

SZERVETLEN ÉS KVALITATÍV ANALITIKAI KÉMIA GYAKORLAT I. ÉVES GYÓGYSZERÉSZ HALLGATÓK RÉSZÉRE (2016/17. II. félév)

A tárgyat a 2. félévben hirdetjük meg heti 1 óra szeminárium és 5 óra laboratóriumi gyakorlat formájában. A szemináriumok célja a következő gyakorlatok előkészítése.

A gyakorlat az első félévben teljesített „Általános kémia” előadások és gyakorlatok, valamint a párhuzamosan futó „Szervetlen és kvalitatív analitikai kémia” előadások anyagára építve lehetőséget biztosít az anyagismeret elmélyítésére, a kvalitatív analitika fontosabb módszereinek megismerésére.

Az első négy gyakorlaton szervetlen kémiai kísérletek alkotják az anyagot, majd ezt követően a legfontosabb anionok kimutatásával kezdődik a kvalitatív analitikai kémiai rész. Ezután a kationok analitikájának sorrendje a klasszikus Fresenius-féle elválasztási rendszert követi. Az analitikával foglalkozó gyakorlatokon az előírt fontosabb kimutatási próbák, elválasztási műveletek elvégzése után minden alkalommal sor kerül ismeretlen (vagy részben ismeretlen) összetételű minták (ún. „ismeretlenek”) elemzésére is. Ezek bonyolultsága, összetettsége a gyakorlat előrehaladtával fokozatosan növekszik. A gyakorlottabb, gyorsabb hallgatók a kötelezőkön kívül „szorgalmi” ismeretlenekkel is foglalkozhatnak.

Néhány, részben már félkvantitatív elemzési feladat is szerepel a tematikában, amikor meghatározott anyagokban megadott, esetleges szennyezőkre kell vizsgálni (tisztasági vizsgálat). Ezen feladatok összeállításánál a VII. Magyar Gyógyszerkönyv ide vonatkozó előírásait tartottuk szem előtt.

Néhány alkalommal sor kerül bonyolultabb szervetlen kémiai kísérletek, illetve analitikai módszerek bemutatására. Ezek – a gyakorlatvezetők vagy kijelölt hallgatók által bemutatott – kísérletek, illetve módszerek kicsit összetettebbek, és esetleg különleges berendezést is igényelnek.

A gyakorlatokra történő felkészültséget, a korábban elsajátított anyagrészek ismeretének mélységét (hangsúlyozottan számonkérve a vegyjelek, képletek ismeretét) a gyakorlatok első részében (25-30 perc) írásban ellenőrizzük. Ezen írásbeli munkákban nyújtott teljesítmény lényeges részét képezik a gyakorlati jegyek. Az ismeretlenek elemzésére osztályzatot adunk. A tisztasági vizsgálatokat „elfogadható”, vagy „nem elfogadható” minősítéssel értékeljük. A szorgalmi ismeretlenek jó eredményei pozitívan befolyásolják a végső eredményt. A laboratóriumi munkáról jegyzőkönyvet kell vezetni, amelynek színvonalát a gyakorlati jegy megállapításánál szintén figyelembe vesszük.

A gyakorlat teljesítésének feltételei:

- részvétel minden gyakorlaton (egyszeri indokolt hiányzás esetén a pótlás lehetőségét biztosítjuk)
- jegyzőkönyvek gyakorlatra való előkészítése, és a gyakorlaton a jegyzőkönyv vezetése
- valamennyi ismeretlen meghatározása
- valamennyi tisztasági vizsgálat elvégzése
- az ismeretlenekre kapott jegyek átlaga $\geq 2,0$
- a gyakorlat elején írt zárthelyi dolgozatok összpontszámának legalább 50 %-nak megszerzése

A **gyakorlati jegyet** alapvetően két eredmény határozza meg:

- a kis zh-k összesített pontszáma hány %-a az elérhető összpontszámnak
- az ismeretlenekre kapott jegyek, a tisztasági vizsgálatra kapott jegy és a plusz ismeretlenekkel szerzett 5-ös jegyek átlaga.

Az értékelésnél azonban figyelembe vesszük a gyakorlati és szemináriumi munkát (bemutató kísérletekben való részvétel stb.), valamint a jegyzőkönyv minőségét.

Ha

- vagy a gyakorlati munka (kétszeri hiányzás a gyakorlatról, a gyakorlatra rendszeresen nem előkészített jegyzőkönyv stb.)

- vagy az elméleti munka (a zh-k összesített pontszáma nem éri el az összpontszám 30 %-át)

nem éri el a kívánt szintet, a gyakorlatra “aláírás megtagadva” beírás kerül, ami csak a **gyakorlat újbóli felvételével** javítható.

Ha a gyakorlati munka megfelelő, de az elméleti felkészültség nem (a kis zárthelyi dolgozatok összesített pontszáma: **30 % < pontszám < 50 %**), akkor a gyakorlati jegy elégtelen, ami a **vizsgaidőszakban egyetlen alkalommal javítható**. A javítás módja: írásbeli beszámoló a gyakorlat és a szeminárium elméleti anyagából.

Ajánlott irodalom:

(a zárójelben a tematikában alkalmazott rövidített hivatkozási módot tüntettük fel):

1. *Dr. Barcza Lajos, Dr. Buvári Ágnes, A minőségi kémiai analízis alapjai*(Medicina Könyvkiadó Rt., Budapest, 1997) (**BL** + oldalszám)
2. *Győri Béla, Emri József és Lázár István: Szervetlen kémiai laboratóriumi gyakorlatok* (DE, TTK jegyzete, Debrecen, 2009) (**GEL** + gyakorlat száma)
3. *Magyar Gyógyszerkönyv*, VII. kiadás I-IV.(Medicina Könyvkiadó Rt., Budapest, 1993) (**Ph. Hg. VII.** + kötet/oldalszám)

További információk: www.inorg.unideb.hu honlapon (oktatás címszó alatt) található.

A gyakorlati feladatok leírásánál az elvégzendő feladatokat azok után, zárójelben, a **BL** vagy a **GEL** irodalomnak megfelelően jelöltük. A tanulmányozandó ionokra (anyagokra) az elvégzendő reakcióknak megfelelő számokat adtuk meg. Az analitikai munkához feltétlenül szükséges elméleti háttérre vonatkozó irodalom is heti bontásban szerepel. A 14. hét anyagánál azonban olyan fontos tudnivalók szerepelnek, amelyeket a gyakorlatok előrehaladásával fokozatosan célszerű nyomonkövetni és elsajátítani, és ekkorra már az alkalmazás szintjén kell tudni azokat.

Tematika

1. gyakorlat (2017. február 15, 16)

1. A laboratóriumi munkarend megbeszélése (BL 1., 1.3)
2. Balesetvédelmi oktatás (BL 1.2)
3. A felszerelések átvétele
4. Hidrogén előállítása Kipp-készülékben, a hidrogén meggyújtása (GEL 1.2 **bemutató**)
5. Kálium-klorát reakciója kénnel és vörösfoszfórral (GEL 2.24.a **bemutató**)
6. Kén-hidrogén reakciója kén-dioxiddal (GEL 3.20 **bemutató**, GEL 3.19 **olvasmány**)
7. Kén oldódása $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ -ban (GEL 3.12, **bemutató**)

2. gyakorlat(2017. február 22, 23)

1. A klór előállítása (~2 g KMnO_4 -ból kiindulva) és reakciója fémekkel (GEL 2.2 és 2.6.a,b,c) (**négyesével**)
2. Alkáli-klorid, -bromid és -jodid reakciója tömény kénsavval (GEL 2.13.a)
3. A hipoklorit reakciói (BL 287; 1,2,6,7,9,10)
4. Oxigén előállítása csiszolatos gázfejlesztő készülékben (GEL 3.2 **olvasmány**)
5. Elemek égése oxigénben (oxigén gázpalackból) (GEL 3.3) (**négyesével**)
6. A hidrogén-peroxid reakciói (BL 328; 1,2,3,5,11)
7. A hidrogén-peroxid kimutatása (GEL 3.8. a,b)
8. Kén-hidrogén és kén-hidrogénes víz előállítása, a H_2S kimutatása (GEL 3.14 **olvasmány**)
9. A kénsav kémiai tulajdonságai (GEL 3.23)

3. gyakorlat(2017. március 1, 2)

1. Nitrogén előállítása (GEL 4.1)
2. Az ammónia oxidálása halogénekkal (GEL 4.11.a) (**négyesével**)
3. Ammónia oldódása vízben (szökőkút kísérlet) (**bemutató**)
4. Nitrogén-monoxid előállítása és tulajdonságai (GEL 4.24) (**bemutató**)
5. Salétromsav előállítása és tulajdonságai (GEL 4.26.a,b,c) (elegendő kémcsőben elvégezni)
6. Kísérletek salétromsavval (GEL 4.27.) (olvasmány) + kénpor, kén-hidrogén, metilnarancs és szén reakciója tömény salétromsavval*
7. Kísérletek vörös és fehér foszfórral GEL 4.4 és 4.5)
8. Foszfor-pentoxid reakciója vízzel (GEL 4.34.a)

4. gyakorlat (2017. március 8, 9)

1. A szén-dioxid tulajdonságai (GEL 5.14. c,e,f) (**négyesével**)
2. A szén-monoxid előállítása és tulajdonságai (GEL 5.13.a,b,c) (**négyesével**) (kb. 20 g HCOONa -ból)
3. Kísérletek bórsavval (GEL 6.13, 6.14.a)
4. Alkáli-fémek és alkáliföldfémek reakciója vízzel (GEL 7.2 és 8.1.a) (**négyesével**)
5. Ammónia cseppfolyósítása, anyagok oldódása cseppfolyós ammóniában (GEL 4.10.c,d, GEL 7.7.a) (**bemutató**)
6. Az alumínium, ón és ólom kölcsönhatása savakkal és lúgokkal (GEL 6.3, 5.3, 5.4.a)
7. A vas, réz és cink kölcsönhatása savakkal és lúgokkal (GEL 1.1.b)
8. A kálium-permanganát oxidáló tulajdonsága (GEL 9.30)

* Négy kémcsőbe öntsünk kb. 2 cm³ tömény (60-63 % (m/m)-os) salétromsavat. Az egyes kémcsővekbe dobjuk, illetve öntsük rendre a következő anyagokat: fél spatulányi elemi kén, kb. egy cm³ kén-hidrogénes víz, egy cm³ metilnarancs-oldat, kevés elemi szén. A kémcsőveket egyenként óvatosan, hosszabb fogóval befogva fülke alatt melegítsük. **(Tartsuk be a tömény salétromsavval kapcsolatos balesetvédelmi tudnivalókat!) Figyeljük meg, hogy milyen hatású a tömény salétromsav a fenti kísérletekben, és adjunk magyarázatot (reakcióegyenlettel) a tapasztalatokra!**

5. gyakorlat (2017. március 22, 16)

1. A reakciók gyakorlati csoportosítása (BL 119–137, 158–163, olvasmány)
2. Az ionok csoportosítása (BL 165–167, olvasmány)
3. Az anionok reakciói (BL 271–272, olvasmány)
4. Az anionok I. osztálya (BL 273–290)
5. A karbonát-, hidrogén-karbonát-(1,2,3,4,6), a szilikát-(1,2,3,5, GEL 5.18.), a szulfid-, polyszulfid-(1,2,3,4,5,6,9) és a szulfitionok (1,2,3,4,5,6) reakciói
6. Halogénationok megkülönböztetése (GEL 2.23.)
7. Tisztasági vizsgálat kémiai módszerekkel (Ph. Hg. VII. I/186-189. olvasmány)
8. **Tisztasági vizsgálat:** Bromát szennyezés vizsgálata kálium-bromidban (Ph. Hg. VII. II/1066–1067. [12] szerint)

6. gyakorlat (2017. március 29, 23)

1. Az anionok II. osztálya (BL 291–307)
2. A foszfát- (1,2,3,4,5, GEL 4.36.d), a szulfát- (1,2,3,4), a fluorid- (1,2,3,4,5,6 + alumínium(III) ionok kimutatása 5. reakció (ld. még GEL 2.14)), a bromát-(1,2,3,6,7) és a jodátionok (1,2,3,5,6) reakciói
3. Ortofoszfátionok eltávolítása vizes oldatokból (GEL 4.37.)
4. Az anionok III. osztálya (BL 307–319)
5. A klorid- (1,2), a bromid- (1,2,6,7) és a jodidionok (1,2,5,6,7) reakciói + GEL. 2.15.
6. **Ismeretlen:**
Szilárd formában kiadott alkálifémsó ismeretlen anionjának kimutatása az anionok I-II. osztályából (CO_3^{2-} ; HCO_3^- ; S^{2-} ; SO_3^{2-} ; SO_4^{2-} ; PO_4^{3-} (HPO_4^{2-} , H_2PO_4^-); F^- ; BrO_3^- ; IO_3^-)
7. **Szorgalmi ismeretlen:**
Egy anion kimutatása oldatból az anionok I-II. osztályából (CO_3^{2-} (HCO_3^-); S^{2-} ; SO_3^{2-} ; SO_4^{2-} ; PO_4^{3-} (HPO_4^{2-} , H_2PO_4^-); F^- ; BrO_3^- ; IO_3^-)

7. gyakorlat (2017. április 5, március 30)

1. Bromid- és jodidionok egymás melletti kimutatása klórosvízzel (GEL 2.16.)
2. Kloridionok kimutatása bromid- és jodidionok mellett (Berg-reakció) (GEL 2.17.)
3. **Ismeretlen :**
Két anion kimutatása egymás mellett oldatból az anionok I–III. osztályából A lehetséges ionok köre: CO_3^{2-} ; S^{2-} ; SO_3^{2-} ; SO_4^{2-} ; PO_4^{3-} (HPO_4^{2-} , H_2PO_4^-); F^- ; BrO_3^- ; IO_3^- ; Cl^- , Br^- ; I^- (Nincs kiadva együtt SO_3^{2-} és SO_4^{2-} .)
4. **Szorgalmi ismeretlen:** 1 vagy 2 anion kimutatása egymás mellett oldatból az anionok I–III. osztályából A lehetséges ionok köre: CO_3^{2-} ; S^{2-} ; SO_3^{2-} ; SO_4^{2-} ; PO_4^{3-} (HPO_4^{2-} , H_2PO_4^-); F^- ; BrO_3^- ; IO_3^- ; Cl^- , Br^- ; I^- (Nincs kiadva együtt SO_3^{2-} és SO_4^{2-} .)

8. gyakorlat (2017. április 12, 6)

1. Az anionok IV. osztálya (BL 320–338, 340–341)
2. A nitrit- (1,2,3,4,5,10,11), a nitrát- (1,2,3,4,6), és a klorátionok (1,2,3,6,7,8) reakciói (A klorátionok 5. próbája **bemutató**)
3. Nitrit- és nitrátionok kimutatása Griess–Ilosvay reagenssel (GEL. 4.26.e, GEL 4.31.)
4. **Ismeretlen:**
Szilárd formában kiadott alkálifémsó keverék 2 ismeretlen anionjának (I–IV. osztály: CO_3^{2-} ; S^{2-} ; SO_3^{2-} ; SO_4^{2-} ; PO_4^{3-} (HPO_4^{2-} , H_2PO_4^-); F^- ; BrO_3^- ; IO_3^- ; Cl^- , Br^- ; I^- ; NO_2^- és NO_3^-) kimutatása (A következő anionpárok nincsenek kiadva : SO_3^{2-} – SO_4^{2-} ; Br^- – NO_3^- ; I^- – NO_3^-)
5. **Szorgalmi ismeretlen:** 1 vagy 2 anion kimutatása oldatból az előbbieket figyelembevételével

9. gyakorlat (2017. április 19, 20)

1. A kationok I. osztálya (BL,169–171, **olvasmány**)
2. A kationok I. osztályának reakciói (BL 171–193)
3. A réz(II)- (1,2,3,4,5,6,8,9,10,15), az ezüst(I)- (1,2,3,4,5,6,7,10, 11), a kadmium(II)- (1,2,3,4,6), a higany(II)- (1,2,3,4,5,7,8), a higany(I)- (1,2,3,4,5,6), az ólom(II)- (1,2,3,4,5,6,7,8,9) és a bizmut(III)ionok (1,2,3,4,5,6,7), reakciói
4. **Tisztasági vizsgálat:**
Ólom szennyezés vizsgálata bórsavban (Ph. Hg. VII. II/668-669. [5] és I/189. C.7.1.2. szerint, mértékoldat: I/597.)

10. gyakorlat (2017. április 26, 27)

1. Arzén szennyezés kimutatása Sanger-Black-próbával (Ph. Hg. VII. I/189–190. C.7.1.3. szerint, mértékoldat: I/597, valamint BL arzenitionok reakciói, 10b) (**bemutató**)
2. **Tisztasági vizsgálat:**
Ezüst szennyezés vizsgálata bázisos bizmut(III)-nitrátban (Ph. Hg. VII. II/819. [4] és [6] szerint) (0,5 g szilárd minta oldása 10,0 cm³ HNO₃-ban)
3. **Ismeretlen:**
2 kation kimutatása egymás mellett oldatból a kationok I. osztályából: Cu²⁺; Ag⁺; Cd²⁺; Hg₂²⁺; Hg²⁺; Pb²⁺ és Bi(III) (Nincs együtt kiadva : Hg₂²⁺ és Hg²⁺, valamint Cu²⁺ és Hg₂²⁺)
4. **Szorgalmi ismeretlen:**
I.osztálybeli 1 vagy 2 kation kimutatása oldatból (Nincs együtt kiadva : Hg₂²⁺ és Hg²⁺, valamint Cu²⁺ és Hg₂²⁺)

11. gyakorlat (2017. május 3, 4)

1. A kationok II. osztálya (BL 193–196, **olvasmány**)
2. A kationok II. osztályának reakciói (BL 196–213)
3. Az arzén(III) (arzenitionok) (1,2,3,4,5,6,8,9,10c.), az arzén(V) (arzenátionok) (1,2,3,4,5,6, 7, 8,9), az antimon(III) (1,2,3,5,8), az antimon(V) (1,2,3,4,5,6,7, 8,9), az ón(II) (1,2,3,4,6 a., b., c.) és az ón(IV) (1,2,3,4,5,7,8,9, 10) reakciói
4. Átmenetifém-cianidok és cianokomplexek képződése és vizsgálata (GEL 9.36.)
5. Néhány ion kimutatása szerves reagenssel (GEL 9.45.2, 9.45.3, 9.45.4.)
6. Kromát- és dikromátionok képződése és tulajdonságai (GEL 9.28. a,d)
7. Permanganátionok képződése (GEL 9.29)
8. **Tisztasági vizsgálat:**
9. Vas szennyezés vizsgálata citromsavban (Ph. Hg. VII. II/674–675. [4] szerint, mértékoldat: I/597) (0,25 g szilárd minta oldása 5,0 cm³ vízben)

12. gyakorlat (2017. május 10, 11)

1. A kationok III. osztálya (BL 214–216, **olvasmány**)
2. A kationok III. osztályának reakciói (BL 216–241, 304–306, 336–338)
3. A nikkell(II)- (1,2,3,4,5,6), a kobalt(II)- (1,2,3,4,7,9), a vas(II)- (1,2,3,4,5), a vas(III)- (1,2,3,4,5,6,9), a mangán(II)- (1,2,3,4,8, 10), a króm(III)- (1,2,3,4,5), a cink(II)- (1,2,3,4,5,7,10) és az alumínium(III)ionok (1,2,3,4,5) reakciói
4. A 3d átmenetifémek oxidációs állapotai vizes oldatokban (GEL 9.1)
5. **Ismeretlen:**
2 egymás melletti komponens kimutatása oldatból a kationok III. osztályából: Ni²⁺; Co²⁺; Fe³⁺; Mn²⁺; Cr³⁺; Zn²⁺; Al³⁺
6. **Szorgalmi ismeretlen:**
1 vagy 2 egymás melletti komponens kimutatása oldatból a kationok III. osztályából: Ni²⁺; Co²⁺; Fe³⁺; Mn²⁺; Cr³⁺; Zn²⁺; Al³⁺

13. gyakorlat (2017. május 17, 18)

1. A kationok IV. osztálya (BL 90–93, 241–243, **olvasmány**)
2. A kationok IV. osztályának reakciói (BL 243–249)
3. A kalcium(II)- (1,2,3,4,5,6,7,9,10,11), a stroncium(II)- (1,2,3,4,5, 7,8,9) és a bárium(II)ionok (1,2,3,5,6,8,9,10) reakciói
4. A stroncium(II)- és a bárium(II)ionok kimutatása nátrium-rodizonáttal (GEL 9.45.1.)
5. A kationok V. osztálya (BL 249–250, **olvasmány**)
6. A kationok V. osztályának reakciói (BL 250–260)
7. A lítium- (1,2,4,5), a nátrium- (1,2,3,4), a kálium- (1,2,4,5), az ammónium- (1,2,3,4,5,6) és a magnéziumionok (1,2,3,5,6) reakciói
8. Vízben rosszul oldódó alkálifémsók vizsgálata (GEL 7.15.1-3.)
9. Nyomnyi mennyiségű ammónia kimutatása (Ph. Hg. VII. I/191. C.7.1.6.1. és C.7.1.6.2. szerint, mértékoldat: I/598.) (**bemutató**)

10. Ismeretlenek:

2 egymás melletti komponens kimutatása oldatból a kationok I., III., IV. és V. osztályából Az egyik komponens Cu^{2+} ; Ag^+ ; Cd^{2+} ; Hg_2^{2+} ; Hg^{2+} ; Pb^{2+} ; Bi(III) ; Ni^{2+} ; Co^{2+} ; Fe^{2+} ; Fe^{3+} ; Mn^{2+} ; Cr^{3+} ; Zn^{2+} vagy Al^{3+} , míg a másik Ca^{2+} ; Sr^{2+} ; Ba^{2+} ; NH_4^+ ; Li^+ ; Na^+ vagy K^+ lehet.

11. Szorgalmi ismeretlen:

Megegyező összetételű az ismeretlennel

14. gyakorlat (2017. május 24, 25)

1. A csoportreakciók összefoglalása (BL 347–357, **olvasmány**)
2. Összetett anyagok analízise a csoportreakciók segítségével (BL 372–382, **olvasmány**)
3. Ismeretlen anyagok azonosítása (BL 383–385, **olvasmány**)

4. Ismeretlen:

Összetett kvalitatív analitikai feladat önálló végrehajtása:

Kétkomponensű szilárd keverék összetevőinek kimutatása (kation és anion; A két komponensben vagy a kation, vagy az anion azonos, így összesen 3 ion mutatandó ki. **A kationok** lehetséges köre: Cu^{2+} ; Ag^+ ; Cd^{2+} ; Hg_2^{2+} ; Pb^{2+} ; Bi(III) ; Ni^{2+} ; Co^{2+} ; Fe^{3+} ; Mn^{2+} ; Cr^{3+} ; Zn^{2+} ; Al^{3+} ; Ca^{2+} ; Sr^{2+} ; Ba^{2+} ; NH_4^+ ; Li^+ ; Na^+ és K^+ , de nincs kiadva együtt két IV., vagy két V. osztálybeli kation. **Az anionok** lehetséges köre: CO_3^{2-} (HCO_3^-); SO_4^{2-} ; PO_4^{3-} (HPO_4^{2-} , H_2PO_4^-); F^- ; Cl^- ; Br^- ; I^- ; NO_3^- , de a feltüntetett deprotonált és protonált formák között nem kell különbséget tenni

5. A felszerelések leadása