

Kvantitatív analitikai kémiai gyakorlat II. éves gyógyszerészhallgatók részére (2019-20) II. félév

A tárgyat a képzés IV. félévében hirdetjük meg heti 6 órában. A hallgatók két csoportban végeznek klasszikus, illetve műszeres analitikai kémiai gyakorlatokat. A gyakorlat célja, hogy megismertesse a gyógyszerészhallgatókat alapvető analitikai módszerekkel, azok gyakorlati megvalósítási technikáival. A kapott kísérleti eredmények kiértékelése ugyancsak a feladatok részét képezi.

A **klasszikus analitikai kémiai gyakorlat** keretében sav-bázis, redoxi-, csapadékos-, illetve komplexometriás térfogatelemzéseket végeznek, ismeretlen koncentrációjú oldatok koncentrációját, illetve minták anyagmennyiségét határozzák meg, az előre kiadott tematikának megfelelően.

A **műszeres analitikai kémiai gyakorlat** keretében az alapvető elektrokémiai-, atom- és molekulaszpektroszkópiás mérőmódszerekkel ismerkednek meg a hallgatók.

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** három részjegyből tevődik össze:

- a klasszikus analitikai kémiai gyakorlaton a zárthelyik és az ismeretlenek osztályzatai határoznak meg egy-egy részjegyet
- a műszeres analitikai kémiai gyakorlaton az egyes gyakorlatokra kapott osztályzatok határoznak meg egy harmadik részjegyet

A gyakorlat teljesítésének, a gyakorlati jegy megszerzésének feltételei

1. Valamennyi gyakorlat teljesítése, a klasszikus analitikai kémiai gyakorlaton valamennyi ismeretlen meghatározása, a gyakorlatvezetők útmutatása alapján a jegyzőkönyvek elkészítése
2. A műszeres analitikai kémiai gyakorlaton a gyakorlatokra kapott jegyek legalább 2,0-es átlaga.
3. A klasszikus analitikai kémiai gyakorlaton az ismeretlenek legalább 2,0-es átlaga.
4. A klasszikus analitikai kémiai gyakorlaton minden alkalommal írt zárthelyik legalább 2,0-es átlaga.

Ha valamelyik feltétel nem teljesül, a gyakorlati jegy elégtelen. Amennyiben az 1-3. feltétel valamelyikét nem teljesíti a hallgató, a gyakorlati jegy csak a gyakorlat ismételt felvételével javítható.

Ha a 4. feltételt nem teljesíti a hallgató, akkor a gyakorlati jegy a vizsgaidőszakban javítható. A javítás módja: írásbeli dolgozat a gyakorlat elméleti anyagából (klasszikus analitika, ill. számítás).

Klasszikus kvantitatív analitikai kémiai gyakorlatok

A gyógyszeranyagoknak, gyógyszerkészítményeknek, valamint drogok egyes alkotóinak vagy hatóanyagainak meghatározásához a Magyar Gyógyszerkönyv által előírt kémiai módszerek sztöchiometrikus reakción alapuló, többnyire térfogatos, kisebb részben az időigényesebb gravimetriás analitikai eljárások. E ténynek megfelelően a gyakorlat egyik alapvető célja, hogy a gyógyszerészhallgatók, az elméleti alapok korábbi megismerését követően gyakorlatban is elsajátítsák a klasszikus mennyiségi analízis műveleteit, eljárásait, a jegyzőkönyvvezetést.

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 **mérőoldatok koncentrációjának** kifejezésére korábban általánosan használt egység volt a **normalitás (mértékegysége = N)**. 1 normál az az oldat, melynek 1 dm³-ében 1 grammegyenérték-tömegnyi anyag van oldva. Kétségtelen előnyt jelent a titrálás végeredményének számolásánál, hogy azonos normalitású oldatok egyenlő térfogatai egymással mindig ekvivalens mennyiségű hatóanyagot tartalmaznak ($v_1 \cdot N_1 = v_2 \cdot N_2$), de egy adott anyag grammegyenérték-tömege viszont reakciófüggő. Reakciótípusonként változhat. Például redoxi reakciókban a leadott/felvett elektronok száma határozza meg, tehát ha a MnO₄²⁻ savas közegben Mn²⁺-vé redukálódik a grammegyenérték-tömeg a képlet-tömeg 1/5-e, de ha semleges közegben végrehajtott titrálás során MnO(OH)₂ képződik, akkor a képlet-tömeg 1/3-a. A lejátszatott reakciótól független, ily módon minden körülmények között egyértelmű viszont az **anyagmennyiség-koncentráció (molaritás, jele = c, mértékegysége = mol/dm³, M)**, mely az oldat 1 dm³-ében lévő anyag kémiai anyagmennyiségét (n) jelenti. A Nemzetközi Mértékegységrendszer (SI) szerint az utóbbi egység használata az elfogadott. Tudnunk kell azonban, hogy az analitikai laboratóriumok, gyógyszerterek mai gyakorlatában még sokszor használatos a normalitás a titrimetriás mérőoldatok koncentrációjának megadására. Ezért, bár a gyakorlat során a mérőoldatok koncentrációját minden esetben molaritásban adjuk meg, néhány esetben azt normalitásban is kifejezzük.

Pontosan ismert koncentrációjú mérőoldatokat csak kellően nagy tisztaságú, pontosan ismert összetételű, levegőn stabilis alapanyag számított mennyiségének analitikai pontossággal történő bemérésével nyerhetünk (ezen feltételeknek megfelel pl. a csapadékos titrálások mérőoldatának alapanyaga, az ezüst-nitrát, vagy az oxidimetria egyik mérőoldatának alapanyaga, a kálium/nátrium-bromát). Amennyiben az előzőleg ismertetett feltételek maradéktalanul nem teljesülnek (pl. sósav, nátrium-hidroxid, nátrium-tioszulfát mérőoldatoknál), akkor közelítő pontosságú beméréssel készítünk mérőoldatot, majd annak pontos koncentrációját utólag állapítjuk meg. A pontos koncentráció utólagos meghatározásához használatos **standard anyaggal** szemben fennálló követelmények a következők: A meghatározandó mérőoldattal egyértelmű, gyors reakcióba lépjen. Könnyen tisztítható, ismert és időben állandó összetételű, nem higroszkópos, a levegő oxigénje által nem oxidálódó, szén-dioxidra sem érzékeny, a tömegmérés hibáját csökkentendő lehetőleg minél nagyobb egyenérték-tömegű és az alkalmazott oldószerben jól oldható legyen. A standardból, akár egyedi beméréssel készülnek a minták, akár törzsoldat részleteit titráljuk, olyan mennyiséget kell bemérnünk, mely biztosítja, hogy a meghatározandó mérőoldatból "optimális" térfogat fogyjon. A titrálás végeredményének számolása révén jutunk a mérőoldat

pontos koncentrációjához. A fent részletezett eljárás megelőzőekben használatos neve: **faktorozás**. A faktorozás terminológiája szerint a közelítő pontosságú beméréssel készített mérőoldat koncentrációja a névleges koncentráció, a meghatározott pontos érték a tényleges koncentráció. A tényleges koncentráció/névleges koncentráció hányados értéke az un. factor (jele = f), mely egy 1-hez általában közeli szám. Tekintve, hogy a tényleges koncentráció önmagában egyértelműen megadja a mérőoldat hatóanyagtartalmát, ugyanezen értéket egy szorzattal (faktor·névleges koncentráció) kifejezni fölösleges és hibaforrást is jelent. Használatával kapcsolatosan viszont ugyanaz a helyzet, mint a normalitással, így a gyakorlat során egy-két mérőoldat-koncentráció meghatározás kapcsán faktort is számolnak a hallgatók.

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.

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, Fábián István, Kiss Tamás, Posta József, Tóth Imre, Várnagy Katalin: Általános és analitikai kémiai példatár, Kossuth Egyetemi Kiadó, 1996.

A klasszikus és műszeres gyakorlatok konkrét leírását tartalmazó segédanyag letölthető a Szervetlen és Analitikai Kémiai Tanszék oldalairól (<http://www.inorg.unideb.hu/oktatas/76>)

GYAKORLATI TEMATIKA

1. hét (február 10. a keddi csoportnak is): 10 órától

Laboratóriumi munkaszabályok ismertetése, balesetvédelem. A titrálás bemutatása. A felszerelések átvétele, tisztítása.

2. hét (február 17.,18.):

500 cm³ ~0,1 mol/dm³ HCl mérőoldat készítése

A HCl mérőoldat koncentrációjának meghatározása KHCO₃ tözsoldatra.

HgO-KCl porkeverék összetételének meghatározása (ismeretlen).

NaOH mérőoldat készítése a Sørensen módszer szerint (500 cm³, 0,1 mol/dm³).

A NaOH mérőoldat koncentrációjának meghatározása.

3. hét (február 24.,25.):

Oxálsav meghatározása (ismeretlen).

Bórsav és kénsav egymás melletti mérése (ismeretlen).

Na₂S₂O₃ meghatározása brómos oxidációval (ismeretlen).

KMnO₄ mérőoldat készítése (250 cm³, 0,02 mol/dm³).

4. hét (március 2., 3.):

100,00 cm³ 0,05 mol/dm³ Na-oxalát oldat készítése.

A KMnO₄ mérőoldat koncentrációjának meghatározása Na₂(COO)₂-ra.

Fe(II)-oxalát meghatározása (ismeretlen).

H₂O₂ permanganometriás meghatározása (ismeretlen).

5. hét (március 9., 10.):

Na₂S₂O₃ mérőoldat készítése (250 cm³, 0,02 mol/dm³) és koncentrációjának meghatározása 0,003 mol/dm³ KIO₃-ra.

Cu(II) meghatározása jodometriásan (ismeretlen)

Jodidionok meghatározása Winkler-féle jódsokszorozó eljárással (ismeretlen)

6. hét (március 16., 17.):

KBrO₃ mérőoldat készítése (250,00 cm³, 0,02 mol/dm³).

C-vitamin hatóanyagának meghatározása (ismeretlen).

100,00 cm³ AgNO₃ mérőoldat készítése (0,05 mol/dm³).

NaCl-KBr porkeverék összetételének meghatározása (ismeretlen).

7. hét (március 23., 24.):

Na₂EDTA mérőoldat készítése (250,00 cm³, 0,01 mol/dm³).

Ca²⁺ és Mg²⁺ ionok meghatározása egymás mellett (ismeretlen).

Al(III) ionok meghatározása (ismeretlen).

A felszerelések leadása.