

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.60-01-16.08

Czas trwania egzaminu: **180 minut**

EGZAMIN POTWIERDZAJĄCY KWALIFIKACJE W ZAWODZIE

Rok 2016

CZEŚĆ 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 Polopirynie Max wiedząc, że 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.

Sporządź wykaz sprzętu, szkła laboratoryjnego oraz odczynników chemicznych niezbędnych do przeprowadzenia oznaczenia kwasu – wypełnij tabelę 1.

Zmontuj zestaw do miareczkowania. Napełnij biuretę titrantem.

Uwaga

Zgłoś Przewodniczącemu ZN przez podniesienie ręki, gotowość do oceny przygotowanego zestawu do miareczkowania.

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.

Ocenie podlegać będą 4 rezultaty:

- wykaz sprzętu, szkła laboratoryjnego oraz odczynników chemicznych niezbędnych do wykonania oznaczenia kwasu acetylosalicylowego w próbce (Tabela 1),
 - zmontowany zestaw do miareczkowania,
 - 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

Zawartość kwasu acetylosalicylowego oznacza się metodą alkacymetryczną. Oznaczenie polega na hydrolizie tego kwasu na gorąco, za pomocą mianowanego roztworu wodorotlenku sodu do salicylanu i octanu sodu. Nadmiar NaOH odmiareczkuje się mianowanym roztworem kwasu siarkowego(VI) wobec fenoloftaleiny jako wskaźnika.

1. Przygotowanie próbki do analizy

Zważyć tabletkę badanego preparatu i zanotować jej masę. Następnie utrzyć w moździerzu. Odważyć ok. $0,1 \div 0,2$ g otrzymanego proszku.

2. Wykonanie analizy

Do kolby stożkowej o pojemności 250 cm^3 wsypać odważoną ilość sproszkowanego preparatu i rozpuścić w 25 cm^3 mianowanego roztworu wodorotlenku sodu NaOH o stężeniu $0,1 \text{ mol/dm}^3$. 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 $1 \div 2$ krople 1% alkoholowego roztworu fenoloftaleiny. Miareczkować mianowanym roztworem kwasu siarkowego(VI) H_2SO_4 o stężeniu $0,05 \text{ mol/dm}^3$ 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]

V_1 – objętość kwasu siarkowego(VI) zużyta na zmiareczkowanie próbki właściwej [cm^3]

C_m – stężenie kwasu siarkowego(VI) [mol/dm^3]

V_0 – objętość kwasu siarkowego(VI) zużyta na zmiareczkowanie próby ślepej [cm^3]

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

m_t – masa tabletki [mg]

m_n – masa naważki (rozdrobnionej tabletki) [mg]

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
Uwaga! Dla szkła miarowego podaj pojemność.

Lp.	Sprzęt laboratoryjny i wyposażenie pomocnicze	Lp.	Szkło laboratoryjne	Lp.	Odczynniki chemiczne (nazwa lub wzór, stężenie roztworu)

Tabela 2. Dokumentacja z przeprowadzonych badań

Uwaga! Masę kwasu acetylosalicylowego w preparacie farmaceutycznym podaj z dokładnością do całości.

Lp.	Oznaczenie kwasu acetylosalicylowego w preparacie farmaceutycznym	
1.	Objętość zużytego H ₂ SO ₄ w punkcie końcowym miareczkowania [cm ³]	V ₁ =
2.	Objętość zużytego H ₂ SO 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.	Błąd bezwzględny [mg]	ΔX =
7.	Błąd względny [%]	ΔX _{wzgl.} =
8.	Ocena preparatu farmaceutycznego w oparciu o dane producenta zawarte w treści zadania	
9.	Równanie (równania) reakcji zachodzące podczas hydrolizy kwasu acetylosalicylowego na gorąco roztworem NaOH: 	