

Informationen zum Praktikum

2. Fachsemester – quantitative Analyse von Arznei-, Hilfs- und Schadstoffen gültig ab Sommersemester 2024

Ziel der Ausbildung im 2. Semester ist es, daß die Studierenden **die quantitative Analytik von Arznei-, Hilfs- und Schadstoffen** mit den Methoden kennenlernen, die **pharmazeutisch relevant** sind und aus diesem Grund in die verschiedenen Arzneibücher aufgenommen wurden. Die von den Assistenten erstellten Versuchsprotokolle für die Durchführung der Analysen im Praktikum beruhen in der Regel auf den entsprechenden Arzneibuchvorschriften. Außerdem wird der Student in der Stöchiometrie dieser Reaktionen unterwiesen.

Für das Praktikum muss eine Anmeldung über QIS/LSF erfolgen. Nicht angemeldete StudentInnen können am Praktikum und den zugehörigen Seminaren nicht teilnehmen. Das Praktikum wird als Blockpraktikum durchgeführt. Die Öffnungszeiten des Labors werden am Anfang des Semesters bekannt gegeben. Eine erfolgreiche Teilnahme ist nur bei ausreichendem **Eigenstudium** möglich.

Die Ausbildung beginnt mit einer einwöchigen **Blockveranstaltung (Seminare)** zu den Grundlagen der Maßanalyse und zum theoretischen Hintergrund der Bestimmungsmethoden. Darüber hinaus finden statt:

- ein Sicherheitsseminar (Belehrung über die Gefahrstoffverordnung, Abfallentsorgung...)
- ein Seminar über Fehlerbetrachtung und Grundlagen der Statistik
- eine Einführung in die praktischen Grundlagen der quantitativen Analytik (Geräte)

Bei den Seminaren besteht **Anwesenheitspflicht** an allen Tagen. Während des einwöchigen Blockpraktikums darf nur entschuldigt (gegen Vorlage eines ärztlichen Attestes o.ä.) gefehlt werden. Der Inhalt des Seminars ist nachzuarbeiten.

Die Termine zu den einzelnen Lehrveranstaltungen werden am Schwarzen Brett ausgehängt oder können im Internet bei QIS/LSF und auf folgender Seite eingesehen werden:

www.pharmazie.uni-frankfurt.de/PharmChem/Lehrveranstaltungen/2_Semester/index.html

Die Themen der Vorlesungen und Seminare sind Grundlage des **Rechenseminars**, dessen **Bestehen (erfolgreiches Vorrechnen und Erklären von Aufgaben an der Tafel)** Voraussetzung für **die Durchführung des Praktikums** ist. Während des Seminars werden Rechenaufgaben bearbeitet und der theoretische Hintergrund zu den im Praktikum vorkommenden analytischen Problemen

abgeprüft. Es wird ein Wiederholungstermin angeboten. Eine Wiederholung des Rechenseminars ist erst im folgenden Semester möglich.

Während dem dreiwöchigen Praktikum finden **Platzkolloquien** statt. Die Assistenten suchen die Prüflinge zufällig am Anfang des Praktikumstages aus. Gegenstand dieser mündlichen Prüfung ist die eigene Überprüfung des Wissenstandes für jeden Studenten. Es wird ein Wiederholungstermin angeboten. Bei wiederholtem Nichtbestehen des Zwischenkolloquiums ist eine mündliche Prüfung bei Prof. Proschak und dem Semesterleiter durchzuführen. Das Zwischenkolloquium fließt mit einer Note in die Gesamtbenotung des Semesters ein.

Praktikum

Im Zeitrahmen des Praktikums sind 6 Analysen zuzüglich einer 0. Analyse (HCl) und einer Abschlussanalyse durchzuführen (siehe Arbeitsplan). Die Auswahl erfolgt zufällig vor Beginn des Praktikums.

➤ **Durchführung der Analysen (6 aus 12)**

- Die Termine für die Abgabe der Vor- und Abschlußanalysen-Protokolle sowie der Korrekturen werden in der Einführungsveranstaltung bekannt gegeben. Verspätete Abgabe der Protokolle führt zu Sanktionierung und Verkürzung des Praktikums um einen Tag.
- Jede Analyse der 6 ausgewählten Analysen muss mindestens einmal bearbeitet werden. Ist das Ergebnis einer Analyse auch nach dreimaliger Bearbeitung nicht korrekt, muß der Studierende seine Kenntnisse über das analytische Arbeiten verbessern. Dazu fertigt er ein **handschriftliches** Fehlerprotokoll an, in dem er mögliche Ursachen und Fehlerquellen für seine Fehlanalysen diskutiert und seine Meßwerte statistisch untersucht. Nach Abgabe des Protokolls besteht noch dreimal die Möglichkeit, die Analyse zu wiederholen. Danach muß das Praktikum im nächsten Semester wiederholt werden.
- Das Fehlerprotokoll enthält
 1. Beschreibung des Versuches
 2. Erläuterung von Fehlerquellen (z.B. wasserhaltige Lösungsmittel bei der wasserfreien Titration)
 3. Berechnung des Mittelwertes und der Standardabweichung der Einzelergebnisse
 4. Kritische Betrachtung der angesagten (falschen) Meßwerte
 5. Datum, Unterschrift
- Jeder Studierende darf maximal 8 Wiederholungsanalysen für die 6 Analysen und eine für die Abschlussanalyse anfertigen. Werden mehr Wiederholungsanalysen benötigt (d.h. bei mehr

als 8 falsche Analysenansagen für die 6 Analysen), muss das Praktikum im nächsten Semester wiederholt werden.

- Es besteht bei allen Analysen die Möglichkeit einer Referenzanalyse mit bekanntem Inhalt. Referenzproben für Flüssiganalysen (Nr. 1-2, 4-8, 10) sind zusammen mit der Analyse anzufordern. Für die Feststoffanalysen (Nr. 3, 9, 11 und 12) stehen Referenzsubstanzen im Praktikum zur Verfügung.
- Die Analysenergebnisse sind in nach unten angegebenem Schema zu protokollieren. Der Name des Studierenden muß gut leserlich auf der Außenseite des Heftes stehen. Der allgemeine Teil des Protokolls muss **vor** der Durchführung der Analyse erstellt werden. Da das Analysenheft die im Praktikum bearbeiteten Analysen **dokumentiert**, ist auf sorgfältige und ordentliche Anfertigung der Protokolle zu achten (sonst erfolgt keine Korrektur). Eine ordentliche Dokumentation des Versuchsablaufs ist Voraussetzung für die Korrektur des angesagten Ergebnisses.

Inhalte der Analysenprotokolle:

- ✓ Analysennummer, Analyse
 - ✓ Vorschrift (Kopie kann eingeklebt werden)
 - ✓ Theoretischer Hintergrund mit Reaktionsgleichungen zum Versuch
 - ✓ Hinreichende Dokumentation der Arbeitsschritte
 - ✓ Beschreibung sicherheitsrelevanter Aspekte (H- und P-Sätze der verwendeten Chemikalien)
 - ✓ Berechnung
 - ✓ Ansage entsprechend der Arbeitsvorschrift (andere Ansagen werden nicht akzeptiert).
 - ✓ Datum, Unterschrift
-
- Die Studierenden müssen sich **vor** der Durchführung einer Analyse mit dem theoretischen Hintergrund des Versuchs und besonderen praktischen Aspekten vertraut machen. Neben den Inhalten, die in Vorlesung und Seminaren vermittelt werden, ist hierzu auch das Eigenstudium (z.B. anhand der empfohlenen Literatur) unbedingt erforderlich. Während des Praktikums finden **Platzkolloquien** statt (siehe oben). Bei nicht ausreichendem Kenntnisstand muß der Studierende außerhalb des Praktikums seine Kenntnisse verbessern (Laborsperre).
 - Die Korrektur der Analysenhefte erfolgt während der Praktikumszeiten. Die Häufigkeit der Korrektur ist Ermessenssache des verantwortlichen Assistenten. Die letzte Korrektur erfolgt 30 Minuten vor Laborende mit Beginn des Labordienstes.
-
- **Abschlussanalyse**

Am Ende des Praktikums ist eine Abschlussanalyse anzufertigen, die die Studierenden selbständig, d.h. ohne Hilfestellung der Assistenten zu bearbeiten haben.

Zu der Analyse ist ein Protokoll nach dem angegebenen Schema (s.u.) anzufertigen und **mindestens 3 Tage vor** Anforderung der Analyse bei den Assistenten zur Korrektur vorzulegen. Die Analyse wird erst nach Genehmigung des Protokolls ausgegeben. **Voraussetzung zur Bearbeitung der Abschlussanalyse ist die korrekte Bearbeitung der zugeteilten Praktikumsanalysen.**

- Das Protokoll zur Analyse Nr. 13 enthält:
 - ✓ Name
 - ✓ Aufgabenstellung
 - ✓ Arbeitsvorschrift mit Funktion der eingesetzten Reagenzien (mit Reaktionsgleichungen!)
 - ✓ Beschreibung sicherheitsrelevanter Aspekte (H- und P-Sätze der verwendeten Chemikalien)
 - ✓ kurze (aber vollständige) Skizzierung der Berechnung der Ergebnisse
 - ✓ Endergebnis, Ansage
 - ✓ Quellenangabe
 - ✓ Datum, Unterschrift

Ist der angesagte Gehalt an Probe richtig, fertigt der Student abschließend noch eine Titrationskurve (**nur handschriftlich auf Millimeterpapier**) mit mindestens **11** errechneten Punkten an. Erst nach Abgabe der Titrationskurve und Korrektur gilt die Abschlussanalyse als bestanden. Die Titrationskurve ist spätestens **eine Tag** nach Ansage des Gehalts beim Assistenten abzugeben. **Ansonsten muss die Abschlussanalyse wiederholt werden!!!!**

➤ **Abfallentsorgung**

Erfolgt keine Entsorgung, so bleibt das Praktikum an den Tagen bis zur Entsorgung geschlossen. Nähere Information zur Abfallentsorgung sind aus den Aushängen im Praktikumssaal zu ersehen.

➤ Saaldienst

Jeder Studierende muss mindestens einmal pro Semester den Saaldienst verrichten (Labor und Wägeraum aufräumen, Abzüge kontrollieren, Fußboden fegen). Die genaue Anzahl der Dienste ist abhängig von der im Praktikum befindlichen Studenten; hierfür tragen sich jeweils 2 Studenten pro Praktikumstag in die entsprechende Liste ein. Der Saaldienst nimmt spätestens 30 Minuten vor Laborschluss seine Arbeit auf. Spätestens bis zu diesem Zeitpunkt haben alle restlichen Studenten den Praktikumsaal zu verlassen, um eine ordnungsmäÙe Durchführung des Labordienstes zu gewährleisten. Sollte niemand für den Saaldienst eingetragen sein, so obliegt dem diensthabenden Assistenten 2 Studenten mit dieser Aufgabe zu betrauen. Wird der Saaldienst nicht ordnungsgemäÙ durchgeführt, so bleibt das Praktikum am darauffolgenden Labortag geschlossen. Nähere Information zum Saaldienst sind den Aushängen im Praktikumsaal zu entnehmen.

➤ Laborputz

Am letzten Praktikumstag findet ein Laborputz statt, bei dem das Labor in einen ordnungsgemäÙen Grundzustand gebracht wird und die ausgegebenen Geräte inventarisiert werden. **Es besteht Anwesenheitspflicht** (dokumentiert durch Unterschrift).

Mitzubringen sind: Kittel, Schutzbrille, Haushaltshandschuhe, Putzmittel, Wischlappen, Küchentücher

➤ Abschlussklausur

Voraussetzung für die Teilnahme an der Abschlussklausur ist der erfolgreiche Abschluss des Praktikums. Die Klausur wird pro Semester einmal wiederholt. Bei Versäumnis, auch bei Krankheit, wird kein zusätzlicher Termin angeboten. Weitere Wiederholungen sind erst im folgenden Semester möglich. Es gelten die Wiederholungsregelungen gemäß der aktuellen Studienordnung.

Studierende, die an den Abschlussklausuren teilnehmen wollen, müssen sich über QIS/LSF anmelden. Nicht angemeldete Studierende können nicht berücksichtigt werden.

Insgesamt werden in der Klausur 100 Punkte vergeben. Die Abschlussklausur gilt als bestanden, wenn 50% (50 Punkte) der erreichbaren Maximalpunktzahl erreicht wurde.

Themengebieten der Abschlussklausur sind

- ✓ Grundlagen zur quantitativen Analytik entsprechend den Themen aus Vorlesungen, Seminaren und Studentenseminaren
- ✓ Berechnungen zur quantitativen Analytik
- ✓ Stoffchemie gemäß Gegenstandskatalog.

➤ Empfohlene Literatur (jeweils in der neuesten Auflage):

- Bracher ; (2013); Arbeitsbuch Quantitative anorganische Analyse; Govi-Verlag
- Jander/Jahr/Knoll; (2024); Maßanalyse: Titrationsen mit chemischen und physikalischen Indikationen; DE Gruyter
- Ehlers: Analytik II; (2015); Analytik II - Kurzlehrbuch: Quantitative und Instrumentelle Pharmazeutische Analytik (Wissen und Praxis); Deutscher Apotheker Verlag
- Harris: (2014); Lehrbuch der Quantitativen Analyse; Springer Spektrum
- Wurglics; (2019); Arbeitsbuch Stöchiometrie: Chemisches Rechnen für Pharmazeuten und Chemiker; Govi-Verlag
- Mortimer; (2019); Chemie; Thieme
- Kunze; (2009); Grundlagen der quantitativen Analyse; Wiley-VCH
- Arzneibücher und Kommentar (Ph.Eur., DAB, USP) sowie Lexika (***)
- Merck (Firmenbroschüre): Komplexometrische Bestimmungsmethoden mit Titriplex (*)

Fehlverhalten im Praktikum

Bei Störungen des geordneten Veranstaltungsbetriebs oder sicherheitswidrigem Verhalten durch Teilnehmer*innen entscheidet der Praktikumsleiter über angemessene Sanktionen bis hin zum zeitweiligen oder vollständigen Ausschluss aus der Veranstaltung (siehe auch Abschnitt „Sicherheits- und Verhaltensmaßnahmen“). In diesem Sinne zählt auch zu einem geordneten und störungsfreien Veranstaltungsbetrieb, dass die Regeln eines respektvollen Umgangs zwischen Teilnehmer*innen und Lehrenden jederzeit eingehalten werden. Dies schließt neben dem unmittelbaren Miteinander auch Verlautbarungen in sozialen Medien, die sich auf die Veranstaltung und die Beteiligten beziehen, mit ein.

Bei der Sicherheitsunterweisung zu Beginn der Veranstaltung werden Sicherheits- und Verhaltensmaßnahmen vorgestellt, deren Einhaltung für alle Teilnehmer*innen verpflichtend ist. Hierzu gehören unter anderem: die Bekleidungsvorschriften für das sichere Arbeiten in Laboratorien (u. a. witterungsunabhängiges Tragen von langer Kleidung, Tragen von Labormantel und Schutzbrille, Verbot der Vermummung oder Vollverschleierung, sicheres Befestigen langer Haare). Während des Praktikums ist den Anweisungen der Versuchsbetreuer*innen Folge zu leisten. Nichteinhaltung der Sicherheitsvorschriften oder Nichtbeachtung der Anweisungen der Betreuer*innen führt, nach der Maßgabe der Betreuer*innen, zu einem Saalverweis für die Dauer des betreffenden Veranstaltungstags. Anschließend entscheidet der Praktikumsleiter über weitergehende Maßnahmen, ebenso über die Konsequenzen eines wiederholten oder besonders gravierenden Verstoßes gegen die Sicherheits- und Verhaltensvorschriften.

Mit diesem Arbeitsplan werden alle vorausgegangenen Pläne ungültig.

In Kraft gesetzt: Frankfurt, den 28.03.2024
Prof. Eugen Proschak, Dr. Anna Proschak
Praktikumsleitung