

Аналитические методы для подтверждения структуры синтезированных препаратов: качественный и количественный анализ



- Анализ вещества – это получение опытным путем данных о химическом составе вещества любыми методами – физическими, химическими, физико-химическими.
- Метод анализа вещества – это краткое определение принципов, положенных в основу анализа вещества.
- Методика анализа – подробное описание всех условий и операций, которые обеспечивают регламентированные характеристики.

Методы анализа

- **Химические методы анализа** включают качественный и количественный анализ и основаны на химических реакциях определяемых веществ в растворах.
- **Физические методы анализа** основаны на измерении эффекта, вызванного взаимодействием излучения с анализируемым веществом - потока квантов или частиц. Излучение играет примерно ту же роль, что играет реагент в химических методах анализа.
- **Биологические методы анализа** – это методы качественного обнаружения и количественное определения неорганических и органических соединений, основанные на применении живых организмов в качестве аналитических индикаторов. Живые организмы всегда обитают в среде строго определенного химического состава.

Современная аналитическая химия включает в себя три раздела:

- Качественный химический анализ
- Количественный химический анализ
- Инструментальные (физические или физико-химические) методы анализа

Качественный анализ

Качественный химический анализ — это определение (открытие) химических элементов, ионов, атомов, атомных групп, молекул в анализируемом веществе.

Цель качественного анализа - обнаружение компонентов анализируемого образца, а также идентификация тех или иных соединений.

Задачи качественного анализа:

- Обнаружение всех химических элементов , входящих в состав вещества (элементный анализ);
- Идентификация молекул в образце (молекулярный анализ);
- Анализ простых или сложных веществ в составе смеси (вещественный анализ);
- Идентификация отдельных фаз гетерогенной системы (фазовый анализ).

Качественный анализ

Дробный анализ – обнаружение иона или вещества в анализируемой пробе с помощью специфического компонента в присутствии всех реагентов смеси

Систематический анализ – это разделение смеси анализируемых ионов по аналитическим группам, с последующим обнаружением каждого иона

Количественный анализ

Количественный анализ – это определение количественного состава вещества, т.е. установление количества химических элементов, ионов, атомов, атомных групп, молекул в анализируемом веществе.

Задачи количественного анализа:

- определение содержания или концентрации компонентов в пробе.

Количественный анализ

Гравиметрический
(весовой) анализ

Титриметрический
(объемный) анализ

Характеристики количественного анализа:

- Специфичность
- Чувствительность
- Точность
- Стехиометричность
- Быстроты протекания химической реакции

Принципы количественных определений

- Измерение физических свойств веществ или продуктов их химических реакций. Измеряя интенсивность свойства, следовательно, можно провести количественное определение вещества.
- Измерение количества продукта химической реакции вещества с каким-либо реагентом (по массе осадка, объему газа). Используя закон эквивалентов.
- Измерение объема реагента (газа или раствора реагента), израсходованного на химическое взаимодействие с определяемым веществом.

Титриметрический анализ

Титриметрический анализ (синоним объемный анализ) — метод количественного анализа, основанный на измерении объема или массы реагента, требующегося для реакции с исследуемым веществом. Титриметрический анализ широко применяется в биохимических, клинических, санитарно-гигиенических и других лабораториях в экспериментальных исследованиях и для клинических анализов. Титриметрический анализ служит также одним из основных методов химического анализа в контрольно-аналитических аптечных лабораториях.

Основные понятия титrimетрических методов анализа

- **Титрование** — процесс определения вещества X постепенным прибавлением небольших количеств вещества T , при котором каким-нибудь способом обеспечивают обнаружение точки (момента), когда все вещество X прореагировало. Титрование позволяет найти количество вещества X по известному количеству вещества T , прибавленного до этой точки (момента), с учетом того, что соотношение, в котором реагируют X и T , известно из стехиометрии или как-то иначе.
- **Титрант** — раствор, содержащий активный реагент T , с помощью которого проводят титрование.

- **Аликвотная доля (аликвота)** — это точно известная часть анализируемого раствора, взятая для анализа. Часто она отбирается калиброванной пипеткой и ее объем обычно обозначается символом V .
- **Точка эквивалентности (ТЭ)** — такая точка (момент) титрования, в которой количество прибавленного титранта T эквивалентно количеству титруемого вещества X .
- **Конечная точка титрования (КТТ)** — точка (момент) титрования, в которой некоторое свойство раствора (например, его окраска) оказывает заметное (резкое) изменение. КТТ соответствует более или менее ТЭ, но чаще всего не совпадает с ней.

- *Индикатор* — вещество, которое проявляет видимое изменение в ТЭ или вблизи ее. Резкое видимое изменение индикатора (например, его окраски) соответствует КТТ.
- *Интервал перехода индикатора* — область концентрации ионов водорода, металла или других ионов, в пределах которой глаз способен обнаружить изменение в оттенке, интенсивности окраски, флуоресценции или другого свойства визуального индикатора, вызванное изменением соотношения двух соответствующих форм индикатора. Эту область обычно выражают в виде отрицательного логарифма концентрации. Для окислительно-восстановительного индикатора интервал перехода представляет собой соответствующую область окислительно-восстановительного потенциала.

Реактивы, применяемые в титrimетрическом анализе

- *Первичное стандартное вещество (первичный стандарт)* — вещество высокой чистоты, которое применяется для установления концентрации титранта — для стандартизации титранта, в основе чего лежит стехиометричность их взаимодействия, или может быть само использовано для приготовления раствора титранта с точно известной концентрацией.
- *Вторичное стандартное вещество (вторичный стандарт)* — вещество, используемое для стандартизации; содержание активного компонента в нем находят с помощью первичного стандарта.

- *Стандартный раствор* — это раствор, имеющий известную концентрацию активного вещества.
- *Первичный стандартный раствор* — приготовленный из первичного стандартного вещества стандартный раствор, концентрация которого известна по массе этого вещества в определенном объеме (или массе) раствора.
- *Вторичный стандартный раствор* — это раствор, концентрация которого установлена стандартизацией или приготовленный по известной массе вторичного стандартного вещества.
- *Стандартизация* — это процесс нахождения концентрации активного реагента в растворе (чаще всего путем титрования его стандартным раствором).

Виды титрования, применяемые в титrimетрическом анализе

- **Прямое титрование** — это такое титрование, когда определяемое вещество непосредственно титруется стандартным раствором титранта или наоборот.
- **Обратное титрование (титрование по остатку)** — титрование не прореагировавшего вещества, которое прибавлено в избытке к анализируемому раствору в виде стандартного раствора.
- **Косвенное титрование (заместительное титрование)** — титрование, при котором определяемое вещество не реагирует с титрантом непосредственно, а определяется косвенно в результате использования стехиометрически протекающей реакции с образованием другого вещества, реагирующего с титрантом.

Классификация титrimетрических методов анализа

- Кислотно-основное титрование — реакции нейтрализации;
- Окислительно — восстановительное титрование — окислительно — восстановительные реакции;
- Осадительное титрование (аргентометрия, гесоцианоферратометрия, меркурометрия) — реакции, протекающие с образованием малорастворимого соединения, при этом изменяются концентрации осаждаемых ионов в растворе;
- Комплексонометрическое титрование — реакции, основанные на образовании прочных комплексных соединений), при этом изменяются концентрации ионов металлов в титруемом растворе.

Методы установления конечной точки титрования

Существуют две группы методов
фиксирования КТТ:

- визуальные
- инструментальные.

Требования, предъявляемые к реакциям в количественном анализе

- Реакции должны протекать быстро, до конца, по возможности, — при комнатной температуре.
- Исходные вещества, вступающие в реакцию, должны реагировать в строго определенных количественных соотношениях (стехиометрически) и без побочных процессов.
- Примеси не должны мешать проведению количественного анализа.
- Аналитические реакции должны быть с выраженным и устойчивым аналитическим эффектом.
- Окончание реакции должно определяться достаточно легко и точно.

Гравиметрический анализ

- **Гравиметрические методы** основаны на точном измерении массы определяемого компонента пробы, отделенного от остальных компонентов системы, в элементном виде (т. е. в устойчивой форме данного химического элемента) или в виде соединения с точно известным составом.
- **Гравиметрические методы** обладают простотой выполнения, высокой точностью и воспроизводимостью, однако довольно трудоемки и продолжительны.
- **Гравиметрия** — фармакопейный метод анализа.

Классификация методов гравиметрического анализа

Классификация гравиметрических методов, по способу отделения определяемого компонента различают методы:

- осаждения,
- отгонки,
- выделения,
- термогравиметрические методы (термогравиметрия).

Инструментальные методы анализа

Инструментальные (физические и физико-химические) методы анализа основаны на использовании зависимости между измеряемыми физическими свойствами веществ и их качественным и количественным составом.

В аналитической химии проводят элементный, функциональный, молекулярный, фазовый анализ вещества.

Элементный анализ – это качественное обнаружение и количественное определение содержания элементов и элементного состава веществ, материалов и различных объектов. Это могут быть жидкости, твёрдые материалы, газы и воздух.

Элементный анализ позволяет ответить на вопрос — из каких атомов (элементов) состоит анализируемое вещество.

Качественный элементный анализ позволяет определить, из атомов каких элементов построены молекулы органического вещества.

Количественный элементный анализ устанавливает элементный состав соединения и простейшую формулу соединения.

Функциональный анализ

Функциональный анализ (химический), совокупность химических и физических методов анализа (главным образом органических веществ), основанных на определении в молекулах реакционноспособных групп атомов (отдельных атомов) – функциональных групп. Такими группами являются гидроксильная, карбоксильная, нитрогруппа, аминогруппа.

Функциональный анализ служит для подтверждения предполагаемого строения вещества или механизма реакции, для установления процентного содержания в смеси отдельных соединений известного строения. В химических методах используются характерные реакции функциональных групп

Молекулярный анализ

Молекулярный анализ – открытие молекул и определение молекулярного состава анализируемого вещества, т.е. выяснение того из каких молекул и в каких количественных соотношениях состоит данный анализируемый объект.

Фазовый анализ

Фазовый анализ — это метод, заключающийся в определении количества и химического состава отдельных фаз в гетерогенных системах.

Фазовый анализ проводят только применительно к твердым телам.

Для проведения фазового анализа используют такие физические методы, как рентгеновский фазовый анализ, спектральный и электронно-зондовый анализы, электронографию, ядерный магнитный резонанс.

Фармацевтический анализ

Фармацевтический анализ – определение качества лекарств и лекарственных средств, изготавляемых промышленностью и аптеками.

Фармацевтический анализ включает: анализ лекарственных препаратов, лекарственного сырья, контроль производства лекарств, токсикологический анализ, судебно-химический анализ.

Для контроля качества лекарственных средств используются фармакопейные методы анализа.

Характеристика методов анализа по величине навески

Метод анализа	Масса навески, г	Объем, мл
Макроанализ (грамм-метод)	1-10	10-100
Полумикроанализ (сантиграмм-метод)	0,05-0,5	1-10
Микроанализ (миллиграмм-метод)	10^{-3} - 10^{-6}	10^{-1} - 10^{-4}
Ультрамикрометод (микрограмм-метод)	10^{-6} - 10^{-9}	10^{-4} - 10^{-6}
Субмикроанализ (нанограмм-метод)	10^{-9} - 10^{-12}	10^{-7} - 10^{-10}