

Nazwa kwalifikacji: **Wykonywanie badań analitycznych**
Oznaczenie kwalifikacji: **A.60**
Numer zadania: **01**

Wypełnia zdający

Miejsce na naklejkę z numerem
PESEL i z kodem ośrodka

Numer PESEL zdającego*

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

A.60-01-16.05

Czas trwania egzaminu: **180 minut**

EGZAMIN POTWIERDZAJĄCY KWALIFIKACJE W ZAWODZIE
Rok 2016
CZĘŚĆ PRAKTYCZNA

Instrukcja dla zdającego

1. Na pierwszej stronie arkusza egzaminacyjnego wpisz w oznaczonym miejscu swój numer PESEL i naklej naklejkę z numerem PESEL i z kodem ośrodka.
2. Na **KARCIE OCENY** w oznaczonym miejscu przyklej naklejkę z numerem PESEL oraz wpisz:
 - swój numer PESEL*,
 - oznaczenie kwalifikacji,
 - numer zadania,
 - numer stanowiska.
3. **KARTĘ OCENY** przekaz zespołowi nadzorującemu.
4. Sprawdź, czy arkusz egzaminacyjny zawiera 7 stron i nie zawiera błędów. Ewentualny brak stron lub inne usterki zgłoś przez podniesienie ręki przewodniczącemu zespołu nadzorującego.
5. Zapoznaj się z treścią zadania oraz stanowiskiem egzaminacyjnym. Masz na to 10 minut. Czas ten nie jest wliczany do czasu trwania egzaminu.
6. Czas rozpoczęcia i zakończenia pracy zapisze w widocznym miejscu przewodniczący zespołu nadzorującego.
7. Wykonaj samodzielnie zadanie egzaminacyjne. Przestrzegaj zasad bezpieczeństwa i organizacji pracy.
8. Jeżeli w zadaniu egzaminacyjnym występuje polecenie „zgłoś gotowość do oceny przez podniesienie ręki”, to zastosuj się do polecenia i poczekaj na decyzję przewodniczącego zespołu nadzorującego.
9. Po zakończeniu wykonania zadania pozostaw rezultaty oraz arkusz egzaminacyjny na swoim stanowisku lub w miejscu wskazanym przez przewodniczącego zespołu nadzorującego.
10. Po uzyskaniu zgody zespołu nadzorującego możesz opuścić salę/miejsce przeprowadzania egzaminu.

Powodzenia!

* w przypadku braku numeru PESEL – seria i numer paszportu lub innego dokumentu potwierdzającego tożsamość

Zadanie egzaminacyjne

Korzystając z zamieszczonej procedury, przeprowadź alkacymetryczne oznaczenie zawartości kwasu acetylosalicylowego w aspirynie Bayera, jeżeli zawartość substancji badanej podana przez producenta wynosi 500 mg w tablecie. Przyjmując, że uzyskany wynik analizy jest prawidłowy, oblicz błąd bezwzględny i względny, jakim jest obarczona informacja o zawartości kwasu acetylosalicylowego na opakowaniu oraz procent wagowy zawartości substancji czynnej w badanym preparacie.

Sporządź wykaz sprzętu, szkła laboratoryjnego oraz odczynników chemicznych niezbędnych do przeprowadzenia oznaczenia kwasu acetylosalicylowego w próbce – Tabela 1.

Zmontuj zestaw do miareczkowania. Napełnij biuretę titrantem. Przygotuj próbkę do analizy.

Zgłoś Przewodniczącemu ZN przez podniesienie ręki, gotowość do oceny przygotowanego zestawu do miareczkowania, biurety napełnionej titrantem i przygotowanej próbki.

Przeprowadź miareczkowanie alkacymetryczne preparatu farmaceutycznego.

Otrzymane wyniki i obliczenia zapisz w Tabeli 2.

Podczas wykonywania oznaczenia pamiętaj o zasadach organizacji pracy, przepisach bhp i ppoż.

Uporządkuj stanowisko pracy.

Czas przeznaczony na wykonanie zadania wynosi 180 minut.

Ocenię podlegać będą 4 rezultaty:

- wykaz sprzętu, szkła laboratoryjnego oraz odczynników chemicznych (Tabela 1),
- zestaw do miareczkowania i próbka przygotowana do analizy,
- dokumentacja z przeprowadzonych badań (Tabela 2),
- stanowisko pracy po wykonaniu badań analitycznych

oraz
przebieg oznaczania kwasu acetylosalicylowego w preparacie farmaceutycznym.

Procedura oznaczania kwasu acetylosalicylowego w preparacie farmaceutycznym metodą miareczkowania alkacymetrycznego

1. Przygotowanie próbki do analizy

Zważyć tabletkę badanego preparatu i zanotować jej masę. Następnie utrzeć w moździerzu. Odważyć ok. 0,1 – 0,2 g otrzymanego proszku.

2. Wykonanie analizy

Do kolby stożkowej o pojemności 250 cm³ wsypać odważoną ilość sproszkowanego preparatu i rozpuścić w 25 cm³ mianowanego roztworu wodorotlenku sodu NaOH o stężeniu 0,1 mol/dm³. Zawartość kolby przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać na łaźni wodnej przez ok. 15 minut nie doprowadzając do silnego wrzenia. Ochłodzić do temperatury pokojowej. Po ochłodzeniu dodać 1-2 krople 1% alkoholowego roztworu fenoloftaleiny. Miareczkować mianowanym roztworem kwasu siarkowego(VI) H₂SO₄ o stężeniu 0,05 mol/dm³ do odbarwienia roztworu. Miareczkowanie wykonać dla jednej naważki.

Wykonać ślepią próbę, postępując identycznie jak w analizie badanego preparatu, jednak nie dodawać substancji badanej.

3. Opracowanie wyników badań

- Masę kwasu acetylosalicylowego obliczyć ze wzoru:

$$m = \frac{C_m \cdot (V_0 - V_1) \cdot M \cdot m_t}{m_n}$$

gdzie:

m – masa kwasu acetylosalicylowego [mg]

V₁ – objętość kwasu siarkowego(VI) zużyta na zmiareczkowanie próbki właściwej [cm³]

C_m – stężenie kwasu siarkowego(VI) [mol/dm³]

V₀ – objętość kwasu siarkowego(VI) zużyta na zmiareczkowanie próby ślepej [cm³]

M – masa molowa kwasu acetylosalicylowego 180 [g/mol]

m_t – masa tabletki [mg]

m_n – masa naważki (rozdrobnionej tabletki) [mg]

- Obliczyć masę substancji czynnej w procentach wagowych.
- Obliczyć błąd bezwzględny i względny, jakim jest obarczona informacja o zawartości kwasu acetylosalicylowego w badanym preparacie, przyjmując, że uzyskany wynik analizy jest prawidłowy.

Błąd bezwzględny (Δx) – bezwzględna wartość różnicy między wartością rzeczywistą (x) a wartością otrzymanego wyniku (x_i)

$$\Delta x = |x - x_i|$$

Błąd względny ($\Delta x_{wzgl.}$) – stosunek wielkości błędu bezwzględnego (Δx) do wartości rzeczywistej (x), wyrażony w procentach.

$$\Delta x_{wzgl.} = \frac{\Delta x}{x} \cdot 100\%$$

Wyciągi z kart charakterystyki substancji chemicznych

Fenoloftaleina – roztwór 1%

Wzór chemiczny: $C_{20}H_{14}O_4$

Elementy oznakowania

Oznakowania zgodnie z rozporządzeniem (WE) nr 1272/2008 (CLP)

Piktogram:



Zwroty wskazujące rodzaj zagrożenia

H 225 Wysoce łatwopalna ciecz i pary

H 341 Może powodować wady genetyczne.

H 350 Może powodować raka

H 361 Podejrzewa się, że działa szkodliwie na płodność.

Hasło ostrzegawcze: Uwaga

Zwroty wskazujące rodzaj zagrożenia: Łatwopalna ciecz i pary.

Zwroty wskazujące środki ostrożności: Stosować rękawice ochronne. Nosić okulary ochronne lub ochronę twarzy. Chronić przed źródłami ciepła, urządzeniami iskrzącymi, otwartym ogniem i gorącymi powierzchniami. Nie palić. Używać sprzętu elektrycznego, wentylacyjnego, oświetleniowego i służącego do operowania materiałem w wersji przeciwwybuchowej. W PRZYPADKU KONTAKTU ZE SKÓRĄ (lub z włosami): Natychmiast zdjąć całą zanieczyszczoną odzież. Spłukać skórę wodą albo pod prysznicem. Przechowywać w chłodnym miejscu.

Wodorotlenek sodu – roztwór 0,1 mol/dm³

Wzór chemiczny: NaOH

Elementy oznakowania

Oznakowania zgodnie z rozporządzeniem (WE) nr 1272/2008 (CLP)

Piktogram:



Zwroty wskazujące rodzaj zagrożenia

H 290 Może powodować korozję metali.

H 315 Działa drażniąco na skórę.

H 319 Działa drażniąco na oczy.

Zwroty wskazujące środki ostrożności – zapobieganie P280

Stosować rękawice ochronne/odzież ochronną/ochronę oczu/ochronę twarzy

Zwroty wskazujące środki ostrożności - reagowanie

P302+P352 W PRZYPADKU KONTAKTU ZE SKÓRĄ: Umyć dużą ilością wody z mydłem.

P305+P351+P338 W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO OCZU: ostrożnie płukać wodą przez kilka minut.

Wyjąć soczewki kontaktowe, jeżeli są i można je łatwo usunąć. Kontynuować płukanie

Opis środków pierwszej pomocy

Uwagi ogólne

Zdjąć zanieczyszczoną odzież.

Po narażeniu przez drogi oddechowe

Zapewnić dostęp do świeżego powietrza. Zasięgnąć porady lekarza w przypadku pojawienia się jakichkolwiek wątpliwości lub jeżeli objawy nie ustępują.

Po kontakcie ze skórą

Splukać skórę pod strumieniem wody/prysznicem. Zasięgnąć porady lekarza w przypadku pojawienia się jakichkolwiek wątpliwości lub jeżeli objawy nie ustępują.

Po kontakcie z oczami

Splukiwać obficie czystą, świeżą wodą, przez co najmniej 10 minut, utrzymując otwarte powieki. W przypadku podrażnienia oczu zasięgnąć porady lekarza okulisty.

Po narażeniu przez przewód pokarmowy

Wyplukać usta. W przypadku złego samopoczucia skontaktować się z lekarzem.

Kwas siarkowy(VI) - roztwór 0,05 mol/dm³

Wzór chemiczny: H₂SO₄

Elementy oznakowania

Klasyfikacja według rozporządzenia (EC) Nr 1272/2008 [CLP/GHS]

Piktogram:



Zwroty wskazujące rodzaj zagrożenia:

H 290 Może powodować korozję metali

H 314 Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu

Postępowanie z substancją:

Stosować rękawice ochronne: kauczuk nitrylowy. Nosić okulary ochronne lub ochronę twarzy. Stosować odzież ochronną: w zależności od wykonywanego zadania należy stosować ubiór ochronny odpowiedni do potencjalnego ryzyka (fartuch laboratoryjny).

Środki pierwszej pomocy:

Drogi oddechowe: wyprowadzić lub wynieść poszkodowanego na świeże powietrze i zapewnić warunki do odpoczynku w pozycji umożliwiającej swobodne oddychanie. Natychmiast skontaktować się z lekarzem.

W przypadku połknięcia: natychmiast wezwać lekarza. NIE wywoływać wymiotów.

Kontakt ze skórą (lub z włosami): natychmiast zdjąć całą zanieczyszczoną odzież. Splukać skórę wodą, albo pod prysznicem.

Tabela 1. Wykaz sprzętu, szkła laboratoryjnego oraz odczynników chemicznych niezbędnych do przeprowadzenia oznaczenia zawartości kwasu acetylosalicylowego w preparacie farmaceutycznym

Lp.	Sprzęt laboratoryjny i wyposażenie pomocnicze	Lp.	Szkło laboratoryjne	Ilość sztuk, pojemność [cm ³]	Lp.	Odczynniki chemiczne (nazwa lub wzór, stężenie roztworu)

Tabela 2. Dokumentacja z przeprowadzonych badań

Uwaga! Wyniki obliczeń podaj z dokładnością do pierwszego miejsca po przecinku.

Lp.	Oznaczenie kwasu acetylosalicylowego w preparacie farmaceutycznym	
1.	Objętość zużytego H_2SO_4 w punkcie końcowym miareczkowania [cm^3]	$V_1 =$
2.	Objętość zużytego H_2SO_4 w punkcie końcowym miareczkowania próby ślepej [cm^3]	$V_0 =$
3.	Masa tabletki [mg]	$m_t =$
4.	Masa naważki [mg]	$m_n =$
5.	Masa kwasu acetylosalicylowego w preparacie farmaceutycznym [mg]	$m =$
6.	Procent wagowy kwasu acetylosalicylowego w badanym preparacie [%]	$X \% =$
7.	Błąd bezwzględny [mg]	$\Delta X =$
8.	Błąd względny [%]	$\Delta X_{wzgl.} =$
9.	Ocena preparatu farmaceutycznego w oparciu o dane producenta zawarte w treści zadania.	