

ANALITIKAI KÉMIA LABOR,
ANALITIKAI KÉMIA LABOR körny.mérnököknek
BMEVESAA403, BMEVESAAKM5(1 0 4, 4 kr.)

Előadás: 7x2 óra, H 12.15-14, K.I.34

1. Bevezető, mérések statisztikája
2. Elektroanalitika (potenciometria, konduktometria)
3. Kromatográfiás alapok
Folyadékkromatográfia (HPLC)
4. Gázkromatográfia (GC)
5. Atomspektroszkópia
6. Molekulaspektroszkópia (UV-VIS)
7. Immunanalitika, fluorimetria

Az előadások min. 75%-án kötelező részt venni. A részvételt ellenőrizzük (katalógus).

Labor: 12x4 óra, Ch.F. Hallg. Labor

H 15-19 , K 14-18, Sz 08-12, Sz 14-18, Cs 13-17

1. Klasszikus analitikai módszerek (6x4 óra):

- 1.1. Sav-bázis titrálás:** Na_2CO_3 és NaHCO_3 meghatározása egymás mellett Warder módszerével (HCl mérőoldat készítése és faktorozása)
- 1.2. Sav-bázis titrálás:** Ecetsav meghatározása (NaOH mérőoldat készítése és faktorozása)
- 1.3. Permanganometria:** Nitritionok meghatározása (KMnO_4 mérőoldat készítése és faktorozása)
- 1.4. Bromatometria-jodometria:** Fenol meghatározása Koppeschar szerint ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldat készítése és faktorozása)
- 1.5. Jodometria:** Cu(II) ionok meghatározása

1.6. Argentometria: Bromidionok meghatározása Volhard szerint

1.7. Argentometria: Kloridionok meghatározása Volhard szerint

1.8. Komplexometria: Ca(II) és Mg(II) ionok meghatározása egymás mellett

1.9. Komplexometria: Pb(II) ionok meghatározása

A feladatok egyéniek (kivéve a mérőoldatok készítését ill. faktorozását), minden hallgató 9 db számozott, ampullában lezárt mintaoldatot kap, amit meg kell elemeznie. Mindegyik mérés egyszer ismételhető.

Az elfogadás feltétele: mind a 9 mérés elvégzése és nyolc mérés legalább elégségesre történő teljesítése.

A mérések osztályozásának alapja: a relatív mérési hiba

- egyszerű méréseknél (6., 7., 9.) ± 0.75 %-ként,
- nehezebb méréseknél (2., 3., 4., 5.) ± 1.0 %-ként,
- összetett méréseknél (1., 8.) ± 2.0 %-ként
változik a mérésre adott jegy.

Szükséges eszközök:

- laboratóriumi (fehér **pamut**) munkaköpeny,
- védőszemüveg (törés- és vegyszerálló),
- A4 méretű munkafüzet (jegyzőkönyv),
- pamut törlőkendő.

Jegyzet:

Analitikai kémiai laboratóriumi gyakorlatok I.
(szerk.: Szepesváry Pálné dr., száma: 60948)

Jegyzőkönyv készítése, leadása, javítása:

Minden mérésről kézzel írott jegyzőkönyvet kell készíteni az A4 méretű munkafüzetbe.

A jegyzőkönyv tartalmazza:

- a mérés számát és címét,
- az elvégzett mérési feladat rövid, tényszerű leírását,
- a mérési adatokat (mérőoldatok koncentrációja, faktora, a titrálás során észlelt fogyások),
- a mérési eredmény számítását,
- a mérési eredmény megadását (az ampulla száma és ampullában lévő mérendő komponens mennyisége **mg**-ban, négy értékes jegyre megadva.)

Számolási hiba, vagy újra mérés esetén csak az új számításokat és az eredmény megadását kell ismét leírni.

A jegyzőkönyv végén az eredmény megadása:

Ampulla száma:	2143
Faktorok:	HCl: 0,986 NaOH: 1,045
Átlagfogyás:	8,50 ml
A minta ecetsav-tartalma:	542,6 mg

A klasszikus laboratóriumi munka értékelése:

- 1. A klasszikus mérésekre kapott átlagjegy:** a 9 db titrálásra kapott jegyek átlaga 0,1 –re kerekítve.
- 2. Szóbeli beszámolóra (diger) kapott jegy:**
a klasszikus mérések elméleti és gyakorlati anyagából, a kijelölt oktatónál történt szóbeli beszámolón szerzett jegy 0,5-re kerekítve.

2. Műszeres analitikai módszerek (6x4 óra):

2.1. Gázkromatográfia:

- Ismeretlen összetételű minta összetevőinek minőségi azonosítása
- Ismeretlen elegy aromás alkotóinak mennyiségi elemzése

2.2. Folyadékkromatográfia:

- Különböző italok koffein-tartalmának mennyiségi meghatározása
- Kromatográfiás paraméterek meghatározása

2.3. Elektroanalitika:

- Cola és citromlé pH-jának meghatározása
- Fogkrém fluorid tartalmának meghatározása

- Potenciometriás titrálás: vas(II)ionok cerimetriás meghatározása
- Konduktometriás titrálás: kloridionok meghatározása csapvízben

2.4. Atomspektroszkópia:

- Mangán, vas és nátrium meghatározása mészkő mintában láng-atomabszorpciós, illetve láng-atomemissziós módszerrel

2.5. UV-VIS molekuláspektroszkópia:

- Ivóvíz nitrátion-tartalmának meghatározása
- Ivóvíz nitrition-tartalmának tájékoztató mérése

2.6. Immunanalitika, fluorimetria:

- Enzim immunoassay
- Tonik üdítőital kinin tartalmának meghatározása fluorimetriás módszerrel

A műszeres mérések kivitelezése:

- A klasszikus laboron már megalakult 5-7 fős csoportok tagjai végzik együtt a méréseket, egy-egy alkalommal két csoport dolgozik párhuzamosan egymás mellett.
- A laborok kezdetén rövid beugró zh. a mérés (a vonatkozó előadás!) anyagából, melynek elégségesnek kell lennie ahhoz, hogy a hallgató aznap dolgozhasson.
- A labor végén (ill. esetenként otthon) minden hallgató minden mérésről egyéni jegyzőkönyvet készít, amelyet a mérésvezető ellenőriz és elfogad.



BME Vegyészmérnöki és Biomérnöki Kar
Analitikai kémia laboratóriumi gyakorlatok
LABORATÓRUMI JEGYZŐKÖNYV

gyakorlat: UV-VIS spektrofotometria

Ivóvíz nitrátion-tartalmának meghatározása

Név: Csoport: Dátum:

Gyakorlatvezető: A jegyzőkönyv értékelése:

1. Ivóvíz nitrátion-tartalmának meghatározása

- 1.1. A módszer elve, a mennyiségi meghatározás módja
- 1.2. A mintaelőkészítés menete, adatai
- 1.3. Tájékoztató vizsgálat nitrit ionra
- 1.4. Kalibráló oldatsorozat készítése
- 1.5. A vegyület spektrumának felvétele Jasco-550 kétutas spektrofotométerrel, a készülék adatainak, ill. a mérés körülményeinek rögzítése.
- 1.6. A kalibráló oldatok, ill. az ismeretlen mintaoldatok abszorbanciájának mérése Spekol egyutas spektrofotométerrel, a készülék adatainak, ill. a mérés körülményeinek rögzítése.
- 1.7. Kalibrációs függvény készítése, a nitrátion-koncentráció és a mérési hiba számítása
- 1.8. Az elemzési eredmények szöveges értékelése

2. Mellékletek

- 1.1. táblázat. NO_3^- meghatározása ivóvízből, Na-szaliciláttal. Mérési adatok.
- 1.2. táblázat. NO_3^- meghatározása ivóvízből, Na-szaliciláttal. Számított adatok
1. ábra. NO_3^- meghatározása ivóvízből, Na-szaliciláttal. Abszorbancia-koncentráció kalibrációs függvény.
2. ábra. NO_3^- meghatározása ivóvízből, Na-szaliciláttal. A színes vegyület spektruma.

A műszeres laboratóriumi munka értékelése:

1. A mérésekre kapott átlagjegy:

a mérések elején írt beugrók, a laboron mutatott teljesítmény és a jegyzőkönyv alapján kapott 6 db jegy átlaga 0,1-re kerekítve .

2. Szóbeli beszámolóra (diger) kapott jegy:

a műszeres mérések elméleti és gyakorlati anyagából, a kijelölt oktatónál történt szóbeli beszámolón szerzett jegy 0,5-re kerekítve.

Feltétel: mind a hat gyakorlat teljesítése

Segédlet:

- az előadásokon elhangzott anyag (!!!)
- az oktatas.ch.bme.hu/oktatas/konyvek/anal/AnalLabor könyvtárban található összefoglalók

3. Analitikai példamegoldó zh.:

A félév végén (a 15. és a pótlási héten) a klasszikus és műszeres gyakorlatokkal kapcsolatos számítási feladatokból 90 perces zh., majd pótzh.

A zh. előtt általában két alkalommal, alkalmas időben felkészítő konzultációt tartunk (nem kötelező, de érdemes).

Pontozás: 15-16.5: **2**, 17-18.5: **2.5** ,
 19-20.5: **3**, 21-22.5: **3.5**,
 23-24.5: **4**, 25-26.5: **4.5**,
 27-30: **5**

Segédanyag:

az oktatas.ch.bme.hu/oktatas/konyvek/anal/AnalLabor honlapon korábbi félévek zh.-i (a feladatok eredményeivel)

A félévi jegy képzése:

A félévi jegy az **5 db részjegy** (a klasszikus és műszeres gyakorlatokra kapott átlagjegy, a két szóbeli beszámolóra kapott jegy és a példamegoldó zh.-n szerzett jegy) **számtani átlaga** egész jegyre kerekítve.

Feltétel: mindegyik részjegy legalább elégséges

Pótlás:

- a klasszikus mérések mindegyike egyszer ismételhető
- egy műszeres gyakorlat pótlaboron teljesíthető
- a szóbeli beszámoló egyszer ismételhető
- példamegoldásból pót-pótzh.

Félévismétlés esetén a legalább jó (4) részjegyet elfogadjuk, a hozzá tartozó részfeladatot nem kell megismételni.