

ANALITIKA KÉMIA I. (LABORATÓRIUMI GYAKORLAT)
kémia alapszakos hallgatók részére
TKBL0501

A tárgy előfeltétele: TKBE0501 Analitikai kémia I. (párhuzamosan) és TKBL0201 Szervetlen kém. laboratóriumi gyakorlat.

Kreditszáma 3.

A **klasszikus analitikai kémiai gyakorlat** keretében sav-bázis, redoxi-, csapadékos-, illetve komplexometriás térfogatelemzéseket és gravimetriás meghatározásokat végeznek, ismeretlen koncentrációjú oldatok koncentrációját, ill. anyagmennyiség tartalmát határozzák meg, az előre kiadott tematikának megfelelően.

A gyakorlatok látogatása kötelező. Egyetlen indokolt hiányzás esetén az elmaradt gyakorlati anyagot lehetőség szerint pótolni kell. Kettő vagy több gyakorlatról való hiányzás a gyakorlat teljesítését nem teszi lehetővé, a gyakorlatot nem tudjuk elfogadni..

A laboratóriumi gyakorlatokon az elméleti anyagot 15-20 perces írásbeli dolgozat (vagy szóbeli referálás) formájában kérjük számon. A klasszikus analitikai meghatározások során az ún. "ismeretlenek" nagy részét is jeggyel értékeljük.

A **gyakorlati jegy** két részjegyből tevődik össze: a gyakorlaton írt zárthelyik eredményei és az ismeretlenek osztályzatai határoznak meg egy-egy részjegyet

A gyakorlat teljesítésének, a gyakorlati jegy megszerzésének feltételei

1. Valamennyi gyakorlat teljesítése, valamennyi ismeretlen meghatározása, a gyakorlatvezetők útmutatása alapján a jegyzőkönyvek elkészítése
2. Az ismeretlenek legalább 2,0-es átlaga.
3. A minden alkalommal írt zárthelyik legalább 2,0-es átlaga.

Ha valamelyik feltétel nem teljesül, a gyakorlati jegy elégtelen. Amennyiben a 2. feltételt nem teljesíti a hallgató, a gyakorlati jegy csak a gyakorlat ismételt felvételével javítható.

Ha a 3. feltételt nem teljesíti a hallgató, akkor a gyakorlati jegy a vizsgaidőszakban javítható. A javítás módja: írásbeli dolgozat a gyakorlat elméleti anyagából.

Klasszikus kvantitatív analitikai kémiai gyakorlatok

A gyakorlat célja, hogy megismertesse a hallgatókat alapvető analitikai módszerekkel, azok gyakorlati megvalósítási technikáival. A kapott kísérleti eredmények értékelése ugyancsak a feladatok részét képezi.

A klasszikus mennyiségi (kvantitatív) analízis során tömeg és/vagy térfogatmérési műveletek összességéből álló eljárások mérési eredményeiből számítjuk ki a megfelelően előkészített vizsgálati minta egy vagy több komponensének mennyiségét. Fontos feladat tehát, hogy a gyakorlat során a hallgatók elsajátítsák a tömegmérésnek az analitikában legáltalánosabban használatos technikáit, a térfogatmérő eszközök tisztítását, használatát, szükség szerinti kalibrálását.

A térfogatos analízis során (titrálás) addig adagolunk ismert koncentrációjú ún. mérőoldatot a meghatározandó komponens(ek)e)t tartalmazó minta oldatához, míg annak hatóanyagtartalma a lejátszatott reakcióban éppen elfogy.

A titrimetriát osztályozhatjuk a lejátszatott reakciók típusa szerint, illetve ezen belül a felhasznált mérőoldat hatóanyaga szerint. A titrimetria különböző módszereit (acidi-alkalimetria, komplexometria, argentometria, permanganometria, bromatometria, jodometria), azok alkalmazásának feltételeit, lehetőségét, a tematikában meghatározott gyakorlati feladatokon keresztül tanulmányozzák a hallgatók. A titrálás végpontja színváltozás alapján vizuálisan érzékelendő és elmondható, hogy az előírásoknak megfelelően, gondosan elvégzett mérésekkel általában 0,2-0,3%-os pontosság elérhető.

A nagyobb gyakorlatot és hosszabb időt igénylő gravimetriát a tematika egy gyakorlatban tartalmazza.

Ajánlott irodalom a konkrét gyakorlatokhoz kapcsolódó elméleti alapokhoz, illetve a titrálás eredményeinek kiszámításához:

1. Burger Kálmán: Az analitikai kémia alapjai: kémiai és műszeres elemzés, Semmelweis Kiadó, 1999.
2. Pungor Ernő: Analitikai kémia, Tankönyvkiadó, Budapest, Pokol György, Sztatisz Janisz: Analitikai kémia I., BME Kiadó, 1999.
3. Schulek Elemér, Szabó Zoltán László: A kvantitatív analitikai kémia elvi alapjai és módszerei, Tankönyvkiadó
4. Farkas Etelka, Fábíán István, Kiss Tamás, Posta József, Tóth Imre, Várnagy Katalin: Általános és analitikai kémiai példatár, Kossuth Egyetemi Kiadó, 2003.

GYAKORLATI TEMATIKA

Szept. 16.: A laboratóriumi munkaszabályok ismertetése, balesetvédelmi oktatás, a felszerelések átvétele.

Szept. 23.: 0,1 mol/dm³ HCl mérőoldat készítése (500 cm³)
A HCl mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása KHCO₃-ra.
Szilárd porminta bórax-tartalmának meghatározása (ismeretlen).
NaOH mérőoldat (0,1 mol/dm³) készítése (500 cm³).

Szept. 30.: A NaOH mérőoldat pontos koncentrációjának meghatározása pontosan ismert
Okt. 7., 14.: koncentrációjú HCl oldatra.
Oxálsav meghatározása (ismeretlen).
Bórsav és kénsav egymás melletti mérése (ismeretlen).
A Ni(II)-ionok meghatározása kationcserélő gyanta segítségével (ismeretlen).
Na₂S₂O₃ meghatározása brómos oxidációval (ismeretlen).

- Okt. 21.: NaCl/KBr porkeverék klorid- és bromid-tartalmának meghatározása Mohr-szerint indirekt módszerrel (egyedi minták készítésével), $0,05 \text{ mol/dm}^3$ AgNO_3 mérőoldatot használva (ismeretlen).
C-vitamin hatóanyagtartalmának meghatározása $0,02 \text{ mol/dm}^3$ BrO_3^- mérőoldattal (ismeretlen).
 $0,02 \text{ mol/dm}^3$ KMnO_4 oldat készítése (250 cm^3).
 $0,05 \text{ mol/dm}^3$ Na-oxalát mérőoldat készítése ($100,00 \text{ cm}^3$).
- Okt. 28.: A KMnO_4 pontos koncentrációjának meghatározása.
Fe(II)-oxalát meghatározása (ismeretlen).
 H_2O_2 permanganometriás meghatározása (ismeretlen).
- Nov. 11.: $0,02 \text{ mol/dm}^3$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldat készítése (500 cm^3) és koncentrációjának meghatározása $0,003 \text{ mol/dm}^3$ KIO_3 -ra.
Cu(II) meghatározása jodometriásan (ismeretlen).
- Nov. 18.: A $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldat készítése koncentrációjának újrameghatározása $0,003 \text{ mol/dm}^3$ KIO_3 -ra.
 Γ -meghatározás jódsokszorozó eljárással (ismeretlen).
- Nov. 25.: $0,01 \text{ mol/dm}^3$ Na_2EDTA mérőoldat készítése ($500,00 \text{ cm}^3$).
Ca(II) és Mg(II) meghatározása egymás mellett komplexometriásan (ismeretlen).
- Dec 2-9.: Bi(III) meghatározása komplexometriásan (ismeretlen).
Al(III) meghatározása komplexometriásan (ismeretlen).
Cu(II) és Zn(II) meghatározása egymás mellett komplexometriásan (ismeretlen).
- Dec. 16.: A felszerelések leadása, eredményhirdetés.