



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет
им. Н.И. Лобачевского»
(ННГУ)

ХИМИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

КАФЕДРА АНАЛИТИЧЕСКОЙ И МЕДИЦИНСКОЙ ХИМИИ

**ОТЧЕТ ПО ПРОИЗВОДСТВЕННОЙ ПРАКТИКЕ
(НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ)**

**СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ Fe^{3+}
В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ ПО РЕАКЦИИ С СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВОЙ
КИСЛОТОЙ**

Заведующий кафедрой аналитической и медицинской химии:
д.х.н., профессор

_____ А.В. Князев

Научный руководитель:
к.х.н., доцент кафедры
аналитической
и медицинской химии

_____ Р.В. Абражеев

Исполнитель:
студент IV курса ОФО группы 0218Б-АМХ

_____ Е.В. Сорокин

г. Нижний Новгород,

2021 г.

Введение

Железо, являющееся символом индустриального общества, находит применение во многих сферах современной экономики. В живых существах, в концентрации менее одной сотой процента, оно способствует транспорту кислорода в тканях и выведению из них углекислоты. При недостатке этого металла в организме возникает железодефицитная анемия, которую определяют как болезнь, характеризующуюся уменьшением количества гемоглобина в крови. Анемия была вечным спутником человечества - следствием кровопотерь, инвазий, но чаще всего она была связана с интенсивной репродуктивной функцией у женщин, особенно молодого возраста. Для лечения анемии используют лекарственные препараты солей железа, чаще всего — сульфат железа (тардиферон, ферроплекс и т.д.), лактат железа, трехвалентное железо.

В целом данную категорию лекарственных средств можно разделить на несколько основных групп: препараты на основе солей двухвалентного и трехвалентного железа, различных комплексных соединений железа и комбинированные средства.

В данной практике была изучена методика определение ионов железа по реакции с сульфосалициловой кислотой.

Цель работы состояла в разработке и оптимизации текущей методики.

Задачи необходимые для её достижения:

1. Снять спектр поглощения сульфосалицилатного комплекса железа (Ш) и по нему выбрать длину волны для построения градуировочного графика.
2. Построить градуировочный график для определения Fe^{3+} .
3. Построить кривую фотометрического титрования раствора железа трилоном Б.

Общая характеристика и классификация препаратов железа

Все пероральные препараты железа принципиально можно разделить на препараты двухвалентного и трехвалентного железа, так как именно это в первую очередь определяет их биодоступность и соответственно скорость восстановления гемоглобина, эритроцитарных индексов и депо железа, а также переносимость терапии. Соли двухвалентного железа показывают лишь незначительные различия между собой по эффективности всасывания железа. Соли трехвалентного железа всасываются хуже. Это связано с различиями в механизме всасывания. Доказано, что в кишечнике железо всасывается в двухвалентном состоянии. Для этого трехвалентное железо пищи с помощью медь-зависимой ферроредуктазы на апикальной мембране энтероцитов или под действием витамина С, восстанавливается до двухвалентного и через марганец-зависимые белки-транспортеры двухвалентных металлов (DMT1-белки) поступает в энтероцит. Затем, через белок ферропортин на базальной мембране поступает в кровь, где с помощью медь-зависимых феррооксидаз окисляется до трехвалентного состояния чтобы связаться с транспортным белком – трансферрином. Биодоступность двухвалентных солей железа в несколько раз выше, чем трехвалентных, так как они свободно диффундируют через каналы DMT1-белков и ферропортин. Поэтому препараты содержащие в составе двухвалентное железо, оказывают быстрый эффект и нормализуют уровень гемоглобина в среднем через 2 недели – 2 месяца, а нормализация депо железа происходит уже через 3–4 месяца от начала лечения, в зависимости от тяжести анемии и дозировки препарата. Всасывание железа из препаратов трехвалентного железа более медленное, так как необходим активный (энергозависимый) транспорт с участием феррооксидаз. Поэтому препараты, содержащие железо в трехвалентном состоянии требуют более длительного применения, а в случае дефицита меди в организме, будут неэффективны вообще.

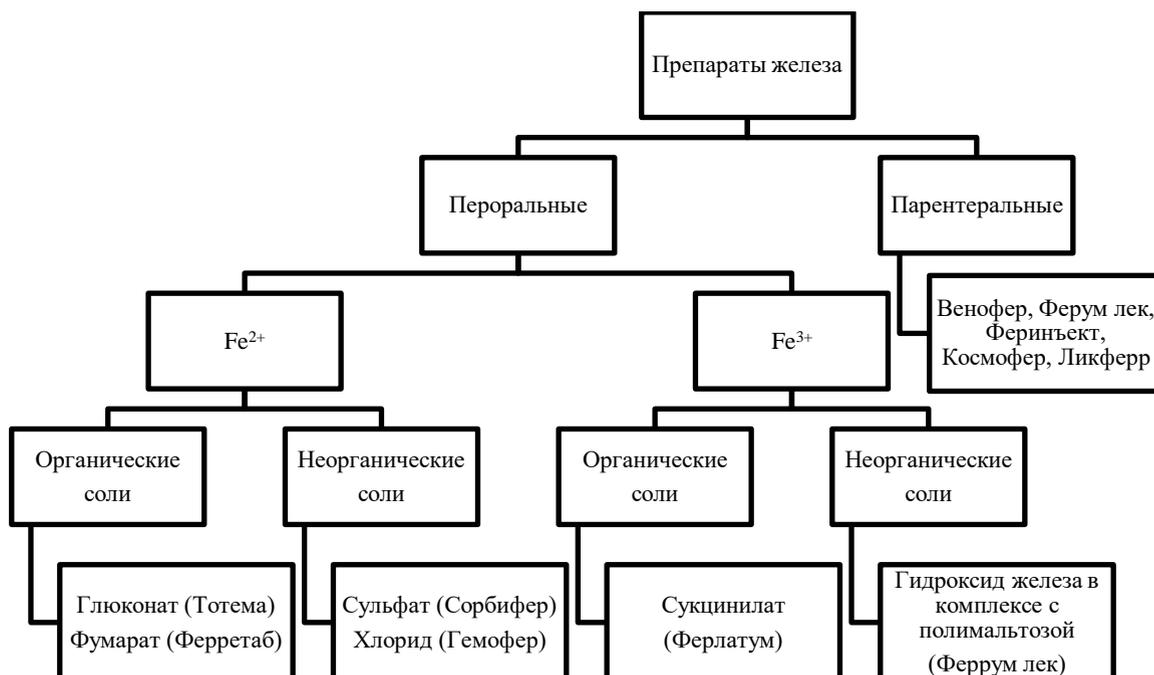


Рисунок 1. Классификация препаратов железа

Спектрофотометр UV mini 1240

Спектрофотометры предназначены для изучения свойств веществ или предметов посредством анализа спектра оптического диапазона электромагнитного излучения, прошедшего через образец или отраженного от него, спектрофотометры сравнивают поток света, изначально направленный на изучаемый образец, с потоком света, прошедшим через образец.

Многоцелевой спектрофотометр UV-1280, разработанный для количественного анализа, позволяет проводить измерения в УФ и видимом диапазоне спектра от 190 до 1100 нм.

Возможные режимы работы прибора:

1. Фотометрический режим .

Измерение спектров пропускания и поглощения образцов при заданной длине волны или нескольких (до 8) длинах волн.

2. Спектральный режим.

Измерение спектра в заданном диапазоне. Повторное сканирование позволяет следить за изменением образца во времени. Обработка полученного спектра, определение положения максимумов и минимумов на спектре.

3. Количественный режим

Построение калибровочной кривой с помощью стандартных образцов с известной концентрацией, а затем определение концентраций неизвестных образцов.

4. Кинетический режим

Измерение значения поглощения в зависимости от времени и получения величины ферментативной активности. Кинетический режим позволяет автоматически вычислять количество изменений за минуту, а затем определять значение активности из указанного коэффициента.

5. Режим измерения основных фотометрических параметров во времени

Оценка изменения оптической плотности, коэффициента пропускания или энергии как функции времени.

6. Режим многокомпонентного анализа

Метод основан на образовании бесцветного комплекса трилона Б с ионами железа при рН 1-1,5. В качестве индикатора используют раствор сульфосалициловой кислоты.

Экспериментальная часть

При выполнении данной работы были использованы реактивы, указанные в таблице 1.

Реактивы	Примеси
Аммоний хлористый	Все реактивы имеют квалификацию ч.д.а. или х.ч.
Кислота серная концентрированная	
Кислота сульфосалициловая	
Квасцы железоаммонийные	
Аммиак водный	
Бумага индикаторная универсальная	

Таблица 1. Квалификация использованных реактивов

Приборы и оборудование:

1. Пипетки с делениями.
2. Колбы мерные.
3. Бутылки из стекла с притертыми или винтовыми пробками для отбора и хранения проб.
4. Пипетка Мора ($V=10$ мл).
5. Электрическая плита.
6. Вытяжной шкаф.
7. Аналитические весы KERN ALJ 310-4N ($d=0,1$ мг).
8. Конические колбы ($V=250$ мл).
9. Спектрофотометр UV mini-1240 и кювета с толщиной поглощающего слоя 10 мл.

Приготовление растворов

Приготовление 20 %-ного раствора сульфосалициловой кислоты

20,0 г сульфосалициловой кислоты помещали в колбу и растворяли в 80 см³ дистиллированной воды.

Приготовление раствора аммиака (1:1)

Смешивали равные части концентрированного аммиака и дистиллированной воды.

Приготовление раствора хлорида аммония

Навеску хлорида аммония (107 г) помещали в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяли в дистиллированной воде и доводили до метки дистиллированной водой. Срок хранения - 1 неделя.

Приготовление основного раствора железа 100 мг/дм³

Навеску железоаммонийных квасцов 0,8634 г помещали в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяли в дистиллированной воде, прибавляли 2 см³ концентрированной соляной кислоты и доводили дистиллированной водой до метки. Срок хранения - один месяц.

Приготовление рабочего раствора железа 100 мг/дм³

Рабочий градуировочный раствор готовили в день проведения измерений разбавлением основного стандартного раствора в 10 раз дистиллированной водой.

Методика комплексометрического титрования

От основного раствора железа отбирали определенный объем и помещали в коническую колбу. Затем добавляли необходимые объемы растворов сульфосалициловой кислоты и разбавленного аммиака. Титровали разбавленным раствором трилона Б.

Методика определения железа (III) с сульфосалициловой кислотой

Раствор с определенной концентрацией железа помещали в мерную колбу, приливали необходимые объемы растворов аммония хлористого, сульфосалициловой кислоты и аммиака. Доводили полученный раствор до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивали и оставляли на некоторое время до развития окраски. Приготовленным раствором споласкивали кювету спектрофотометра. Заполняли ее приготовленным раствором и измеряли оптическую плотность при выбранной длине волны.

Снятие спектра поглощения сульфосалицилатного комплекса железа (III)

Приготовили раствор, содержащий 0,5 мг железа, и измерили его оптическую плотность в интервале длин волн от 0 и до 900 нм.

Построение градуировочного графика

С помощью мерной колбы приготовили серию стандартных окрашенных растворов, отличающихся содержанием железа. Обработали по выше описанной методике. Измерили оптическую плотность при выбранной на предыдущем этапе длине волны.

Методика спектрофотометрического титрования

В мерные колбы помещали определенные объемы разбавленного раствора трилона Б. В каждую колбу отбирали желаемый объем аликвоты разбавленного раствора железа, приливали по каплям раствор сульфосалициловой кислоты и раствора аммиака. Полученный раствор доливали до метки водой и перемешивали. Измерили оптическую плотность при выбранной на предыдущем этапе длине волны.

Результаты и обсуждение

Комплексометрическое титрование

В таблице 2 отражены результаты комплексометрического титрования раствора железа разбавленным раствором трилона Б. Усреднив объемы титранта, пошедших на титрования, посчитали концентрацию стандартного раствора железа, которая оказалась равной 0,121 г/л.

№	1	2	3	V _{ср}
Объем титранта, мл	17,3	17,4	17,3	17,33

Таблица 2. Результаты титрования

$$C(1/2C_{10}H_{18}N_2Na_2O_{10}) = 0,1 \cdot 50 / 1000 = 0,005 \text{ моль/л};$$

$$C(1/2 Fe^{3+}) = (0,005 \cdot 17,33) / 20 = 0,00433 \text{ моль/л};$$

$$C(Fe^{3+}) = 0,00217 \text{ моль/л} = 0,121 \text{ г/л}.$$

Построение градуировочного графика

На рисунке 2 представлен спектр поглощения сульфосалицилатного комплекса железа (III). Оптимальной является длина волны - 423 нм, отвечающая максимуму значения оптической плотности. Таким образом, она обеспечивает высшую чувствительность определения. Дальнейшие измерения выполняли при этой длине волны.

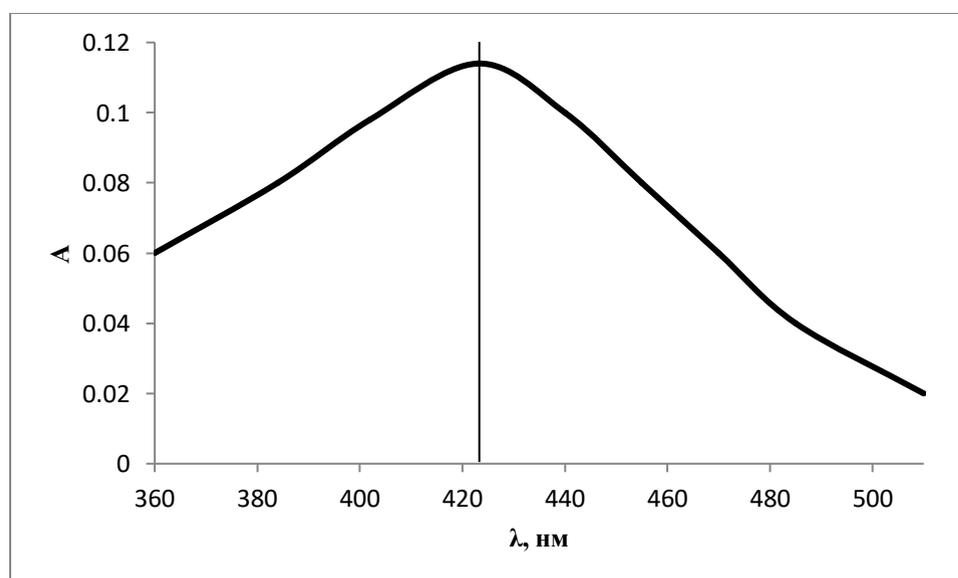


Рисунок 2. Спектр поглощения раствора железа с сульфосалициловой кислотой

Построенный градуировочный график представлен на рисунке 3. Из него следует наличие пропорциональной зависимости между измеренным значением оптической плотности и концентрации в интервале от 0 до 20 мг/дм³, что подтверждает рассчитанный методом наименьших квадратов коэффициент детерминации, значение которого составило $R^2 = 0,9998$.

Уравнение градуировочного графика, которое можно использовать для определения концентрации по результатам оптической плотности имеет вид:
 $y = 48,747x - 0,0009$.

Кажущиеся значение молярного коэффициента светопоглощения окрашенного комплекса в выбранных условиях на спектрофотометре в кювете с толщиной 1 см, составило 48,747.

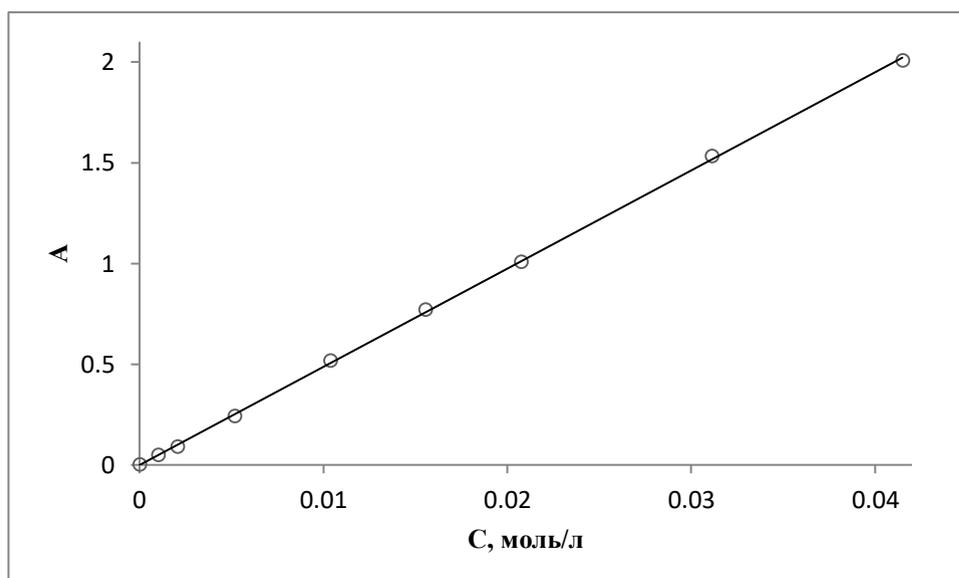


Рисунок 3. Градуировочный график

Фотометрический метод определения железа с сульфосалициловой кислотой

На рисунке 4 представлена кривая фотометрического титрования. По ней можно сделать вывод, что титруемое вещество подчиняется закону Бугера-Ламберта-Бера, поскольку кривая титрования с поправкой на разбавление состоит из двух прямых, пересекающихся в точке эквивалентности. Из-за неполного протекания реакции в точке эквивалентности они могут быть несколько искривлены.

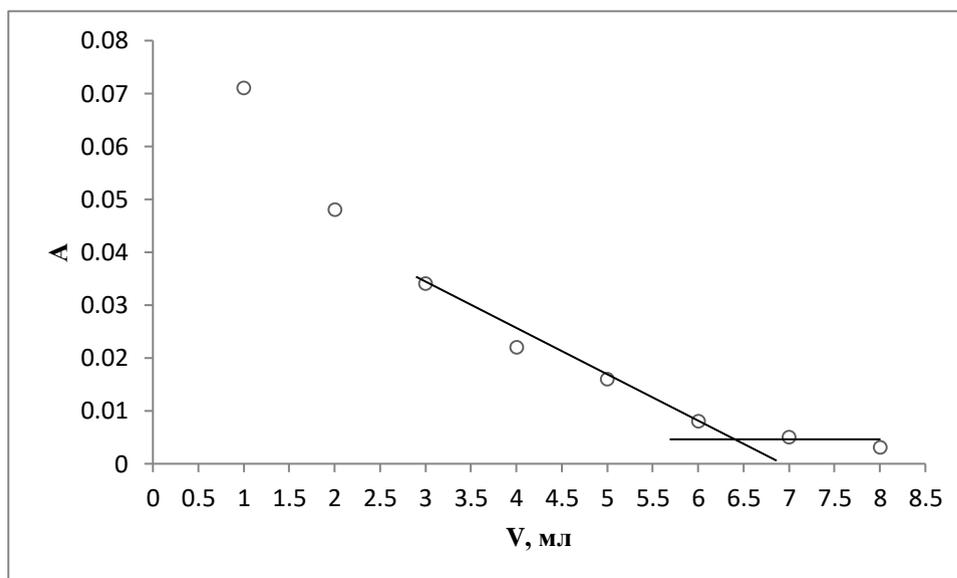


Рисунок 4. Кривая фотометрического титрования раствора железа трилоном Б

($\lambda = 423$ нм)

Выводы

1. Сняли спектр поглощения сульфосалицилатного комплекса железа (Ш) и по нему выбрали длину волны для построения градуировочного графика.
2. Построили градуировочный график для определения Fe^{3+} .
3. Построили кривую фотометрического титрования раствора железа трилоном Б.

Список литературы

1. Б. А. Чакчир, Г. М. Алексеева. Фотометрические методы анализа: Методические указания. — СПб.: Издательство СПХФА, 2002. — С. 25—27. — 44 с.
2. М. И. Булатов, И. П. Калинин. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа. — Л.: Химия, 1986. — С. 216—239. — 432 с.
3. А. П. Крешков. Основы аналитической химии. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. — М.: Химия, 1970. — Т. 3. — С. 265—270. — 472 с.
4. Д. Скуг, Д. Уэст. Основы аналитической химии. — М.: Мир, 1979. — Т. 2. — С. 157—160. — 438 с.