

Тема 3.6: Физические и физико-химические методы анализа

Методы аналитической химии делятся на три большие группы:

1. Химические методы анализа.
2. Физические методы анализа.
3. Физико-химические методы анализа.

Химические методы анализа основаны на химических реакциях определяемого компонента с реагентом (нейтрализация, комплексообразование, осаждение и т.д.). Классическими химическими методами анализа являются гравиметрия и титриметрия.

Физические методы анализа основаны на измерении физического свойства (интенсивность излучения, коэффициент преломления света, электропроводность, диэлектрическая проницаемость, свойства, радиоактивного излучения и др.), непосредственно зависящего от природы атомов и их концентрации в веществе. Химические реакции при этом либо не протекают, либо имеют второстепенное значение. Одним словом, физические методы основаны на получении аналитической информации с помощью приборов без проведения химических реакций.

Физико-химические методы анализа основаны на определении изменения физических свойств системы, происходящих в результате химических и электрохимических реакций. Интенсивность измеряемого физического сигнала зависит от концентрации определённого компонента. Т.е. физико-химические сочетают химические реакции и измерение эффекта этих реакций.

Четкую границу между физико-химическими и физическими методами не всегда можно провести, поэтому их объединяют под общим названием – **инструментальные методы анализа**, так как для измерения сигналов используются специальные приборы.

Применение физико-химических методов анализа в фармацевтической практике.

Физико-химические методы анализа основаны на использовании как физических, так и химических свойств веществ. В фармацевтическом анализе они используются для определения подлинности, чистоты, количественного содержания лекарственных препаратов и для разделения сложных лекарственных смесей. Как правило, они проводятся с использованием различных приборов и называются инструментальные методы анализа.

Достоинствами физико-химических методов анализа являются: экспрессность, высокая чувствительность и точность, универсальность (т. е. возможность применения для анализа соединений с различной химической структурой) и минимальная затрата используемого вещества и реактивов. Физико-химические методы анализа делятся на следующие группы:

1. Оптические методы анализа:

- а) рефрактометрия;
- б) поляриметрия;
- в) флюориметрия;

г) фотоколориметрия, спектрофотометрия.

2. Электрохимические методы:

а) потенциометрия;

б) полярография.

3. Хроматография:

а) тонкослойная;

б) ионообменная.

Оптические методы

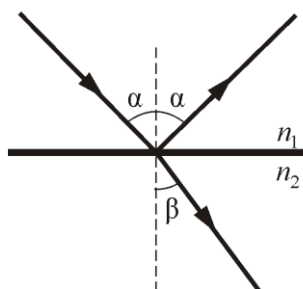
Оптические методы основаны на использовании явления взаимодействия вещества с электромагнитным излучением. Данное взаимодействие приводит к переходам между различными энергетическими уровнями, регистрируемым инструментально в процессах поглощения, отражения или рассеяния излучения.

К этой группе относятся: рефрактометрия, интерферометрия, поляриметрия, фотометрия (спектрофотометрия, фотоколориметрия, флюориметрия).

РЕФРАКТОМЕТРИЯ

Рефрактометрический метод анализа как наиболее доступный, простой, дающий точные результаты и экономичный, нашел широкое применение в аптечной практике. Он основан на измерении показателя преломления луча света в растворе исследуемого вещества.

При переходе луча света из воздуха в раствор исследуемого вещества, на границе раздела этих сред луч преломляется, т. е. направление его изменяется, это обусловлено различной скоростью распространения света в разных средах. Отношение скорости распространения света в воздухе к скорости света в исследуемом веществе, равно отношению синуса угла падения $\sin \alpha$, к синусу угла преломления $\sin \beta$ и называется показателем преломления (n) и является величиной постоянной для данной длины волны.



$$n = \sin \alpha / \sin \beta$$

Показатель преломления зависит от:

1. Природы вещества - постоянная для каждого вещества при определенной концентрации.

2. Длины волны света - с увеличением длины волны света показатель преломления уменьшается.

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЯ

Основана на поглощении монохроматического света (определенной длины волны) в видимой, ультрафиолетовой и инфракрасной областях спектра. Применяется для определения подлинности, чистоты, количественного определения. Прибор - спектрофотометр.

Электрохимические методы

Основаны на электрохимических явлениях, происходящих в исследуемом растворе при изменении химической структуры, физических свойств и концентрации вещества.

Основан на измерении разности потенциалов между рабочим электродом и электродом сравнения в обратимом гальваническом элементе.

Применяются методы: потенциометрия и полярография.

ПОТЕНЦИОМЕТРИЯ

Основана на измерении потенциалов, возникающих между исследуемым веществом и погруженным в него электродом. Прибор - потенциометр - применяется:

1. Для определения рН среды водных растворов (концентрация водородных ионов).
2. Для определения конца титрования (эквивалентной точки) в количественном анализе. Например, в методе нитритометрия.

Хроматография

Хроматографический метод был впервые предложен в 1903 году русским ученым М.С. Цветом. В фармации наиболее широко применяются тонкослойная хроматография и ионообменная (колоночная) хроматография.

Основана на разделении смеси веществ путем распределения их между двумя несмешивающимися фазами.

ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ

Метод ТСХ применяется для разделения смеси лекарственных веществ, установления подлинности, чистоты, количественного содержания отдельных компонентов. Для разделения используются различные сорбенты (оксид алюминия, силикагель, синтетические смолы и др.). В последние годы широко применяются пластинки "Силуфол" с закрепленным слоем сорбента (Чехословакия). На линию старта хроматографической пластинки наносится раствор исследуемого вещества или смеси и помещают в камеру, содержащую смесь растворителей. Растворители перемещаются по пластинке, увлекая с собой лекарственные вещества из смеси на различное расстояние.

Пластинку затем вынимают, высушивают и проявляют действием различных реактивов. По цвету, размеру окрашенных пятен определяют подлинность и количественное содержание лекарственного препарата в смеси.

ИОНООБМЕННАЯ (КОЛОНОЧНАЯ) ХРОМАТОГРАФИЯ

Основан на обмене ионов между исследуемым веществом и сорбентом.

Сорбенты - высокомолекулярные органические смолы в виде небольших зерен.

Подразделяют на:

1. Катиониты, содержащие функциональные группы, способные обмениваться на катион исследуемого вещества. Например: Марки КУ -1, КУ - II.

2. Аниониты, содержание группы основного характера (четвертичные аммониевые основания) способные обмениваться на анионы исследуемого вещества. Например: марки АВ -16, АВ -17.