

Diák feladatleírás

EGY FERTŐTLENÍTŐSZER ANALIZISE

Analitikai módszerek összehasonlítása és validálása

(Eredeti cím: ANALYSING ANTISEPTICS

Comparing and validating new analytical methods)

Egy analitikai laborban dolgozol, amely különféle, vény nélkül kapható gyógyhatású készítmények ellenőrzésével foglalkozik. Ezek egyike egy fertőtlenítő oldat, amelynek alkalmazása csökkenti az élő szövetek/bőr elfertőződésének lehetőségét (Magyarországon *Betadine* néven van forgalomban). Ennek a szernek a főkomponense jód. Jódot régóta használnak fertőtlenítésre. Először 1829-ben készítették a Lugol jódot, más néven Lugol oldatot, amely egy jóddoldat és egy francia orvosról, J. G. A. Lugolról neveztek el. A Lugol oldat 5 g I_2 -ot és 10 g KI-ot tartalmaz 100 cm³ vizes oldatban, teljes jódtartalma 130 mg/cm³. A jódtinktúra általában 100 mg/cm³ elemi jódot tartalmaz etanolban, de kapható 20 mg/cm³, 30 mg/cm³ and 70 mg/cm³ koncentrációban is. A jódtinktúra minden túlélő felszerelésnek elengedhetetlen tartozéka, egyrészt sérülések fertőtlenítésére, másrészt felszíni vizek ivásra alkalmassá tételére használják. Az új, jódot tartalmazó fertőtlenítőszer povidon-jódot tartalmaznak, amely egy vízben oldódó polimer I_3^- anionnal alkotott komplexe. Ennek hatása kedvezőbb, a seb gyógyulási folyamatát nem hátráltatja és az aktív jód egy része "tartalékként" a seben marad, így hosszantartó hatást eredményez. A jódtartalmú fertőtlenítőszer nagy előnye, a széles antimikrobiális spektrum, elpusztítják a legelterjedtebb kórokozók mindegyikét, sőt, ha elegendő időt várunk, még a fertőtlenítőszernek leginkább ellenálló gomba spórákat is.

Egy ilyen típusú oldatnak a jódtartalmát a laborban egy standard módszerrel határozzátok meg, de hallottál egy új eljárásról, amely előnyösnek látszik. Először ki kell próbálnod és validálnod kell az új eljárást. A validálás szót jó néhány szakterületen használják: általánosan azt az eljárást jelenti, amellyel ellenőrizzük, hogy valami eleget tesz-e egy meghatározott követelménynek. A validálás magában foglalja, hogy egy megoldásról vagy eljárásról tanúsíthatjuk, hogy az korrekt. Az utolsó lépés, hogy összehasonlítsd a két módszer költség- és munkaigényét.

Rövid összefoglaló

A laboratórium már több éve nagy gyakoralattal és jó eredménnyel alkalmazza egy fertőtlenítő oldat jódtartalmának meghatározására a jodometriás titrálást keményítőt használva a végpontjelzésre. Az "új" ötlet egy potenciometriás mérés. Össze kell hasonlítanod a potenciometriás titrálással kapott eredményeket a keményítőt alkalmazó titrálás eredményeivel.

Hogyan lehet megállapítani, hogy a két módszer között szignifikáns-e a különbség? A választ egy erre alkalmas statisztikai kiértékelés, az F-teszt adja meg. Ha az F-teszt eredménye azt mutatja, hogy a két módszer szórásértéke nem különbözik szignifikánsan, akkor az új módszert el lehet fogadni (ha gyorsabb és/vagy olcsóbb). Ebben az utolsó mondatban szerepelt a szórás: mit jelent ez? A szórás a megismételt mérések egyezésének mértékét mutatja meg - az eredmény *reprodukálhatóságára* utal. Ha egy adott módszerrel kapott

eredmény szórása kicsi, még azt is ellenőrizni kell, hogy a "valódi" és a mért érték között mekkora az eltérés – ez mutatja meg a módszer *pontosságát*.

A szórás és a pontosság között azért kell különbséget tenni, mert két különböző típusú hibával kell számolnunk: a szisztematikus és a statisztikus (véletlenszerű) hibával. Például a potenciometriás titrálásnál szisztematikus hibát okozhat a szerves molekula adszorpciója a platinaelektrod felületén. Ez a jelenség a végpont eltolódását okozhatja. Ha az adszorpció reprodukálható, akkor a titrálás eredményének szórása lehet *kicsi*. Ha a keményítő indikátorral kapott eredményt elfogadjuk "valódi" értéknek és a potenciometriás mérés eredménye ehhez képest nagy eltérést mutat, akkor a potenciometriás módszer *pontossága kicsi*.

Ha a potenciometriás módszer eredménye közel esik a "valódi" értékhez, azaz a két módszer pontossága hasonló, akkor a következő lépés a két analitikai eljárás szórásának összehasonlítása.

A statisztikus hibák a kísérleti bizonytalanságokat tükrözik. Ezek minden analitikai módszernél jelen vannak. A párhuzamos mérések számának növelésével ezt a hibát csökkenteni lehet.

Végül hasonlítsd össze a két módszer költségigényét! Ha a potenciometria mind szakmai, mind pénzügyi szempontból kedvező, akkor a "régi" keményítő módszer helyettesíthető a potenciometriával.

Elvégzendő vizsgálatok

A csoport létszáma: két tanuló.

Mielőtt hozzákezdtek a laboratóriumi munkához, olvassátok el a **StandardBase** potenciometriára és jodometriára vonatkozó részeit („Redox titration” és „Potentiometry”). A kísérleti munka megtervezéséhez ugyancsak meg kell ismernetek az F-tesztet, és figyelembe kell venni, hogy hány párhuzamos titrálást kell elvégeznetek. Vegyétek figyelembe a rendelkezésekre álló laboratóriumi időt!

Nézzetek utána, hogy a ti országotokban milyen jódtartalmú fertőtlenítő oldat van forgalomban! A jódtartalom vízben nagyon kevésbé oldódik: szobahőmérsékleten $3,5 \text{ mg/cm}^3$ az oldhatósága. Régebben a fertőtlenítő oldatok jódtartalmát úgy növelték meg $48\text{--}52 \text{ mg/cm}^3$ -re, hogy $37\text{--}44 \text{ mg/cm}^3$ KI-ot adtak hozzá, és oldószerként etanolt használtak. Újabban egy komplexképző reagens hozzáadásával kellően magas jódkoncentráció érhető el vizes oldatban. A *Betadine*-ban az aktív jódtartalom 10 mg/cm^3 .

Feladatok

Miután gondosan elolvastátok a gyakorlati feladatokat, osszátok fel a munkát egymás között! A kísérleti munkára 360 perc áll majd rendelkezésetekre.

Egyikőtök készítse el a standardizált $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ oldatot, míg a másikatok a keményítő és a KIO_3 oldatokat (lásd **Tanulói adatlap: Oldatok készítése**). Ezután egyikőtök keményítő indikátor mellett titrálja meg a mintát, mialatt a másikatok elvégzi a potenciometriás mérést. Mindketten 5-5 párhuzamost mérjete.

1. feladat

A **"Tanulói adatlap: A $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldat standardizálása"** felhasználásával határozd meg a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ oldat pontos koncentrációját. Ezt minden nap el kell végezni.

2. feladat

A **"Tanulói adatlap: A minta titrálása keményítő indikátorral"** felhasználásával titrálj meg a *Betadine* mintát $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldattal.

3. feladat

A **"Tanulói adatlap: A minta potenciometriás titrálása"** felhasználásával titrálj meg a *Betadine* mintát $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldattal.

5-5 párhuzamos mérést végezzetek, hogy a statisztikus hibát csökkentsétek.

A gyakorlati munka megkezdése előtt kockázatbecslést kell végezni.

Mérési eredmények

A kísérleti eredmények kiértékelése

A **"Tanulói adatlap: A kísérleti eredmények kiértékelése"** felhasználásával számoljátok ki

- a mérőoldat koncentrációját
- a jódtartalmat, a kétféle méréssorozatból külön-külön
- a standard deviációt (azaz a „szórást”) mindkét módszer esetében
- az F értéket.

A két módszer szórásának különbségét figyelembe véve, döntsétek el, van-e szignifikáns eltérés a „rég” és az „új” módszer között.

Költségvetés

Számítsátok ki a felhasznált vegyszerek költségét! Az árakat katalógusokban találjátok meg.

Mennyi időt fordítottatok az analízisre, amíg a végső analitikai eredményt megkaptátok? Próbáljátok információt kapni arról, hogy az országokban mennyi egy technikus órábéra. Ezt is vegyétek figyelembe.

Hasonlítsátok össze a két módszer költségigényét!

Végső következtetés

Végül milyen döntést hoztok? Áttértek a potenciometriára a hagyományos keményítő indikátoros módszerről?

Önellenőrző feladatok diákoknak

Ez a feladat arról szól, hogyan kell alkalmazni a természettudományos ismereteket problémamegoldás során, megtapasztalni a csapatban való munkát és hogyan kell kezelni az anyagi és pénzügyi erőforrásokat.

Ismertesd 50-100 szóban:

- milyen természettudományos készségeket és ismereteket használtál fel, és milyen hatékonyan alkalmaztad ezeket
- milyen előnyeit láttad a csapatmunkának
- hogyan tudtátok megvalósítani az idő- és munkabeosztásra vonatkozó terveket

- hogyan tudtátok megvalósítani a költségvetési terveteket

Tanulói adatlap: Oldatok készítése

Készítsétek el a következő oldatokat:

Na₂S₂O₃ mérőoldat

Mérjete be 4,96 g Na₂S₂O₃·5H₂O-t. Oldjátok fel desztillált vízben, mossátok át egy 1000 cm³-es mérőlombikba, töltsétek jelre. Az így kapott oldat koncentrációja kb. 0,02 mol/dm³.

KIO₃ oldat a mérőoldat standardizálásához

Analitikai mérlegen mérjete be 0,7133 g KIO₃-ot. Desztillált vízben oldjátok fel, és maradék nélkül mossátok át egy 1000 cm³-es mérőlombikba, majd töltsétek jelre. Az így kapott oldat koncentrációja 1/300 mol/dm³. Tehát 1,00 cm³ oldat 3,1622 × 10⁻³ g Na₂S₂O₃-tal lesz egyenértékű. Ez az oldat hosszú ideig tárolható, anélkül, hogy a koncentrációja változna.

Keményítő indikátor oldat

Mérjete le 1,0 g vízzeloldható keményítőt. Oldjátok fel 100 cm³ desztillált vízben, adjatok hozzá 0,1 g szalicilsavat és forraljátok fel. Hűtsétek le, öntsétek át egy jól záródó üvegbe. Így pár hétig tárolható.

Tanulói adatlap: A $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldat standardizálása

Pipettázzatok $10,00\text{ cm}^3$ KIO_3 oldatot egy 100 cm^3 -es üveg dugós Erlenmeyer lombikba. Adjatok hozzá 30 cm^3 desztillált vizet, 2 cm^3 20%-os HCl -at és $0,3\text{ g}$ KI -ot. 1-2 perc várakozás után titráljátok meg a $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mérőoldattal. Amikor az oldat színe halványsárgára változik, adjatok hozzá 1 cm^3 keményítőt. Elszíntelenedésig titráljátok tovább az oldatot.

Tanulói adatlap: A minta titrálása keményítő indikátorral

A *Betadine* 10 mg/cm³ szabad jódot tartalmaz.

Pipetázzatok 5,00 cm³ *Betadine*-t egy 100 cm³-es Erlenmeyer lombikba. Adjatok hozzá 30 cm³ desztillált vizet és azonnal titráljátok meg a Na₂S₂O₃ mérőoldattal. Amikor a sötétbarna oldat már sárga színű, adjatok hozzá 1 cm³ keményítő indikátort és folytassátok a titrálást, amíg az oldat elszíntelenedik.

Tanulói adatlap: A minta potenciometriás titrálása

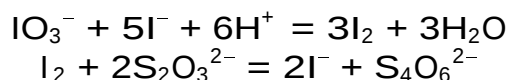
5,00 cm³ *Betadine*-t pipettázzatok egy 250 cm³-es főzőpohárba, adjatok hozzá kb. 50 cm³ desztillált vizet.

Merítsetek az oldatba egy sima platina- és egy kalomelelektódot. Tegyétek a főzőpoharat egy mágneses keverőre, csatlakoztassátok az elektródokat egy mV/pH mérőhöz. Állandó keverés mellett titráljátok a mintát. Amíg a minta színe barna, a mérőoldatot 1,00-1,00 cm³-enként adagoljátok, amikor a szín halványul, a mérőoldat adagolását 0,2-0,2 cm³-re csökkentsetek.

Tanulói adatlap: A kísérleti eredmények kiértékelése

A mérőoldat koncentrációjának kiszámítása

10,00 cm³ KIO₃ oldatból a IO₃⁻ + I⁻ reakcióban keletkező jód 2 x 10⁻⁴ mol Na₂S₂O₃-tal reagál



A mérőoldat koncentrációja tehát

$$c_{\text{mérőoldat}} = \frac{1000 \times 2 \times 10^{-4} \text{ (mol)}}{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \text{ (cm}^3\text{)}} \quad \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}$$

Számoljátok ki a minta jódtartalmát az 5-5 párhuzamosból mindkét módszer esetében, külön-külön.

$$x = \frac{126.90 \left(\frac{\text{g}}{\text{mol}} \right) \times V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \text{ (cm}^3\text{)} \times c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \left(\frac{\text{mol}}{\text{cm}^3} \right)}{V_{\text{pipetta}} \text{ (cm}^3\text{)}} \quad \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$$

A standard deviáció kiszámítása

Határozzátok meg a két módszer esetében a standard deviációt külön-külön.

$$S_{\text{keményítő}} = \left[\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{(N-1)} \right]^{\frac{1}{2}}$$

$$S_{\text{potenciometria}} = \left[\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{(N-1)} \right]^{\frac{1}{2}}$$

ahol

x_i az egyes mérésekre kapott eredmény

$\bar{x}$ az egyes mérések eredményeinek átlaga

N a párhuzamos mérések száma

Az F-teszt alkalmazása

Egy analitikai kémiai tankönyvben nézzetek utána, mit is jelent az F-teszt (például G. D. Christian: Analytical Chemistry, 4th Edition, John Wiley & Sons, 1986). Ha mélyebb ismereteket akartok szerezni az F-teszt elméleti alapjairól, látogassatok az *Egyéb források* címszó alatt felsorolt weboldalakra. A fent említett analitikai kémiai tankönyvben egy példa található arra, hogyan lehet az F-tesztet olyan esetben alkalmazni, amikor egy új analitikai kémiai módszert akarunk összehasonlítani egy elfogadott eljárással.

Az analitikai eredményeitek két sorozatára kiszámított standard deviációkból, $S_{\text{keményítő}}$ és $S_{\text{potenciometria}}$, F úgy definiálható, hogy:

$$F = \frac{S_{\text{keményítő}}^2}{S_{\text{potenciometria}}^2}$$

ha $S_{\text{keményítő}} > S_{\text{potenciometria}}$,
vagy

$$F = \frac{S_{\text{potenciometria}}^2}{S_{\text{keményítő}}^2}$$

ha $S_{\text{potenciometria}} > S_{\text{keményítő}}$

Mivel F értéke mindig 1-nél nagyobb kell legyen.

A kiszámított standard deviációkból F meghatározható.

A statisztikai programcsomagokban az F -értékeket táblázatokban találjátok meg, például 95%-os megbízhatósági szintre a következőképpen:

$(N - 1)_{\text{keményítő}}$	2	3	4	5	6
$(N - 1)_{\text{potenciometria}}$					
2	19,00	19,16	19,25	19,30	19,33
3	9,55	9,28	9,12	9,01	8,94
4	6,94	6,59	6,39	6,26	6,16
5	5,79	5,41	5,19	5,05	4,95
6	5,14	4,76	4,53	4,39	4,28

Ebben a feladatban mindkét eljárásnál a párhuzamos mérések számára ötöt javasoltunk, tehát:

$$(N - 1)_{\text{keményítő}} = (N - 1)_{\text{potenciometria}} = 4$$

az ehhez tartozó F -érték a táblázatban 6,39. Ha a számított F -érték kisebb, mint 6,39, akkor 95%-os megbízhatósággal levonhatjuk azt a következtetést, hogy a két eljárás szórása nem különbözik szignifikánsan egymástól.

Tehát eldönthetitek, hogy vajon van-e szignifikáns eltérés a "régi" és az "új" módszer között a szórás szempontjából.

This document was created with Win2PDF available at <http://www.daneprairie.com>.
The unregistered version of Win2PDF is for evaluation or non-commercial use only.