримувати чистоту й порядок. Під час проведення досліду на робочому місці не повинно бути нічого зайвого; всі предмети необхідно розставити в певному порядку так, щоб їх зручно було брати, не зачепивши за предмети, що розташовані поряд.

5. У лабораторії потрібно зберігати тишу, підтримувати чистоту, порядок й дотримуватись усіх правил з техніки безпеки при виконанні роботи.

6. Забороняється займатися в лабораторії сторонньою роботою (читати художню літературу, виконувати завдання з інших дисциплін, розмовляти по телефону). Неакуратність, неуважність і поспіх часто призводять до нещасних випадків з тяжкими наслідками.



7. Хімічні аналізи треба проводити лише в чистому хімічному посуді. Після закінчення роботи практикант повинен помити посуд.



8. Перед тим як приступити до роботи практикант повинен добре засвоїти техніку виконання ходу аналізу, вивчити хімічні й токсичні властивості реагентів, розчинників та об'єктів, що аналізують, або з якими сполуками працюють. Перевірте, чи є все необхідне для аналізів, і продумайте послідовність виконання кожного з них.



9. При виконанні лабораторних досліджень всі спостереження потрібно записувати в спеціальний зошит – щоденник – безпосередньо після кожного досліду.

10. Дбайливо ставтеся до обладнання лабораторії.

11. Користуватися реактивами можна лише із тих склянок, на яких є надписи.



12. Не можна куштувати хімічні сполуки на смак, їсти та пити в хімічній лабораторії



13. Кожен практикант повинен знати, де розташовані в лабораторії засоби протипожежної безпеки й аптечка, вміти ними користуватися та надавати першу допомогу при нещасних випадках.

Основні правила техніки безпеки в лабораторії при проведенні хімічного аналізу

Значна частина лабораторних робіт пов'язана з застосуванням токсичних, вогне- або вибухонебезпечних речовин, тому всі практиканти перед початком робіт в лабораторії повинні ознайомитись з запобіжними засобами при роботі зі склом, токсичними, легкозаймистими і вогненебезпечними речовинами.

- 1. Працювати слід так, щоб реагенти та аналіти не потрапляли на шкіру, очі, в ротovu порожнину. У разі потреби потрібно негайно змити реактив (аналіт) і при потребі надати першу домедичну допомогу.**
- 2. Уважно читайте етикетку на посудині з тією сполукою, яку берете для досліджу. Відкривши посудину, пробку не кладіть на лабораторний стіл боком, а поставте її вертикально.**



Так треба ставити пробку,
відкривши посудину з реактивом

- 3. Роботу з отруйними або з різким запахом сполуками (зразками) слід проводити лише у витяжній шафі.**
- 4. При змішуванні двох рідин необхідно дотримуватися правила: рідину з більшою густиною вливають в рідину з меншою густиною.**
- 5. Беріть реактиви для дослідів лише в тих кількостях, які зазначені в методиці. Якщо в методиці не вказано, яку масу чи об'єм речовини треба взяти, то суху речовину беріть у такій кількості, щоб вона закрила лише дно пробірки, а розчину не більше ніж 1/3 її об'єму.**
- 6. Не зливайте надлишок реагенту назад у посудину, де він зберігався.**
- 7. Під час наливання рідин беріть посудину з реагентом так, щоб етикетка спрямовувалась у бік долоні, знімайте краплю з краю шийки посудини, оскільки рідина, стікаючи по склу, псуватиме етикетку, може обпекти руку.**



- 8. Нюхати реагенти (аналіти) можна лише у разі потреби з дозволу керівника практики, при цьому обережно легким рухом руки спрямувати на себе пару чи газу. Не можна нахилитися над посудом з реактивами і вдихати на повні груди.**



НЕ ПРАВИЛЬНО!



ПРАВИЛЬНО!

9. **Забороняється** виливати в раковину залишки концентрованих кислот та лугів, легкозаймистих і горючих речовин.
10. Не заглядайте в пробірку (колбу), в якій нагрівається рідина, і не нахилийтеся над посудиною, в яку наливається будь-яка рідина (особливо їдка), щоб непомітні бризки не потрапили в очі.
11. Користуйтеся пробіркотримачем під час нагрівання розчинів у пробірці. Уважно стежте за тим, щоб отвір пробірки був спрямований від вашого обличчя, бо рідина внаслідок перегрівання може виплеснутися з пробірки. Під час нагрівання рідин стежте, щоб не перегрівалися стінки посудини над рідиною (особливо, коли рідини мало), тому що при потраплянні крапель рідини на перегріте скло посудина може тріснути. Не нагрівайте пробірку лише знизу, а прогривайте її всю, весь її вміст, щоб уникнути перегрівання.



Розбризування рідини під час наливання в посуд

Так потрібно нагрівати пробірку.



При нагріванні фарфорові «кипільки» необхідно додавати лише до холодної реакційної суміші або до розчину; органічні рідини нагрівати лише в круглодонних колбах на металевих сітках (нагрівання газовим пальником) або в банях; не можна нагрівати рідину в колбі, яка щільно закоркована; нагрівати леткі, легкозаймисті речовини треба в колбах зі зворотним холодильником; не можна нагрівати на сітці товстостінні стакани, колби Бунзена, фарфорові ступки; при перегонці у вакуумі застосовувати тільки

круглодонні колби; не можна нагрівати тонкостінний хімічний посуд на відкритому вогні; при нагріванні хімічного посуду на металевій сітці необхідно стежити, щоб полум'я не виривалось з під сітки і рівномірно нагрівало хімічний посуд. В іншому випадку хімічний посуд буде нагріватися нерівномірно і може лопнути.

12. Запобіжні заходи при роботі зі скляним хімічним посудом. Більшість лабораторних робіт проводиться в скляному тонкостінному й крихкому хімічному посуді. Слід пам'ятати, що неправильна або необережна робота зі склом призводить до нещасних випадків. Найнебезпечніше – порізи склом, забрудненим хімічними речовинами.

При розрізуванні скляних паличок, ампул або трубок спочатку роблять надріз пилочкою або спеціальним ножем, а потім закривають місце надрізу рушником і переламують їх. При цьому паличку трохи розтягують і руки тримають якомога ближче до місця зламу.

Посуд з реактивами слід брати двома руками, причому однією за горловину, а другою підтримувати за дно. Хімічний посуд і прилади треба тримати обережно, не стискаючи сильно в руках.

Для з'єднання трубки з корком або шлангом кінці її треба оплавити на пальнику і після охолодження змастити гліцерином або змочити водою. При вставлянні трубки в корок або в шланг її слід тримати пальцями якомога ближче до кінця, який вставляється. Трубку треба вкручувати в корок. В іншому разі можна зламати трубку і порізати руки.

13. Запобіжні заходи при роботі з кислотами та лугами. Рідкі кислоти можуть спричинити важкі хімічні ураження, які погано загоюються. Сірчана, соляна та азотна кислоти, а також сильні моно- і полігалогенкарбоніві та нітрокарбоніві органічні кислоти, луги викликають сильні опіки шкіри та слизової оболонки, призводять до ураження рогівки ока, що може зумовити втрату зору. При роботі з кислотами і лугами необхідно пам'ятати і виконувати такі правила.

- Бутилі з кислотами і лугами потрібно зберігати в дерев'яних обрешітках або корзинах в дерев'яних або металевих стояках у складах хімічних матеріалів.
- В лабораторіях можна зберігати 1–2 л концентрованих розчинів кислот і лугів.
- Переливання та інші роботи з кислотами і лугами слід проводити в захисних окулярах, в гумових чоботях, рукавицях і у фартуху. Розливати кислоту необхідно тільки під тягою через лійку. При переливанні кислот, які димлять (концентрована азотна або соляна кислота) треба надягати проти-

газ або респіратор. При відсутності їх можна обмотати рот і ніс рушником, змоченим слабким розчином соди.

- Категорично забороняється затягувати ротом кислоти і луги через піпетку. Наповняти піпетки кислотами і лугами або їх розчинами треба тільки за допомогою гумової груші.
- При розбавленні кислот і лугів слід повільно, невеликими порціями при перемішуванні додавати кислоту і луги у воду, а не навпаки, оскільки при доливанні води до сульфатної кислоти через екзотермічний процес розбавлення суміші на поверхні сильно нагрівається, скипає, внаслідок чого розчин кислоти розбризкується. Розбавляти сульфатну кислоту, готувати суміші сульфатної і нітратної кислоти через виділення великої кількості теплоти можна тільки в жаростійкому тонкому скляному хімічному посуді або в фарфорових стаканах.
- Подрібнювати тверді луги (натрій гідроксид, калій гідроксид) слід в рукавицях і окулярах у витяжній шафі в фарфоровій ступці, закритій зверху рушником. Тверді луги не можна брати руками. Для цього можна використати фарфорову ложку або щипці.
- При розчиненні у воді лугів, як і при розчиненні кислот відбувається сильне розігрівання суміші, що може привести до розтріскування скляного хімічного посуду, особливо товстостінного, тому розчиняти тверді їдкі луги можна тільки в фарфоровому посуді.
- Відпрацьовані розчини лугів та кислот необхідно зливати тільки в спеціальні склянки з відповідною етикеткою, які знаходяться у витяжній шафі, під тягою. Категорично забороняється виливати розчини лугів та кислот в каналізацію без попередньої нейтралізації.
- Підлогу, яка залита кислотою, слід засипати піском. Потім його збирають і виносять з приміщення. Промивають підлогу розчином натрій гідрокарбонату (содою) (тобто проводять нейтралізацію) і в кінці промивають водою.

14. Запобіжні заходи при роботі з особливо небезпечними, токсичними, легкозаймистими і вогнебезпечними речовинами. Усі роботи слід проводити у витяжній шафі з максимально закритими дверцятами. Перед роботою необхідно перевірити ефективність дії витяжної шафи. Працювати треба в гумових рукавичках і захисних окулярах під наглядом викладача. При роботі з вогнебезпечними, легкозаймистими і вибухонебезпечними речовинами (прості та складні ефіри, спирти, ацетон, бензин, бензен, хлороформ, чотирьоххлористий вуглець, тетрагідрофуран) слід дотримуватись таких запобіжних заходів:

- Зберігати легкозаймісті рідини необхідно в товстостінному скляному посуді в окремому приміщенні, що віддалене від джерел тепла, у викладених вогнестійким матеріалом ящиках. Легкозаймісті рідини у скляній тарі повинні бути надійно закупорені, на ній повинен бути напис «Вогнебезпечні речовини».
- Забороняється зберігати на лабораторному столі посуд з вогнебезпечними, легкозаймістими і вибухонебезпечними рідинами.
- Не можна тримати легкозаймісті речовини біля вогню, ввімкнутих електроплиток або в теплому місці.
- Забороняється нагрівати легкозаймісті рідини у відкритому хімічному посуді на паяльниках або на електричних плитках. Легкозаймісті рідини нагрівають у колбах зі зворотним холодильником (водяним) на водяних банях, які попередньо нагріті віддали від місця роботи. Температуру водяної бані підтримують додаванням гарячої води. Колба, для перегонки, повинна бути герметично приєднана до холодильника.
- Забороняється досуха проводити перегонку органічних рідин, оскільки багато речовин (діетиловий етер, діоксан) при цьому утворюють вогнебезпечні пероксиди.
- Забороняється переганяти етер, який довгий час зберігали, без попередньої перевірки на присутність пероксидів, які є вибухонебезпечними.
- Перед тим, як розібрати прилад в якому знаходиться легкозайміста сполука, треба вимкнути всі нагрівальні прилади, розташовані поблизу.
- Слід пам'ятати, що пари етеру і сірководню «стеляться» по поверхні стола і можуть зайнятися на значній відстані від місця їх утворення.
- Щоб уникнути пожежі від випадково викинутого сірника, не можна виливати легкозаймісті речовини у раковину, відра та ящики для сміття.

15. Гасіння місцевої пожежі. *При виникненні пожежі треба негайно вимкнути всі газові пальники та електроприлади, а також забрати всі вогнебезпечні речовини, потім перекрити доступ повітря до вогню, для чого місце пожежі засипати піском, накрити ковдрою, зроблену з вовни або обробити вуглекислим газом з вогнегасника. Не слід заливати водою місце горіння натрію, калію або речовин, які змішуються з водою (бензин, етер), оскільки в багатьох випадках це може привести до розтікання полум'я і, відповідно, до розширення зони пожежі. Розчинні у воді вогнебезпечні речовини можна гасити водою.*

При загорянні органічної рідини в колбі необхідно перекрити доступ повітря в колбу, для чого закрити горловину колби керамічною плиткою, азбестовою сіткою, вовняною ковдрою.

При загоранні одягу не слід бігати по кімнаті, необхідно негайно накинути ковдру, вироблену з вовни, халат або піджак і щільно притиснути, щоб перекрити доступ повітря до одягу, який горить.

Перша допомога при нещасних випадках

У всіх нещасних випадках (глибокому порізі, отруєнні, опіках тощо) необхідно негайно звернутися до лікаря. За можливості потерпілому треба надати першу допомогу.

1. При порізах склом слід видалити уламки скла з рани, змазати уражене місце 3 % спиртовим розчином йоду і перев'язати бинтом, щоб припинити кровотечу.

2. При отруєнні шкідливими газами негайно припинити дослід і відкрити вікна та двері. Потерпілого винести на свіже повітря, розстебнути одяг, дати понюхати вату, змочену нашатирним спиртом. Коли потерпілий опритомніє, дати йому міцного чаю. При неглибокому отруєнні хлором або парою броду дати понюхати суміш етилового і нашатирного спиртів.

3. При отруєнні йодом потерпілому дати випити крохмаль з водою, молоко, міцний чай або розчин соди.

4. У разі отруєння лугами (ідким натром) необхідно випити молока або 2 % розчину оцтової або лимонної кислоти. Не давати блювотних засобів.

5. При отруєнні кислотами (соляною, сульфатною) дати потерпілому води з розтертою крейдою, попелом, 1 % розчин гідрокарбонату натрію, вапняну воду. Не давати блювотних засобів і не промивати шлунок.

6. При термічних опіках I ступеня (почервоніння, незначна припухлість) уражене місце протирають ваткою, змоченою етиловим спиртом або слабким 2 % розчином перманганату калію, таніну або маззювід опіків. При опіках II і III ступенів треба уражене місце закрити чистою тканиною, яку змочили в холодній воді.

7. Хімічні опіки.

Опіки кислотою. При потраплянні кислоти на шкіру уражене місце слід негайно обмити великою кількістю води, потім 3–5%-им розчином гідрокарбонату натрію і знову водою. При потраплянні кислот, кислотної пари чи газів в очі необхідно впродовж 3–5 хв. промивати їх проточною водою (18–22 °С). Потім промити 3–5%-им розчином гідрокарбонату натрію і знову водою. При потраплянні кислот, кислотної пари чи газів до ротової порожнини треба багаторазово промивати рот водою, а потім 3–5%-им розчином гідрокарбонату натрію.

Опіки лугами. При потраплянні лугу на шкіру уражене місце слід промити проточною водою, потім 3–5%-им розчином оцтової кислоти і знов водою. При

потраплянні лугу в очі треба промивати їх струменем води впродовж 3–5 хв., потім 2%-им розчином борної кислоти.

Опіки фенолом. Уражене місце багаторазово обробляють спиртом, потім на нього накладають компрес із вати або марлі, змочених гліцерином.

Опіки бромом. Змити бром великою кількістю води або спирту, а потім 10%-им розчином гідро- або гіпосульфату натрію.

III. МЕТОДИКИ ВИКОНАННЯ ПРАКТИЧНИХ РОБІТ

3.1 Правила оформлення практичних робіт

Після ознайомлення з теоретичними основами методу та правилами техніки безпеки виконання практичної роботи в робочий зошит записують методику експерименту, хімічні рівняння реакцій в молекулярному повному і скороченому іонному вигляді, всі отримані дані і спостереження, проведені розрахунки та результати статистичної обробки.

3.2 Опрацювання результатів хімічного аналізу

При проведенні експериментальних досліджень неодмінним супутником будь-яких вимірювань є, так звані, *похибки (помилки)*.

Найбільш поширені варіанти класифікації похибок є наступні:

1) *за способом обчислення* – *абсолютні* (наприклад, стандартне відхилення) і *відносні* (наприклад, відносне стандартне відхилення, процентна помилка) похибки;

2) залежно від *характеру причин*, які їх викликають – *випадкові, систематичні похибки та промахи*;

3) *за джерелами походження* – *інструментальні, реактивні, методичні, похибки пробовідбору* тощо (наприклад, індикаторна помилка, помилка співосадження тощо);

4) залежно від того, *завищують або занижують* результат вимірювання порівняно з дійсним або середнім значенням, їх можна підрозділити на *додатні та від'ємні*.

5) *за типом зв'язку* між похибкою і вимірюваною величиною розрізняють *постійні*, значення яких не залежить від самої вимірюваної величини, і *пропорційні похибки*, значення яких є пропорційні вимірюваній величині.

При виконанні експериментальної роботи, величину аналітичного сигналу кожного (*i*-того) зразка вимірюють декілька разів у ідентичних умовах, тобто є *n* паралельних вимірювань. Усі ці дані обробляють з використанням методу математичної статистики, за допомогою якої розраховують основні характеристики вибіркової сукупності за нижче наведеними формулами.

Середнє для вибірки з n результатів	$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$
Дисперсію, що характеризує розсіювання результатів відносно середнього	$V = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}$
Стандартне відхилення	$s = \sqrt{V} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$
Відносне стандартне відхилення	$S_r = \frac{s}{\bar{x}}$
Величину довірчого інтервалу	$x - x_{\text{з\ddot{o}}} = \pm \frac{t_{P,f} s}{\sqrt{n}}$

де $t_{P,f}$ – розподіл Стюдента; s – стандартне відхилення вимірюваної величини, яке розраховано для вибіркової сукупності з n значень ($f = n - 1$); P – довірча вірогідність (звичайно приймають рівної 0,95); $x_{\text{ист.}}$ – істинне значення величини, що визначається.

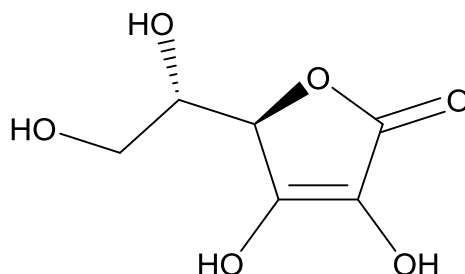
Значення f для різних довірчих інтервалів вірогідності

Довірча вірогідність	Число ступенів свободи									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0,90	6,31	2,92	2,35	2,13	2,02	1,94	1,90	1,86	1,83	1,81
0,95	12,7	4,30	3,18	2,78	2,57	2,45	2,37	2,31	2,26	2,23
0,99	63,6	9,93	5,84	4,60	4,03	3,71	3,50	3,36	3,25	3,17
0,999	636	31,6	12,9	8,61	6,86	5,96	5,41	5,04	4,78	4,59

Лабораторна робота № 1

КУЛОНОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ АСКОРБІНОВОЇ КИСЛОТИ В ЛІКАРСЬКІЙ РОСЛИННІЙ СИРОВИНІ

Препарат: аскорбінова кислота (Аскорбат, Е300, Вітамін С, Асковіт, Асвітол, Цитравіт, Е300, аскорбінка)



Систематична назва ІЮПАК:

(5R)-[(1S)-1,2-дигідроксиетил]-3,4-дигідроксифуран-2(5H)-он

Брутто-формула: $C_6H_8O_6$

Молярна маса: 176,12 г/моль.

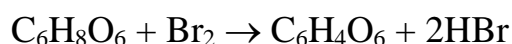
Константа дисоціації: $pK_a = 4,10$

Фармакологічні властивості (фармакодинаміка)

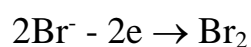
Аскорбінова кислота (вітамін С) має виражені відновлювальні властивості. Належить до групи водорозчинних вітамінів. Бере участь в окисно-відновних реакціях, регуляції вуглеводного обміну, впливає на обмін амінокислот ароматичного ряду, метаболізм тироксину, біосинтез катехоламінів, стероїдних гормонів та інсуліну, необхідна для згортання крові, синтезу колагену і проколагену, регенерації сполучної та кісткової тканини. Поліпшує проникність капілярів. Сприяє абсорбції заліза в кишечнику і бере участь у синтезі гемоглобіну. Підвищує неспецифічну резистентність організму, має антидотні властивості. Дефіцит вітаміну С у їжі призводить до розвитку гіпо- та авітамінозу С, оскільки в організмі цей вітамін не синтезується.

Вміст аскорбінової кислоти в лікарському препараті можна визначити методом кулонометричного титрування.

При кулонометричному титруванні аскорбінової кислоти



титрантом служить електрогенерований Br_2 , що отримується окисненням Br^- на платиновому аноді:



Силу струму під час реакції підтримують постійною. Кінцеву точку титрування визначають візуально за знебарвленням розчину (індикатор метиловий оранжевий)

Реактиви та обладнання

1. Установа для кулонометричного титрування: стабілізатор струму, комірка, Pt-електроди, магнітна мішалка
2. Секундомір
3. Таблетка препарату аскорбінової кислоти
4. Розчин KCl (5 %)
5. Розчин KBr (0,1 моль/л)
6. Розчин HCl (1:1)
7. Розчин індикатора метилового оранжевого
8. Мірна колба місткістю 200 мл
9. Піпетка місткістю 10 мл
10. Бюретка місткістю 25 мл

Хід визначення

Кулонометричне титрування проводять у комірці з розділеними анодним (робочим) і катодним просторами (рис. 1). У катодний простір поміщають (як фон) підкислений розчин 5 %-ного KCl.

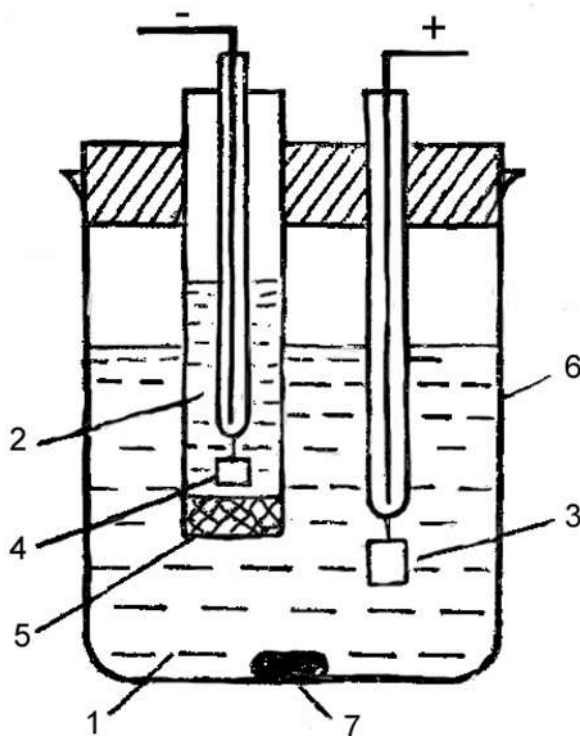


Рис. 1. Комірочка для кулонометричного титрування:

1 – анодний простір (досліджуваний розчин); 2 – катодний простір (фоновий електроліт); 3 – анод (+) робочий електрод, що генерує титрант; 4 – катод (-) допоміжний електрод; 5 – скляний фільтр; 6 – корпус комірочки; 7 – магнітна мішалка

В *анодний* простір поміщають досліджуваний (робочий) розчин аскорбінової кислоти, який готують з таблетки. Для цього таблетку препарату розчиняють у воді в мірній колбі на 200,00 мл і доводять об'єм розчину до мітки дис-

тильованою водою. У кулонометричну комірку переносять 10,00 мл цього розчину, додають до нього 10 мл 0,1 моль/л розчину бромиду калію і 2–3 краплі незворотного індикатора метилового оранжевого. Потім доводять дистильованою водою до рівня, необхідного для створення електричного контакту з простором допоміжного електрода (катода).

Після заповнення комірки розчином проводять з'єднання електродів зі стабілізатором струму, при цьому позитивно заряджений електрод (анод) приєднується до клеми (+), а катод – до клеми (-) на установці (рис. 2). Величину струму встановлюють за міліамперметром (6), яка дорівнює 70 мА. Включають магнітну мішалку (8), потім одночасно включають тумблер (4) в положення «комірка» і секундомір. У процесі роботи стежать за величиною струму і проводять її підлаштування до обраної величини ручками регулювання струму 7.

На початку титрування розчин забарвлений в рожевий колір (індикатор метиловий оранжевий), після закінчення реакції (коли кислота повністю прореагувала з бромом) весь анодний простір різко знебарвлюється в результаті взаємодії надлишкового бромиду з індикатором і руйнування останнього. Вимикають секундомір і фіксують час даного переходу ($t \approx 6-7$ хвилин). Електроліз припиняють, перемикаючи тумблер (4) в положення «установка 0».

Знаючи силу струму (I) і час електролізу (t), визначають концентрацію робочого розчину кислоти за формулою:

$$C(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) = \frac{I \cdot t \cdot 1000}{F \cdot V}$$

де $C(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6)$ – концентрація досліджуваного робочого розчину аскорбінової кислоти, моль/л;

I – сила струму, А;

t – час, с;

F – число Фарадея (96500), Кл/моль;

V – об'єм аліквоти досліджуваного розчину, поміщеного в електрохімічну комірку для титрування, мл.

Для визначення концентрації аскорбінової кислоти в вихідному розчині враховують розведення при приготуванні робочого розчину. Аналіз проводять 3–4 рази.

Масу аскорбінової кислоти, що міститься в таблетці препарату, розраховують за формулою:

$$m(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) = C(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) \cdot V_{\text{м.к.}} \cdot M_{\text{Е}}(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6), \text{ мг}$$

де $C(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6)$ – концентрація вихідного розчину аскорбінової кислоти, моль/л;

$V_{\text{м.к.}}$ – об'єм мірної колби з розчиненим препаратом, мл;

$M_{\text{Е}}(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) = 88,06$ – молярна маса еквіваленту аскорбінової кислоти, г/моль.

Лабораторна робота № 2

КУЛОНОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ СУМАРНОГО ВМІСТУ ОРГАНІЧНИХ СПОЛУК В ПЛОДАХ ШИПШИНИ ТА КИЗИЛУ

Плоди шипшини здавна застосовуються в народній медицині як полівітамінна сировина. Вони містять аскорбінову кислоту, вітаміни К, В₂, Р, органічні кислоти, каротиноїди, флавоноїди, катехіни, дубильні речовини. У зрілих плодах багато цукру, пектинових речовин і каротиноїдів. У насінні міститься жирна олія, багата на вітамін Е. Фармацевтична промисловість з плодів шипшини виготовляє «Сироп шипшини», «Холосас», «Каротолін», «Олія шипшини».

Фармакологічна дія плодів шипшини

Плоди шипшини чинять протицинготну, антисклеротичну, протизапальну, жовчогінну дію, активізують ферментні системи та окисно-відновні процеси в організмі, позитивно впливають на вуглеводний обмін, посилюють синтез гормонів і регенерацію тканин, стимулюють опірність організму до несприятливих факторів зовнішнього середовища, підвищують діурез. Їх використовують для профілактики та лікування при гіпо- й авітамінозах С і Р, при атеросклерозі, нефриті, гострих і хронічних захворюваннях печінки, кишечника, при виразковій хворобі, геморагічних діатезах, гемофілії, кровотечах (легеневих, маткових), при передозуванні антикоагулянтами, гіпертиреозі й недостатності надниркових залоз, травматичному шоку. Хороший терапевтичний ефект виявляють при пневмонії, бронхоектазах, бронхіальній астмі, захворюваннях очей. Плоди входять до складу вітамінних зборів, сиропу з плодів шипшини. Холосас (водний екстракт плодів Ш.) призначають при холециститі та гепатиті. З насіння шипшини виготовляють олію, яку використовують зовнішньо для загоєння ран, при тріщинах сосків, пролежнях, трофічних виразках гомілки, дерматозах, у стоматологічній практиці та у вигляді мікроклізм – при неспецифічному виразковому коліті.

Фармакологічна дія плодів кизилу. Плоди кизилу чинять антибактеріальну, жарознижувальну, тонізуючу, жовчогінну та в'язучу дію. Кизил зміцнює імунітет завдяки вітаміну С, нормалізує артеріальний тиск, покращує обмін речовин та стан шкіри, а також позитивно впливає на роботу нирок і шлунково-кишкового тракту.

Кизил ефективний проти шлунково-кишкових розладів та запалень, а також при захворюваннях порожнини рота та шкіри. Завдяки високому вмісту вітаміну С кизил зміцнює імунітет, захищаючи від вірусних та застудних захворювань. Він сприяє зміцненню стінок судин, покращує їх еластичність і допо-

магає нормалізувати кров'яний тиск. Ягоди кизилу мають м'яку сечогінну дію, що сприяє виведенню зайвої рідини та токсинів з організму. Пектин у складі кизилу прискорює обмін речовин, сприяє очищенню організму від шлаків і токсинів, а також допомагає при перетравленні їжі. Кизил корисний при шкірних захворюваннях, екземі та вугрових висипаннях, а також живить тканини шкіри.

Суть методу

У даній роботі пропонується визначати вміст органічних кислот у плодах шипшини методом кулонометричного титрування електрогенованими гідроксид-іонами з потенціометричною індикацією к. т. т. Електрогеновані гідроксид-іони утворюються на катоді при електролізі води за схемою: $2\text{H}_2\text{O} + 2e \rightarrow \text{H} \uparrow + 2\text{OH}^-$, які потім вступають у реакцію з речовиною, що визначається. За кількістю електрики, витраченої на титрування, розраховують масу або масову частку (%) речовини, що визначається. При цьому немає необхідності в попередній стандартизації титранту, а потенціометричне визначення к. т. т. виключає появу індикаторних помилок титрування.

Реактиви та обладнання

1. Сульфат калію (насичений розчин)
2. Скляний електрод
3. Хлорсрібний електрод
4. Іономір ЭВ-74
5. Мішалка
6. Водяна баня
7. Сита з діаметром 2 мм
8. Секундомір
9. Колба конічна місткістю 250 мл
10. Колба мірна місткістю 500 мл
11. Піпетка
12. Дистильована вода
13. Папір фільтрувальний
14. Терези лабораторні аналітичні

Хід визначення

Кулонометричне титрування проводять наступним чином. У кулонометричну комірку вносять фоновий електроліт, розбавлений водою у співвідношенні 1:3, занурюють генераторний та індикаторні електроди, мішалку. В анодну камеру вносять фоновий електроліт і занурюють допоміжний електрод. Камери з'єднують між собою електролітичним містком, заповненим фоновим

електролітом. Вмикають мішалку і фіксують рН фонового електроліту. Продовжуючи перемішування розчину, вмикають генераторний ланцюг і проводять попередній електроліз до рН₁. Вносять пробу аналізованого розчину (0,4–0,8 мл) і після встановлення постійного значення рН знову замикають ланцюг електролітичної комірки, одночасно вмикаючи секундомір, фіксують силу струму і проводять електроліз до значення рН₁. Вимикають струм генерації і секундомір.

Аналітичну пробу сировини подрібнюють до розміру частинок, що проходять крізь сито з отворами діаметром 2 мм. 25 г (точна наважка) подрібнених плодів шипшини поміщають в колбу місткістю 250 мл, заливають 200 мл води і витримують протягом 2 годин на киплячій водяній бані, потім охолоджують, кількісно переносять в мірну колбу місткістю 500 мл, об'єм вилучення доводять водою до позначки і перемішують. Аліквоту отриманого розчину вносять в комірку для кулонометричного титрування.

Вміст органічних кислот (%) у перерахунку на яблучну кислоту розраховують за формулою:

$$X = \frac{I \cdot t \cdot M \cdot 500 \cdot 100 \cdot 100}{n \cdot F \cdot a \cdot V \cdot (100 - W)},$$

де I – сила струму, А; t – час досягнення к. т. т., с; M – молярна маса яблучної кислоти, г/моль; n – число гідроксид-іонів, що беруть участь в реакції ($n = 2$); F – стала Фарадея 96485 Кл/моль, a – наважка подрібнених плодів шипшини, г, V – об'єм аліквоти, мл; W – втрата в масі при висушуванні, %.

Методика кількісного визначення органічних кислот у препаратах «Сироп шипшини» та «Холосас»: 2 – 2,5 г (точна наважка) холосасу або 4 – 4,5 г (точна наважка) сиропу розчиняють в невеликій кількості води, кількісно переносять в мірну колбу на 50 мл. 0,4 – 0,6 мл отриманого розчину вносять в комірку для кулонометричного титрування.

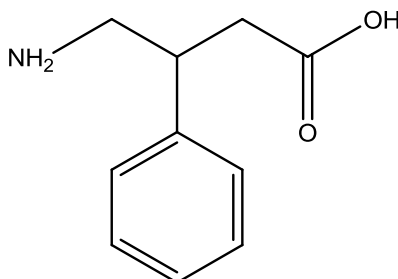
Вміст органічних кислот (%) у перерахунку на яблучну кислоту розраховують за формулою:

$$X = \frac{I \cdot t \cdot M \cdot 50 \cdot 100}{n \cdot F \cdot a \cdot V},$$

де I – сила струму, А; t – час досягнення кінцевої точки титрування, с; M – молярна маса яблучної кислоти, г/моль; n – число гідроксид-іонів, що беруть участь в реакції ($n = 2$); F – стала Фарадея 96485 Кл/моль, a – наважка холосасу або сиропу, г; V – об'єм аліквоти, взятий для титрування, мл.

Лабораторна робота № 3
АЛКАЛІМЕТРИЧНЕ КОНДУКТОМЕТРИЧНЕ
ТА ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ АКТИВНОЇ СПОЛУКИ
У ЛІКАРСЬКОМУ ПРЕПАРАТІ ФЕНІБУТ

Препарат: фенібут (активна речовина: амінофенілмасляна кислота).



Систематична назва ІЮПАК: (±)-4-аміно-3-фенілбутанова кислота

Брутто-формула: $C_{10}H_{13}NO_2$

Молярна маса: 179,22 г/моль.

Константа дисоціації: $pK_a = 4,05$

Фармакологічні властивості (фармакодинаміка)

Фенібут є похідною сполукою γ -аміномасляної кислоти та фенілетиламіну.

Домінуючою його дією є антигіпоксична та антиамнестична дія. Фенібут поліпшує пам'ять та увагу, сприяючи процесам навчання, підвищує фізичну та розумову працездатність. Психологічні показники (увага, пам'ять, швидкість і точність сенсорно-моторних реакцій) під впливом фенібуту покращуються. Встановлено, що фенібут збільшує енергетичний потенціал нейрона за рахунок покращення функцій мітохондрій.

Також фенібут має властивості транквілізатора: усуває психоемоційне напруження, тривожність, страх, емоційну лабільність, дратівливість, покращує сон, подовжує та посилює дію снодійних, наркотичних, нейролептичних і протисудомних засобів. Фенібут зв'язується в головному мозку винятково з рецепторами ГАМК- β , тому проявляє помірну заспокійливу дію, але не спричиняє небажаної седативної дії: сонливості, запаморочення, зниження уваги та працездатності. Препарат подовжує латентний період і скорочує тривалість і вираженість ністагму, має антиепілептичну дію. Не впливає на холіно- та адренорецептори.

Розрахунок витрати титранту:

Одна таблетка препарату містить 250 мг активної речовини. Розрахуємо, який теоретичний об'єм 0,1 М титранту буде потрібно для титрування.

Молярна маса амінофенілмасляної кислоти $M=179,22$ г/моль.

Кількість молів активної речовини:

$$v(\text{к-ти}) = m/M = 0,25 \text{ г} / 179,22 \text{ г/моль} = 1,4 \cdot 10^{-3} \text{ моль.}$$

1 моль амінофенілмасляної кислоти вступає у взаємодію з 1 молям лугу.

Об'єм 0,1 М лугу, необхідний для титрування $1,4 \cdot 10^{-3}$ моль речовини:

$$V(\text{NaOH}) = (1,4 \cdot 10^{-3} \text{ моль} / 0,1 \text{ моль/л}) \cdot 1000 \text{ мл} = 14,0 \text{ мл.}$$

Амінофенілмасляну кислоту масою 250 мг ($n = 1,4 \cdot 10^{-3}$ моль) розчиняємо у воді в мірній колбі на 100 мл. На титрування відбираємо 25 мл. Таким чином, кількість амінофенілмасляної кислоти в 25 мл розчину:

$$v(\text{к-ти}) = (0,25 \text{ г} \cdot 25 \text{ мл}) / 100 \text{ мл} = 0,35 \cdot 10^{-3} \text{ моль};$$

$$m(\text{к-ти}) = 0,35 \cdot 10^{-3} \text{ моль} \cdot 179,22 \text{ г/моль} = 6,27 \cdot 10^{-2} \text{ г.}$$

На 0,25 г кислоти витрачається 14,0 мл NaOH, тоді на $6,27 \cdot 10^{-2}$ г кислоти лугу знадобиться:

$$V(\text{NaOH}) = (6,27 \cdot 10^{-2} \text{ г} \cdot 14,0 \text{ мл}) / 0,25 \text{ г} = 3,51 \text{ мл.}$$

Таким чином, на титрування препарату має бути витрачено 3,51 мл 0,1 М розчину NaOH.

Підбір індикатора для титрування:

Індикатор повинен змінювати колір біля точки еквівалентності. Отже, для вибору індикатора необхідно розрахувати показник кислотності, характерний для точки еквівалентності:

$$\text{pH} = 7 + \frac{1}{2}\text{p}K_a + \frac{1}{2}\text{p}C_{\text{солі}}$$

Кількість моль солі, що утворюється в ході титрування, еквівалентна кількості моль кислоти $v = 0,35 \cdot 10^{-3}$ моль.

Концентрація солі, що утворюється в результаті взаємодії 25 мл розчину кислоти і 3,51 мл розчину лугу:

$$C_{\text{солі}} = (0,35 \cdot 10^{-3} \text{ моль}) / (25 \text{ мл} + 3,51 \text{ мл}) = 1,23 \cdot 10^{-5} \text{ моль/мл} = 1,23 \cdot 10^{-2} \text{ М.}$$

$$\text{p}C_{\text{солі}} = -\lg C_{\text{солі}} = -\lg(1,23 \cdot 10^{-2}) = 1,910$$

Таким чином, показник кислотності середовища, характерний для точки еквівалентності:

$$\text{pH} = 7 + \frac{1}{2}\text{p}K_a + \frac{1}{2}\text{p}C_{\text{солі}} = 7 + \frac{1}{2} \cdot 4,05 + \frac{1}{2} \cdot 1,91 = 9,98$$

Інтервал переходу забарвлення фенолфталеїну (8,2 – 10,0) знаходиться поблизу отриманого значення. Індикатор змінює колір з безбарвного (8,2) на малиновий (10,0).

Реактиви та обладнання

1. 0,1 М NaOH
2. Індикатор фенолфталеїн
3. Вода дистильована

4. Фарфорова чашка та товкачик
5. Стакани хімічні місткістю 50 мл
6. Колба мірна місткістю 100 мл
7. Колба конічна місткістю 200 мл
8. Піпетки вимірювальні місткістю 25 мл
9. Бюретка місткістю 25 мл
10. Кондуктометр
11. рН-метр

Хід визначення

1. Підготовка лікарського препарату до аналізу

За допомогою порцелянової чашки і товкачика подрібнюють 1 таблетку препарату, що містить 250 мг активної речовини. Наважку переносять в склянку ємністю 50 мл і розчиняють в дистильованій воді, потім переносять розчин в мірну колбу на 100 мл і доводять до позначки.

2. Кислотно-основне титрування

1) Беруть пробу 25 мл отриманого розчину, переносять в конічну колбу і додають 3 краплі фенолфталеїну.

2) Заповнюють бюретку на 25 мл приготованим розчином NaOH, довівши рівень розчину до нульової позначки по нижньому меніску.

3) У склянку опускають скляний та хлоридсрібляний електроди і вимірюють початкове рН.

4) Потім додають по 0,5 мл розчину титранту і кожен раз знімають показання рН-метра. Отримані дані заносять в таблицю.

V_{NaOH} , мл	рН

Паралельно фіксують точку переходу безбарвного забарвлення розчину в рожеве.

3. Кондуктометричне титрування

1) Беруть пробу розчину 25 мл, переносять в склянку ємністю 50 мл.

2) У склянку опускають електрод кондуктометра і вимірюють початкову електропровідність розчину.

3) Потім додають по 0,5 мл розчину титранту і кожен раз знімають показання кондуктометра. Отримані дані заносять в таблицю.

V_{NaOH} , мл	Електропровідність, мкСм/см

На основі отриманих даних будують криві рН- та кондукто-метричного титрування і визначають точку еквівалентності. Порівнюють отримані дані між собою.

Розраховують вміст фенібуту за формулою:

$$m = C_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot M \cdot V_{\text{ал}} / V_{\text{м.к.}},$$

де C_{NaOH} – концентрація NaOH (моль/л);

V_{NaOH} – об'єм NaOH (мл), що пішов на титрування;

M – молярна маса фенібуту (моль/л);

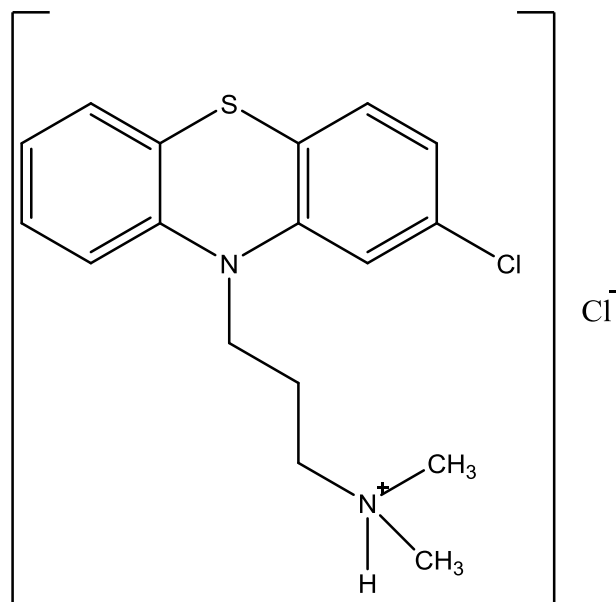
$V_{\text{ал}}$ – об'єм аліквоти аналізованого розчину;

$V_{\text{м.к.}}$ – об'єм мірної колби.

Лабораторна робота № 4

АЛКАЛІМЕТРИЧНЕ рН-МЕТРИЧНЕ ТА КОНДУКТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ХЛОРПРОМАЗИНУ В СУБСТАНЦІЇ

Препарат: хлорпромазин гідрохлорид (торгові назви «Аміназин», «Thorazine», «Largactil», «Megaphen»)



Систематична назва ІЮПАК:

3-(2-хлор-10Н-фенотіазин-10-іл)-N,N-диметилпропан-1-амін гідрохлорид

Брутто-формула: $C_{17}H_{19}ClN_2S$

Молярна маса: 318,86 г/моль.

Константа дисоціації: $pK_a = 9,30$

Фармакологічні властивості (фармакодинаміка)

Хлорпромазин є похідною фенотіазину з аліфатичною структурою.

Антипсихотичний, нейролептичний, седативний, міорелаксуючий, протиблювальний засіб, виявляє блокуючу дію на дофамінергічні та адренергічні рецептори; особливістю є сполучення антипсихотичної дії з впливом на емоційну сферу; механізм антипсихотичної дії зумовлений блокуванням постсинаптичних дофамінергічних рецепторів у мезолімбічних структурах головного мозку; послаблюються або усуваються марення і галюцинації, купірується психомоторне збудження, зменшуються афективні реакції, тривожність, занепокоєння, знижується рухова активність; внаслідок блокади дофамінергічних рецепторів збільшується секреція гіпофізом пролактину; блокуючи α -адренорецептори, виявляє виражений седативний ефект; наявність сильної седативної дії є головною особливістю хлорпромазину у порівнянні з іншими нейролептиками; загальний заспокійливий ефект поєднується з пригніченням умовнорефлекторної

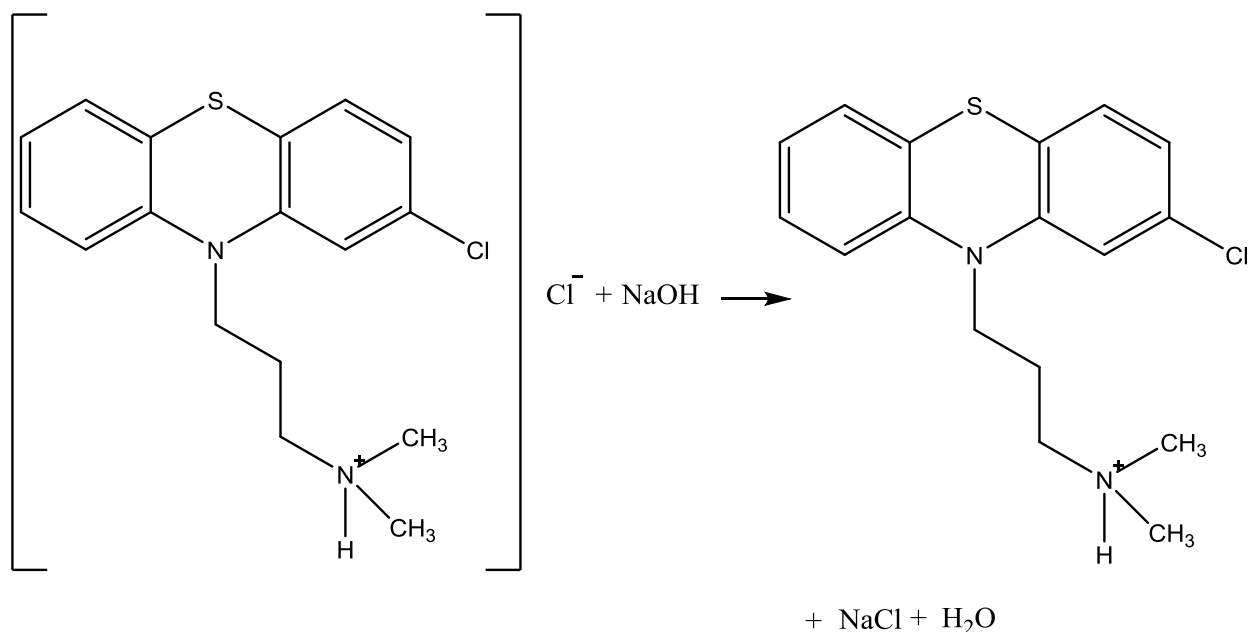
діяльності і рухово-захисних рефлексів, зменшенням спонтанної рухової активності, розслабленням скелетної мускулатури, зниженням реактивності до ендогенних і екзогенних стимулів при збереженні свідомості; виявляє виражений центральний та периферичний протиблювальний ефект; центральний ефект обумовлений пригніченням або блокадою дофамінових D2-рецепторів у хеморецепторній тригерній зоні мозочка, периферичний – блокадою блукаючого нерва в ШКТ; протиблювальний ефект підсилюється завдяки антихолінергічним, седативним та антигістамінним властивостям; антихолінергічний ефект обумовлений конкурентною блокадою М- холінорецепторів; анксиолітичний, седативний та анальгезуючий – ослабленням збудження в ретикулярній формації стовбура мозку; помірно знижує вираженість запальної реакції, зменшує проникність судин, знижує активність кінінів і гіалуронідази, виявляє слабку антигістамінну дію; зменшує систолічний та діастолічний АТ, викликає тахікардію; має виражені каталептогенні властивості, пригнічує вивільнення гормонів гіпоталамуса і гіпофіза, виявляє слабку або помірну екстрапірамідну дію, проявляє гіпотермічну дію.

Реактиви та обладнання

1. 0,1 М НСІ
2. 0,1 М NaOH
3. Етанол
4. Хлорпромазину гідрохлорид
5. Колби конічні місткістю
6. Терези лабораторні аналітичні
7. Штативи лабораторні
8. Бюретки місткістю 25 мл
9. Піпетки вимірювальні місткістю 5 мл
10. рН-метр
11. Кондуктометр

Хід визначення

При визначенні хлорпромазину гідрохлориду в субстанції наважку речовини розчиняють у суміші 5,0 мл 0,1 М НСІ і 50 мл етилового спирту і титрують 0,1 М NaOH.



У склянку опускають скляний та хлоридсрібляний електроди та електрод кондуктометру і вимірюють початкові значення рН та питомої електропровідності. Потім додають по 0,5 мл розчину титранту і кожен раз знімають показання рН- та кондуктометра. Отримані дані заносять в таблицю.

V_{NaOH} , мл	рН	Електропровідність, мкСм/см

На основі отриманих даних будують інтегральну та диференційну рН-метричні криві та кондуктометричні криві. Визначають точки стехіометричності. Для розрахунків беруть об'єм титранту між 1-ю і 2-ю точками перегину інтегральної рН-метричної кривої титрування.

Розраховують вміст хлорпромазину гідрохлориду за формулою:

$$m = C_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot M \cdot V_{\text{ал}} / V_{\text{м.к.}}$$

де C_{NaOH} – концентрація NaOH (моль/л);

V_{NaOH} – об'єм NaOH (мл), що пішов на титрування;

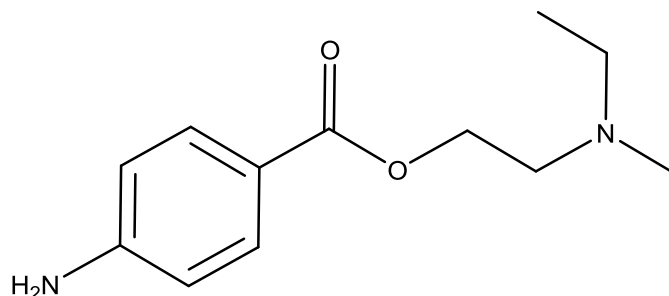
M – молярна маса хлорпромазину гідрохлориду (моль/л);

$V_{\text{ал}}$ – об'єм аликвоти аналізованого розчину

$V_{\text{м.к.}}$ – об'єм мірної колби

Лабораторна робота № 5
ВИЗНАЧЕННЯ НОВОКАЇНУ В ПРЕПАРАТІ МЕТОДОМ
НІТРИТОМЕТРИЧНОГО РЕДОКСМЕТРИЧНОГО ТИТРУВАННЯ

Препарат: новокаїн (прокаїн).



Систематична назва ІЮПАК: 2-(діетиламіно)етил-4-амінобензоат

Брутто-формула: $C_{13}H_{20}N_2O_2$

Молярна маса: 236,31 г/моль.

Константа дисоціації: $pK_a = 8,90$

Фармакологічні властивості (фармакодинаміка)

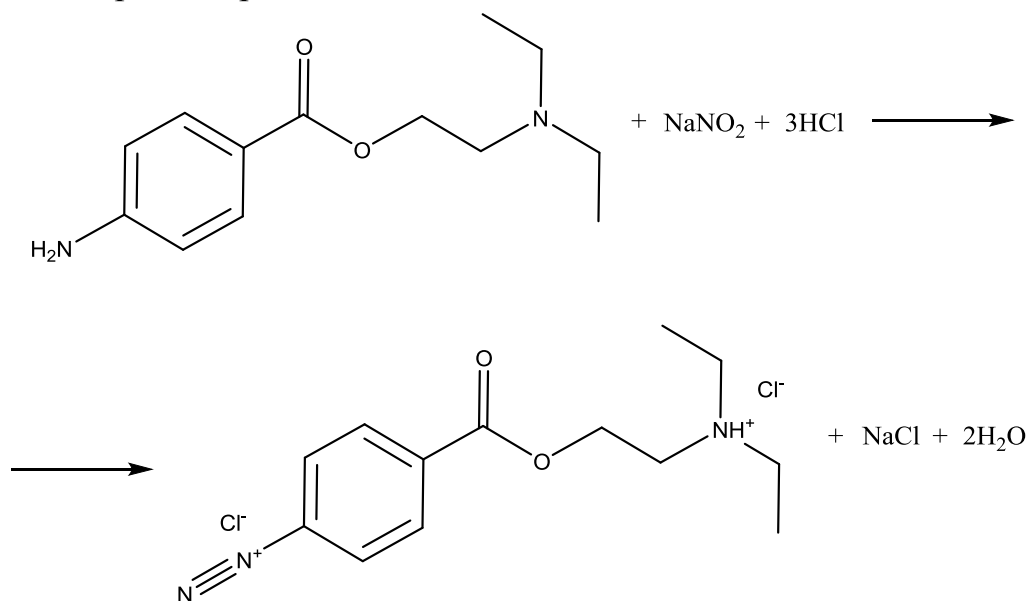
Місцевий анестезуючий засіб з помірною анестезуючою активністю та великою широтою терапевтичної дії. Будучи слабкою основою, блокує Na^+ -канали і перешкоджає генерації імпульсів у закінченнях чутливих нервів та проведенню імпульсів з нервових волокон. Змінює потенціал дії у мембранах нервових клітин без вираженого впливу на потенціал спокою. Пригнічує проведення як больових, так й імпульсів іншої модальності. При всмоктуванні та безпосередньому судинному введенні в потік крові знижує збудливість периферичних холінергічних систем, зменшує утворення та вивільнення ацетилхоліну з прегангліонарних закінчень (має деяку гангліоблокуючу дію), усуває спазм гладкої мускулатури, зменшує збудження. При внутрішньовенному введенні має анагетичну, протишокову, гіпотензивну та антиаритмічну дію (збільшує ефективний рефрактерний період, знижує збудливість, автоматизм та провідність), у великих дозах може порушувати нервово-м'язову провідність. Усуває низхідні гальмівні впливи ретикулярної формації стовбура мозку. Пригнічує полісинаптичні рефлекси. У великих дозах може викликати судоми. Має коротку анестезуючу активність (тривалість інфільтраційної анестезії становить 0,5–1,0 год). При внутрішньом'язовому введенні ефективний у пацієнтів похилого віку на ранніх стадіях захворювань, пов'язаних з функціональними порушеннями центральної нервової системи (артеріальна гіпертензія, спазми коронарних судин і судин мозку та ін.).

Суть методу

Новокаїн можна визначити нітритометрично – титруванням розчином нітриту натрію в кислому середовищі, фіксуючи кінець титрування потенціометрично.

Нітритометричне титрування – фармакопейний метод, широко застосовується в аналізі багатьох фармацевтичних препаратів, таких як анестезин, дикаїн, новокаїн, норсульфазол, парацетамол, стрептоцид, уротропін тощо.

При титруванні солянокислого розчину новокаїну стандартним розчином нітриту натрію в присутності КВг (прискорює перебіг реакції) при температурі не вище 18-20 °С (при більш високій температурі розкладається продукт реакції) кількісно протікає реакція:



Реактиви та обладнання

1. Установка для потенціометричного титрування
2. Індикаторний електрод – платиновий
3. Електрод порівняння – хлоридсрібний
4. Бюретка ємністю 25 мл
5. Піпетка ємністю 20 мл
6. Аналізований солянокислий розчин новокаїну ~0,05 М
7. Розчин соляної кислоти 1 М
8. Стандартний розчин 0,1000 М NaNO₂
9. Кристалічний КВг

Хід визначення

Аналізований солянокислий розчин новокаїну отримують наступним чином: зразок препарату масою 0,001 моль (точна наважка) розчиняють у суміші 10,00 мл води та 10,00 мл розведеної соляної кислоти.

Потім солянокислий розчин новокаїну вносять піпеткою (20,00 мл) в комірку для титрування, додають циліндром 60 мл дистильованої води і 2 г броміду калію. Бюретку заповнюють стандартним розчином NaNO_2 . Занурюють електроди в розчин, вмикають магнітну мішалку і дають встановитися потенціалу системи. Вимірювання потенціалу розчину проводять дискретно при вимкненій мішалці. Перше титрування є орієнтовним (грубим), тому титрант додають порціями по 0,5 мл або 1,0 мл, записуючи значення показань приладу після введення кожної порції. Грубе титрування проводиться для визначення меж стрибка титрування по різкій зміні потенціалу системи. Після цього додають ще 2–3 порції титранту і закінчують титрування. Розчин титранту NaNO_2 на початку титрування додають зі швидкістю 2 мл на хвилину, а в кінці титрування – зі швидкістю 0,05 мл на хвилину при безперервному помішуванні.

За отриманими при орієнтовному титруванні даними будують інтегральну та диференційні криві потенціометричного титрування в координатах $E(\text{мВ}) - V(\text{мл})$ та $dE/dV(\text{мВ/мл}) - V(\text{мл})$.

Побудована крива потенціометричного титрування несиметрична, що ускладнює точне визначення закінчення титрування. Скориставшись методом дотичних, знаходять по кривій об'єм доданого в точці стехіометричності титранту. Однак точність цієї величини може викликати сумнів внаслідок деякої невизначеності в проведенні дотичних до несиметричної кривої титрування.

Далі приступають до точного титрування. Для цього до другої порції розчину новокаїну титрант NaNO_2 додають по 1,0 мл до об'єму, на 1,0 мл меншого, ніж це відповідає об'єму титранту в кінцевій точці титрування при проведенні орієнтовного титрування. Потім титрант продовжують додавати по 0,05–0,1 мл дуже повільно при безперервному помішуванні. Після додавання кожної порції титранту дають встановитися показанням приладу. Після досягнення стрибка титрування продовжують до тих пір, поки подальша зміна потенціалу буде незначною.

Результати вимірювань записують у таблицю за формою:

$V(\text{NaNO}_2)$, мл	E , мВ	$\Delta E/\Delta V$	$\Delta^2 E/\Delta V^2$

На основі отриманих даних будують інтегральну та диференціальну криві титрування, за якими визначають об'єм титранту, що відповідає к. т. т.

Вміст новокаїну $\text{C}_{13}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2$ у пробі розраховують за формулою:

$$m(\text{C}_{13}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2) = C(\text{NaNO}_2) \cdot V(\text{NaNO}_2) \cdot M(\text{C}_{13}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2), \quad \text{мг}$$

де $C(\text{NaNO}_2)$ – концентрація розчину титранту, моль/л;

$V(\text{NaNO}_2)$ – об'єм титранту, який відповідає к. т. т., мл;

$M(\text{C}_{13}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2) = 236,31$ – молярна маса новокаїну, г/моль.

Лабораторна робота 6

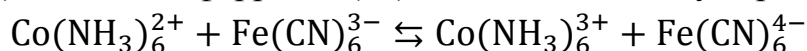
РЕДОКСМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ІОНІВ КОБАЛЬТУ(II) В РОЗЧИНІ

Фармакологічні властивості (фармакодинаміка)

Кобальт в організмі людини бере участь у кровотворенні (стимулює вироблення еритроцитів), підтримці функціонування нервової системи (синтез мелатоніну), регулюванні обміну речовин (входить до складу ферментів), а також у стимулюванні процесів регенерації та імунітету. Кобальт є центральним компонентом вітаміну В₁₂, без якого неможливий синтез білків та нуклеїнових кислот.

Суть роботи

Визначення кобальту(II) методом окислювально-відновного потенціометричного титрування засноване на реакції окислення аміачних комплексних іонів кобальту(II) гексаціаноферратом(III) калію в аміачному середовищі:



Аміачний комплекс кобальту(III) має яскраво-вишневе забарвлення, інтенсивність якого зростає в міру наближення до точки еквівалентності. Тому дана робота є характерним прикладом, що показує переваги потенціометричної індикації кінцевої точки титрування в порівнянні з використанням індикаторів. Точку еквівалентності знаходять за різкою зміною потенціалу від однієї краплі розчину титранту.

Реактиви та обладнання

1. Вольтметр
2. Платиновий індикаторний електрод
3. Хлоридсрібний електрод порівняння
4. Сульфат кобальту(II), 0,05 н розчин
5. Гексаціаноферрат(III) калію, 0,05 н розчин
6. Аміачний буферний розчин з рН 10.

Хід визначення

1. Встановлення точної концентрації розчину кобальту(II)

Поміщають у склянку для титрування 5,0 см³ розчину солі кобальту (II), 25 см³ аміачного буферного розчину з рН 10, доводять об'єм розчину до 60–100 см³ дистильованою водою. У розчин опускають електроди і при постійному перемішуванні (за допомогою магнітної мішалки) вимірюють ЕДС після додавання чергової порції розчину. Якщо зміна потенціалу між сусідніми точками тит-

рування менше 10 мВ, то додавання розчину титранту можна вести по 1,0 см³. Коли різниця у значеннях потенціалу між сусідніми визначеннями стане більше 10 мВ, то розчин гексаціаноферрату(III) калію додають порціями по 0,5 см³. Після того як зазначена різниця потенціалів перевищить 20 мВ, розчин гексаціаноферрату(III) калію додають порціями по 0,1 см³.

Після досягнення точки еквівалентності (різкий стрибок потенціалу від однієї краплі титранту) додавання розчину гексаціаноферрату(III) калію продовжують по 0,1 см³ і більше, враховуючи різницю між сусідніми величинами потенціалів.

За отриманими даними будують інтегральну і диференціальну криві потенціометричного титрування розраховують точну концентрацію розчину кобальту (II).

2. Визначення вмісту кобальту(II) в контрольній задачі

Визначення вмісту кобальту(II) в контрольній задачі проводять за тією ж методикою. Вміст кобальту (m_{Co}) в грамах обчислюють за формулою

$$m_{Co} = \frac{(C_n \cdot V)_{K_3[Fe(CN)_6]} \cdot M_{E(Co)}}{1000}$$

де C_n та V – молярна концентрація еквіваленту і об'єм титранту в точці стехіометичності, моль/л, мл відповідно; $M_{E(Co)}$ – молярна маса еквівалента кобальту, г/моль.

Форма запису результатів титрування:

$V_{K_3Fe(CN)_6}$, мл	E, мВ	ΔV , мл	ΔE , мВ	$\Delta E/\Delta V$, мВ/мл

У звіті наводять інтегральні та диференціальні криві титрування, точну концентрацію розчину кобальту(II), масу кобальту(II) у контрольному завданні та відносну похибку визначення.

Лабораторна робота № 7
ВИЗНАЧЕННЯ ФТОРИДІВ МЕТОДОМ ПРЯМОЇ
ПОТЕНЦІОМЕТРІЇ З ВИКОРИСТАННЯМ LaF₃-ЕЛЕКТРОДУ

Фармакологічна дія фторидів спрямована на зміцнення зубної емалі, підвищення її стійкості до кислот та запобігання розвитку карієсу. Вони стимулюють ремінералізацію емалі (відновлення мінерального складу), уповільнюють процес декальцифікації бактеріями та чинять бактерицидну дію на мікроорганізми, що спричиняють карієс. Фториди також сприяють дозріванню емалі у дітей і можуть покращувати міцність кісток.

Визначення фторид-іона дуже важливе при аналізі питної води, де його середній вміст складає $1 \text{ мг} \cdot \text{л}^{-1}$. Контроль вмісту фториду з успіхом можна здійснити за допомогою фторидселективного електрода.

Фторидний електрод має форму циліндра і складається з корпусу, іоноселективної мембрани і внутрішнього хлоридсрібного електрода. Мембраною служить тонка дискова пластина (товщиною 2 мм) монокристалу трифториду лантану з добавкою солей європію для збільшення електропровідності. Внутрішній простір електрода заповнений $10^{-1} \text{ моль} \cdot \text{л}^{-1}$ розчином NaF та NaCl, в який занурений електролітичний ключ контактного хлоридсрібного електрода. Електрод виявляє електродну функцію відносно фториду в широких межах активності ($10^{-7} - 1 \text{ моль} \cdot \text{л}^{-1}$) з високим ступенем селективності.

Селективність по відношенню до фториду у мембрані настільки значна, що навіть 1000-кратний надлишок іонів галогенів, а також сульфат-, нітрат-, фосфат-, борат-, гідрокарбонат- іонів не впливає на роботу електрода. Проте, різні іони можуть впливати на величину електродного потенціалу внаслідок зміни рН, іонної сили розчину або утворення комплексних фторидних сполук (наприклад алюміній(III), ферум(III), хром(III)) та важкорозчинних солей (кальцій(II)).

У кислому середовищі визначення проводити не можна внаслідок утворення малодисоційованої HF. В лужному середовищі на поверхні електрода утворюється шар гідроксиду лантану, розчинність якого подібна до розчинності LaF₃. Коефіцієнт селективності по відношенню до OH⁻ становить приблизно 0,1.

Визначення фториду можливе в присутності обмежених кількостей силікат-іону (до $5 \text{ мг} \cdot \text{л}^{-1}$). Механізм заважаючого впливу силікату точно не встановлено, але відхилення градувального графіка при додаванні значних кількостей силіцію у бік більш від'ємних значень потенціалів свідчить про те, що причиною відхилень не є утворення комплексу. Можливо, тут відіграють роль адсорбційні процеси на поверхні електрода. Вплив заважаючих іонів і кислотності середовища усувається з допомогою буферного ацетатно-цитратного розчину.

Реактиви та обладнання

1. Стандартний розчин NaF, 10^{-1} моль-екв·л⁻¹
2. Розчин KNO₃, 1 моль·л⁻¹
3. Розчин HNO₃, конц.
4. Розчин KOH, конц.
5. Буферний ацетатно-цитратний розчин, 0,15 моль/л CH₃COOH, моль/л CH₃COONa, 0,014 моль/л NaH₂Cit, $8 \cdot 10^{-5}$ моль/л комплексон III, pH=5,0 ± 0,5
6. Фторидселективний електрод ОР-F-7113Д або ЭФ-VI
7. Скляний pH-чутливий електрод

Хід визначення

Підключити індикаторні електроди та електрод порівняння до відповідних гнізд іонміра. Підготувати прилад до роботи, згідно з інструкцією.

Для дослідження впливу pH розчину на фторидну функцію мембранного електрода в інтервалі pH 1–10 в стакан ємністю 50 мл вміщують 1 мл стандартного розчину NaF, 3 мл розчину KNO₃ та 5 мл дистильованої води. Розчин ретельно перемішують, занурюють індикаторні фторидселективний і pH-чутливий та насичений хлоридсрібний електрод порівняння. Натискають кнопку «изм1/изм2» на передній панелі pH-метра та вимірюють ЕРС ланцюга 1 (з фторидселективним індикаторним електродом), після цього віджимають кнопку «вим1/вим2» та вимірюють ЕРС ланцюга 2 (з pH-чутливим індикаторним електродом). Додають 1–2 краплини азотної кислоти, перемішують та визначають ЕРС ланцюгів 1 та 2. Операцію повторити 4 рази. Аналогічно досліджують вплив луку на сигнал фторидселективного індикаторного електрода. Отримані дані заносять в таблицю:

<i>pH</i>	<i>ЕРС ланцюга 1, мВ</i>

За результатами будують графік залежності ЕРС ланцюга 1 (з фторидселективним електродом) від pH розчину та роблять висновок про область pH можливого застосування іонселективного електрода.

Для побудови градуовального графіка шляхом розбавлення стандартного готують розчини NaF з концентраціями: $2,0 \cdot 10^{-2}$, $2,0 \cdot 10^{-3}$, $2,0 \cdot 10^{-4}$, $2,0 \cdot 10^{-5}$ моль/л.

Змішують приготовані розчини з рівним об'ємом ацетатно-цитратного буферного розчину, вимірюють ЕРС ланцюга 1 в кожному. Результати

представляють у вигляді таблиці та градууювального графіка в координатах EPC , мВ – pC_{F^-}

Вихідні дані для побудови градууювального графіка

№ розчину	$V_{ст.р-ну}$, мл	C_{F^-} *, моль/л	pC_{F^-}	EPC , мВ

* – з урахуванням розбавлення розчину внаслідок додавання буферного розчину.

Визначення вмісту фториду в об'єктах. Підготовка зразка до аналізу.

Питну та природну води, вина аналізують без попередньої підготовки, розбавляючи пробу у співвідношенні 1:1 буферним ацетатно-цитратним розчином.

Шипучі напої. Пробу нагрівають на піщаній бані і кип'ятять протягом кількох хвилин для видалення вуглецевого газу та після охолодження змішують з розчином електроліта (у співвідношенні 1:1).

Зубна паста. Наважку зразка (0,1 г зважують на аналітичних терезах) змішують з буферним розчином (15 мл), кип'ятять протягом 2 хв, охолоджують, переносять в мірну колбу на 25 мл та розбавляють до мітки водою.

В підготованій до аналізу пробі вимірюють EPC ланцюга 1 та за градууювальним графіком визначають pC_{F^-} та концентрацію фториду в розчині:

$$C = 10 - pC_{F^-} .$$

Вміст фторид-іона в досліджуваному зразку розраховують за формулами:

$$\text{в рідких зразках (мг·мл}^{-1}\text{)} \quad g = \frac{C \cdot M_{F^-} \cdot V_{розчину}}{V_{проби}},$$

$$\text{в зубній пасті (мг·г}^{-1}\text{)} \quad g = \frac{C \cdot M_{F^-} \cdot V_{заг}}{m},$$

де M_{F^-} – молярна маса фториду, моль; $V_{заг}$ – об'єм витяжки зубної пасти, мл; m – маса наважки зубної пасти, г, $V_{розчину}$ – об'єм розчину в електролітичній комірці, мл; $V_{проби}$ – об'єм проби рідкого зразка, мл.

Дослід повторюють ще двічі та статистично обробляють отримані результати.

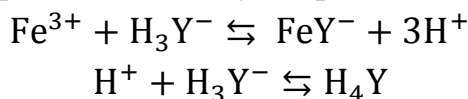
Лабораторна робота 8

ВИЗНАЧЕННЯ ІОНІВ ЗАЛІЗА(III) В РОЗЧИНІ МЕТОДОМ ВИСОКОЧАСТОТНОГО ТИТРУВАННЯ

Фармакологічна дія заліза спрямована на лікування залізодефіцитних станів шляхом поповнення запасів заліза в організмі. Основна дія полягає в тому, що залізо є життєво важливим для синтезу гемоглобіну, який транспортує кисень до тканин, а також для утворення міоглобіну (для роботи м'язів) та ферментів, що беруть участь у клітинному диханні та детоксикації.

Суть роботи

Іони заліза(III) при рН 2–3 утворюють стійкі комплексні сполуки з комплексоном III (Трилоном Б) і можуть бути визначені методом високочастотного титрування. При цьому протікають наступні реакції:



На кривій титрування спостерігається два злами: перший відповідає кількісному зв'язуванню іонів заліза(III) комплексоном III, другий вказує на завершення кислотно-основної взаємодії.

Реактиви та обладнання

1. Високочастотний титратор ТВ–6ЛП
2. Комплексон III, 0,1 моль/дм³ розчин
3. Сірчана кислота, 1 моль/дм³ розчин
4. Сульфат заліза (III), 0,1 моль/дм³ розчин

Хід визначення

До аналізованого розчину в мірній колбі додають 20 см³ 1 моль/дм³ розчину сірчаної кислоти, до позначки доливають дистильовану воду і ретельно перемішують. У склянку для титрування відбирають аліквотну частину 5,0 см³ приготованого розчину, доливають дистильовану воду на 3–5 мм вище верхнього електрода і при постійному перемішуванні титрують розчином комплексоу III, доливаючи його порціями по 0,1 см³, реєструючи показання приладу.

Форма запису результатів титрування:

$V_{\text{ГрБ}}$, мл	E , мВ	ΔV , мл	ΔE , мВ	$\Delta E/\Delta V$, мВ/мл

Будують інтегральну та диференційну криві титрування. За першим зломом на кривій визначають об'єм титранту, витраченого на титрування іонів за-

ліза(III). За формулами титриметричного аналізу розраховують вміст заліза у контрольному завданні та відносну похибку визначення:

$$m_{Fe} = \frac{(C_n \cdot V)_{\text{ТрБ}} \cdot M_{E(Fe)}}{1000}$$

де C_n та V – молярна концентрація еквівалента і об'єм титранту в точці стехіометичності, моль/л, мл відповідно; $M_{E(Fe)}$ — молярна маса еквівалента кобальту, г/моль.

Рекомендована література

Основна

1. Тимошук О. С., Тимошук С. В., Врублевська Т. Я., Пацай І. О. *Основи електроаналітичної хімії*. Львів.: Видавн. центр ЛНУ ім. І. Франка, 2018. 436 с.
2. Смик Н. І. *Електрохімічні методи аналізу. Задачі та запитання для самостійної підготовки*. Навч посібник К.: ВПЦ Київський університет. 2020. 176 с.
3. Mabbott G. A. *Electroanalytical Chemistry: Principles, Best Practices, and Case Studies*. Wiley, 2020. 333 p.
4. Холявко В. В., Владимирський І. А., Жабинська О. О. *Фізичні властивості та методи дослідження матеріалів: навч. посібник*. К.: ЦУЛ, 2016. 156 с.
5. Каплаушенко А. Г., Самелюк Ю. Г., Фролова Ю. С. *Електродні процеси та їх застосування у фармації : навчальний посібник для студентів спеціальності «Фармація, промислова фармація. Запоріжжя: ЗДМФУ, 2023. 76 с.*
6. Kumar R., Salwan S., Kumar P., Bansal N., Kumar B. *Electroanalysis Advances in Pharmaceutical Sciences: Applications and Challenges Ahead*. Anal. 2025. Vol. 6, N 2. An 12. DOI: 10.3390/analytica6020012
7. Qureshia A., Shah A., Iftikhar F .J., A. Haleem, Ziac M. A. *Electrochemical analysis of anticancer and antibiotic drugs in water and biological specimens*. RSC Adv. 2024. Vol. 14. P. 36633-36655. DOI: 10.1039/D4RA05685J
8. Konam K., Sriram N., Pulugam N., Keesara B. *Recent Developments in Electrochemical Methods for Pharmaceutical Analysis: A Comprehensive Review*. Intercontinental J. Pharm. Invest. Res. 2023. Vol. 10, N 4. P. 1–6. DOI: 10.61096/icjpir.v10.iss4.2023.1-6
9. Akash M. S. H., Rehman K. *Essentials of Pharmaceutical Analysis*. Springer, Singapore, 2025. 929 p. DOI: 10.1007/978-981-96-5996-8
10. Brooks M. A., Tsai E. W. *Electrochemistry in Pharmaceutical Analysis*. in Book: Laboratory Techniques in Electroanalytical Chemistry, Revised and Expanded. CRS Press, 2018. P. 769-812.

Додаткова

1. Кичкирук О. Ю., Шляніна А. В., Кусяк Н.В. *Аналітична хімія: навчальний посібник*. Житомир : ЖДУ імені Івана Франка, ПП «Євро-Волинь», 2022. 240 с.
2. Іщенко М. В. *Забезпечення і контроль якості аналізу*. Навчальний посібник для студентів хімічного факультету. Київ, 2023. 73 с.

3. Зуй М. Ф. *Аналітична хімія еко- та біотоксикантів*. Навчальний посібник. Київ, 2022. 97 с.
4. Зуй М. Ф., Лелюшок С. О., Запорожець О. А., Желіба О. М., Тітова Л. О. *Хімічний аналіз природних вод та ґрунтів*. Навчальний посібник. Київ : «ЛАТ&К», 2017. 196 с.
5. Чеботарьов О. М., Снігур Д. В. *Метрологічні основи хімічного аналізу*: підручник. Одеса: ОНУ імені І. І. Мечникова, 2019. 229 с.
6. Іщенко М. В. *Обробка даних у хімічному аналізі*. Навчальний посібник (для студентів хімічного факультету). Ірпінь : «НУДПС України», 2017. 69 с.
7. Іщенко М. В. *Забезпечення та контроль якості аналізу*. Навчальний посібник для студентів. Київ: КНУ імені Тараса Шевченка, 2023. 73 с.

Електронні інформаційні ресурси

1. Наукова бібліотека ОНУ <http://library.onu.edu.ua/>
2. Національна бібліотека ім. В. І. Вернадського <http://nbuv.gov.ua>
3. Інформаційний ресурс Scopus www.elsevier.com/scopus
4. Інформаційний ресурс Web of Science <https://mjl.clarivate.com/home>

СТРУКТУРА ЗВІТУ ЩОДО ПРОХОДЖЕННЯ ПРАКТИКУМУ

1. Титульна сторінка
2. Зміст
3. Вступ
4. Основний текст звіту
5. Висновки
6. Перелік використаної літератури

Вступ містить загальні відомості про електрохімічні методи дослідження у фармацевтичній хімії тощо.

Основний текст звіту повинен містити опис методик аналізів, вимірювань і відповідних розрахунків.

Висновки складаються з декількох окремих пунктів, в яких наведено досягнуті здобувачем результати.

Перелік використаної літератури передбачає нормативні документи, методичну і наукову літературу оформлені згідно з ДСТУ 2015.

Технічні вимоги до оформлення звіту. Звіт виконується на стандартних аркушах паперу формату А4, шрифтом Times New Roman, 14 пт, міжрядковим інтервалом 1,5, вирівнюванням тексту за шириною з берегами 2 см з усіх боків. Усі сторінки брошуруються. Об'єм звіту становить 15–20 аркушів.

Форма звіту

ОДЕСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ І. І. МЕЧНИКОВА
Факультет хімії та фармації
Кафедра аналітичної та токсикологічної хімії

ЗВІТ

про проходження практикуму
з електрохімічних методів дослідження у фармацевтичній хімії
у період з “___” _____ 20__ р. по “___” _____ 20__ р.

студента(ки) 3 курсу
першого (бакалаврського) рівня
вищої освіти,
спеціальності ЕЗ «Хімія
ОНП «Фармацевтична хімія»

Керівник практики

Захищено на засіданні кафедри

протокол № ___ від «___» _____ 20__ р.

Оцінка _____
(за 100 бальною шкалою, за шкалою ECTS,
бал)

Завідувач кафедри _____

Одеса 20__

Форма щоденнику

ОДЕСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ І. І. МЕЧНИКОВА
(повне найменування закладу вищої освіти)

Щ О Д Е Н Н И К

з практикуму
з електрохімічних методів дослідження у фармацевтичній хімії

Здобувач освіти _____
(прізвище, ім'я, по батькові)

Факультет хімії та фармації

Рівень вищої освіти перший (бакалаврський)

Галузь знань _____ Е Природничі науки, математика та статистика

Спеціальність ЕЗ Хімія

Освітньо-професійна програма Хімія

Навчальне видання

ПРАКТИКУМ З ЕЛЕКТРОХІМІЧНИХ МЕТОДІВ ДОСЛІДЖЕННЯ У ФАРМАЦЕВТИЧНІЙ ХІМІЇ

ЕЛЕКТРОННІ МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

для здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти
факультету хімії та фармації

Електронне практичне видання

Укладачі:

**Хома Руслан Євгенійович
Топоров Сергій Васильович
Рахлицька Олена Михайлівна**

В авторській редакції

Затв. авт. 12.04.2026. Шрифт Times New Roman.
Системні вимоги: операційна система сумісна з програмним забезпеченням
для читання файлів формату PDF.
Обсяг 1,4 МБ. Зам. № 3138.

Видавець:

Одеський національний університет імені І. І. Мечникова
вул. Змієнка Всеволода, буд. 2, м. Одеса, 65082, Україна
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 8592 від 23.03.2026 р.
Тел.: (048) 723 28 39, e-mail: druk@onu.edu.ua