



КОНКУРСНОЕ ЗАДАНИЕ

Чемпионат JuniorSkills 2018

КОМПЕТЕНЦИЯ

Лабораторный химический анализ 14+

Конкурсное задание включает в себя следующие разделы:

1. Введение
2. Формы участия в чемпионате
3. Задание для чемпионата
4. Модули задания и необходимое время на их выполнение
5. Критерии оценки
6. Необходимые приложения

ВВЕДЕНИЕ

1.1. Название профессиональной компетенции:

Chemical Analysis Service. **Лабораторный химический анализ.**

1.2. Описание профессиональной компетенции.

Компетенция «Лабораторный химический анализ» (Chemical Analysis Service) включает в себя выполнение работ по химическому анализу продукции различных отраслей промышленности. Лаборант химического анализа осуществляет подготовку и отбор проб для выполнения аналитического контроля, выполняет анализ по методикам, готовит отчётную документацию по результатам испытаний.

1.3. Сопроводительная документация

Конкурсное задание содержит лишь информацию, относящуюся к характеристике объема задания и основным видам деятельности при его выполнении. Для подготовки участников к чемпионату по данной компетенции необходимо использовать следующие документы:

- Техническое описание компетенции «Лабораторный химический анализ»;
- Правила техники безопасности и охраны труда;
- Критерии оценки (файлы *.xls);
- Инфраструктурный лист.

2. ФОРМЫ УЧАСТИЯ В ЧЕМПИОНАТЕ

Чемпионат предполагает командное участие (команда состоит из двух человек), поэтому конкурсное задание рассчитано на командное выполнение.

3. ЗАДАНИЕ ДЛЯ ЧЕМПИОНАТА

Участники чемпионата получают текстовое описание задания, методики выполнения лабораторного эксперимента, объекты исследования, набор необходимого лабораторного оборудования (лабораторная посуда, нагревательные приборы, весы и т.п), реактивы, возможно использование специального оборудования (рН-метр, счётчик капель). Основным оборудованием является лабораторный стол, на котором проводится вся экспериментальная работа.

Задание. Проведение анализов жидких лекарственных препаратов для определения соответствия их количественных и качественных показателей установленным стандартам.

Конкурсное задание имеет несколько модулей, выполняемых последовательно. Каждый выполненный модуль оценивается отдельно.

Выполнение задания включает в себя:

- знакомство с методиками предлагаемого эксперимента;
- планирование эксперимента с соблюдением техники безопасности и правил проведения лабораторных испытаний;
- подбор необходимого оборудования;
- выполнение эксперимента согласно методикам;
- анализ полученных результатов;
- подготовка отчётной документации о соответствии продукции требованиям в нормативной документации.

Окончательные аспекты критериев оценки уточняются членами жюри. Оценка производится в соответствии с утвержденной экспертами схемой оценки. Если участник конкурса не выполняет требования техники безопасности, подвергает опасности себя или других конкурсантов, такой участник может быть отстранен от конкурса.

Во время выполнения эксперимента участники обязаны пользоваться халатом, перчатками, головным убором, очками (при необходимости).

Время и детали конкурсного задания в зависимости от конкурсных условий могут быть изменены членами жюри.

Конкурсное задание должно выполняться помодульно. Оценка осуществляется во время выполнения модуля.

В целях безопасности и сохранения здоровья участников во время соревнований допускается выполнение ряда операций проводимого эксперимента техническим экспертом площадки.

4. МОДУЛИ ЗАДАНИЯ И НЕОБХОДИМОЕ ВРЕМЯ

Модули и время сведены в таблицу 1

Таблица 1.

№ п/п	Наименование модуля	Время на задание
1	Модуль 1. Выполнение работ по подготовке анализа, приготовлению проб, реактивов и растворов.	1,5 часа
2	Модуль 2. Проведение химического анализа на определение содержания веществ и элементов.	2,5 часа
3	Модуль 3. Определение количественного содержания веществ и элементов титриметрическим методом.	4 часа
4	Модуль 4. Проведение титриметрического анализа на автоматических титраторах (счётчиках капель).	2, 5 часа
5	Модуль 5. Подготовка отчётной документации по результатам анализов.	1, 5 часа

Модуль 1 Выполнение работ по подготовке анализа, приготовлению проб, реактивов и растворов.

Команде участников выдаются лекарственные препараты (раствор Люголя), сопутствующие реактивы, методики (подготовка проб, приготовления растворов, качественного анализа, титриметрического определения содержания веществ и элементов), журнал эксперимента. Необходимое оборудование располагается на конкурсной площадке.

Изучив методики проведения эксперимента участникам необходимо составить план проведения работ, провести подготовку проб, реактивов и растворов, фиксировать в журнале ход эксперимента.

Допускается участниками не последовательное выполнение заданий модуля.

На выполнение модуля отводится 1,5 часа. Перед началом выполнения модуля участники знакомятся с особенностями техники безопасности и правилами работы по выполнению конкурсного задания.

Модуль 2 Проведение химического анализа на определение содержания веществ и элементов.

Команде участников выдаются лекарственные препараты (раствор Люголя), сопутствующие реактивы, а также методики обнаружения содержания молекулярного йода и йодид иона в растворе Люголя. Необходимое оборудование располагается на конкурсной площадке (лабораторная посуда, электроплитки, спиртовки, водяная баня, весы и др.).

Команде необходимо провести качественный анализ лекарственных препаратов раствора Люголя по предложенной методике, фиксировать в журнале ход эксперимента. Допускается не последовательное выполнение заданий модуля.

На выполнение модуля отводится 2,5 часа. Перед началом выполнения модуля участники знакомятся с особенностями техники безопасности и правилами работы по выполнению конкурсного задания.

М о д у л ь 3 О п р е д е л е н и е к о л и ч е с т в е н н о г о с о д е р ж а н и я в е щ е с т в и э л е м е н т о в

титриметрическим методом

Команда участников использует подготовленные пробы лекарственных препаратов (раствор Люголя), сопутствующие реактивы и растворы, методику количественного анализа на содержание веществ и элементов титриметрическим методом. Необходимое оборудование располагается на конкурсной площадке (лабораторная посуда, установка для титрования, нагревательные приборы, весы и др.).

Команде необходимо провести количественный анализ препаратов методом титрования, фиксировать в журнале ход эксперимента. Допускается не последовательное выполнение заданий модуля.

На выполнение модуля отводится 4 часа. Перед началом выполнения модуля участники знакомятся с особенностями техники безопасности и правилами работы по выполнению конкурсного задания.

Модуль 4. Проведение титриметрического анализа на автоматических титраторах (счётчиках капель).

Для получения более достоверных результатов количественный анализ препаратов предлагается выполнить, используя цифровой высокоскоростной счётчик капель. Команда участников использует подготовленные пробы лекарственных препаратов (раствор Люголя), сопутствующие реактивы и растворы, методику количественного анализа содержания веществ и элементов титриметрическим методом на высокоскоростном счётчике капель (автоматический титратор) цифровой лаборатории PASCO. Необходимое дополнительное оборудование располагается на конкурсной площадке (лабораторная посуда, нагревательные приборы, весы и др.).

На выполнение модуля отводится 2,5 часа. Перед началом выполнения модуля участники знакомятся с особенностями техники безопасности и правилами работы по выполнению конкурсного задания. Возможно проведение ознакомительного мастер-класса по работе на цифровом оборудовании.

Модуль 5. Подготовка отчётной документации по результатам анализов.

Команда участников перед началом работы получает соответствующую нормативную документацию на лекарственные препараты (раствор Люголя), форму отчётной документации.

Участники, используя результаты предыдущих модулей, производят необходимые расчёты, работают с нормативной документацией, оформляют отчётную документацию.

На выполнение модуля отводится 1, 5 часа.

6. НЕОБХОДИМЫЕ ПРИЛОЖЕНИЯ

МЕТОДИКИ УЧАСТНИКАМ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ЗАДАНИЯ

Лекарственные препараты: Раствор Люголя (Solutio Lugoli)

Модуль 1 Выполнение работ по подготовке анализа, приготовлению проб, реактивов и растворов.

Методика подготовки пробы раствора Люголя для обнаружения молекулярного йода в препарате.

В пробирку при помощи градуировочной пипетки отобрать пробу исследуемого препарата объемом 0,5 мл.

Методика приготовления раствора крахмала для обнаружения молекулярного йода в растворе Люголя.

Раствор крахмала необходимо приготовить в химическом стакане из термостойкого стекла на 50 см³.

Внимание! При работе на электроплитке используйте термоперчатки. Нагретый химический стакан размещайте на корковой подставке.

1. В химическом стакане из термостойкого стекла на электроплитке вскипятите 25 мл воды, добавив в нее предварительно несколько кристалликов поваренной соли.
2. В фарфоровой чашке разотрите немного крахмала (0,5г) с небольшим объемом дистиллированной воды (5 мл) до получения однородной жидкой массы.
3. Полученную смесь вылейте в кипящий раствор соли и при перемешивании доведите его вновь до кипения. Смесь крахмала переливайте аккуратно по стеклянной палочке.
4. Когда жидкость станет прозрачной, добавьте в стакан еще 15 мл дистиллированной воды и охладите.

Примечание: соль в растворе увеличивает срок хранения раствора крахмала, который обычно быстро портится и плесневеет. Раствор крахмала используют как индикатор для обнаружения свободного йода, в присутствии которого появляется синяя окраска

Методика подготовки пробы раствора Люголя для количественного анализа препарата.

Пробу исследуемого препарата отобрать градуировочной пипеткой объёмом 10 мл в мерную колбу и затем довести дистиллированной водой до метки (100 мл).

Модуль 2 Проведение химического анализа на определение содержание веществ и элементов.

Методика обнаружения молекулярного йода в растворе Люголя.

В пробирку с пробой препарата прибавить 1 каплю раствора крахмала.

Примечание: если в препарате находится молекулярный йод, то проба при добавлении крахмала окрасится в синий цвет.

Методика обнаружения йодид ионов в растворе Люголя.

2-3 капли исследуемого препарата выпарить в фарфоровой чашке (для выпаривания) до обесцвечивания (улетучивания йода). Остаток растворить в 1 мл воды (пробу воды отобрать градуировочной пипеткой) и перенести раствор в пробирку. Затем прибавить 1 мл хлороформа. К пробе с хлороформом прибавить капельной пипеткой 2-3 капли хлорной воды.

Внимание! Прибавление хлороформа и хлорной воды осуществляется в вытяжном шкафу техническим экспертом площадки.

Далее при помощи пинцета добавить кристалл хлорамина и энергично встряхнуть пробирку.

Примечание: хлорная вода выделяет из растворов иодидов свободный йод, который окрашивает хлороформ в фиолетовый цвет.

Методика определения подлинности раствора адреналина гидротартрата.

Опыт 1.

К 1-2 каплям 0,1 % раствора препарата прибавить 1 каплю 3% раствора железа (III) хлорида; появляется изумрудно-зеленое окрашивание, которое при добавлении 1-2 капель раствора гидроксида аммония постепенно переходит в вишнево-красное.

Опыт 2.

К 1 мл 0,1 % раствора препарата добавить несколько кристалликов калия йодата и 1 мл 0,1 М свежеприготовленного раствора натрия нитрита (раствор можно слегка подогреть). Через 3-4 мин появляется красное окрашивание. Среди образующихся продуктов - адренохром.

Опыт 3.

К 1 мл 0,1 % раствора препарата добавить 9 мл буферного раствора с рН 3,56 и 1 мл 0,05 моль/л раствора йода и оставить на 5 мин. Затем прибавить 2 мл 0,1 моль/л раствора натрия тиосульфата. Раствор окрашивается в красно-фиолетовый цвет. Повторить определение с буферным раствором (рН 6,5). Появляется красное окрашивание.

Модуль 3 Определение количественного содержания веществ и элементов титриметрическим методом.

Методика количественного анализа раствора Люголя на титриметрической установке.

Для выполнения задания необходимы пробы препарата подготовленные в задании 3 модуля 1.

1. Количественное определение йода молекулярного (I₂)

Из полученного разведения (*задание 3 модуля 1*) берут пробу объёмом 20 мл и титруют 0,1Н раствором тиосульфата натрия (Na₂S₂O₃) до обесцвечивания жидкости (V₁,мл).

2. Количественное определение йодида калия (суммарное титрование).

К оттитрованному раствору (*после определения йода*) прибавляют 10 мл воды и 5 мл разведенной уксусной кислоты. *Примечание: пробу воды и уксусной кислоты отбирают градуировочной пипеткой.*

Затем 10 капель 0,5% раствора эозината натрия и титруют 0,1Н раствором нитрата серебра при встряхивании до ярко-розового окрашенного осадка и образования прозрачной жидкости над ним (V₂, мл).

Модуль 4. Проведение титриметрического анализа на автоматических титраторах (счётчиках капель).

Примечание: титрант должен быть приготовлен организаторами перед проведением анализа.

При контроле качества лекарственных препаратов важным является максимальная точность полученных результатов исследования. При количественном анализе препаратов методом титрования во время подачи титранта в области эквивалентной точки важно не допустить искажения результата из-за перетитрования раствора. В химической лаборатории хорошим помощником в этом вопросе может послужить автоматический счётчик капель.

Счетчик капель - это оптический датчик, безошибочно фиксирующий количество капель титранта, добавленных во время титрования. Программное обеспечение счетчика капель автоматически переводит количество капель в объем. В автоматических бюретках шприцевого типа количество израсходованного титранта обычно определяется по величине перемещения поршня. Шприцевые бюретки обеспечивают точность измерения объема израсходованного титранта примерно ±1%.

Для более точных результатов количественный анализ провести не менее трёх раз одного препарата.

Методика приготовления пробы для количественного анализа раствора протаргола на автоматическом титраторе (счётчике капель).

В химический стакан из термостойкого стекла к 2 мл исследуемого препарата прибавить 2 мл разведенной азотной кислоты, перемешать при слабом нагревании до обесцвечивания. *Пробу препарата и кислоты отбирают градуировочной пипеткой. Нагревание производят на электроплитке.*

Затем капельной пипеткой прибавить 10 капель железо-аммонийных квасцов и титровать с помощью цифрового счётчика капель 0,02N раствором тиоцианата аммония до розовато-желтого окрашивания (V).

Методика подготовки прибора.

Калибровка датчика капель производится следующим образом:

1. Пластиковый шприц на 60 см³ заполняется титрантом (тиоцианатом аммония).
2. Открываются оба крана на шприце, и с помощью верхнего крана скорость капания устанавливается примерно равной одной капле за секунду. Нижний кран закрывают, когда необходимая скорость достигнута.
3. Присоединяется высокочастотный счётчик капель таким образом, чтобы носик шприца попадал в открытую считывающую часть счётчика капель. Включают счётчик капель. Включают программу SPARKvue/SPARKSLS.
4. Снизу под счётчиком капель подставляют градуированный цилиндр на (минимум) 10 см³, таким образом, чтобы цилиндр стоял прямо под открытой частью счётчика капель.
5. При открытом в программе SPARKvue базовом рабочем окне (**Homescreen**), открывают нижний кран бюретки, позволяя титранту выливаться в цилиндр, проходя при этом через счётчик капель.
6. Когда в цилиндре набирается примерно 10 см³ тиоцианата аммония, нижний кран закрывают.
7. Записывают точное значение объёма титранта в цилиндре.
8. Нажимают на кнопку «Инструменты» (**ExperimentTools**) в программе SPARKvue. Выбирают «Калибровать Сенсор» (**CalibrateSensor**).
9. В разделе «Сенсор» (**Sensor**) выбирают «Счётчик капель» (**DropCounter**) в выпадающем меню. В разделе «Измерение» (Measurement) выбирают вариант «Объём жидкости (мл)» (**FluidVolume (ml)**) в выпадающем меню. В разделе «Тип калибровки» выбирают вариант **1 point (AdjustSlopeOnly)** в выпадающем меню.
10. Нажимают на стрелочку **NEXT** внизу экрана – открывается экран калибровки сенсора (заголовок экрана: «**CalibrateSensor: EnterValues**»).
11. В поле CalibrationPoint 2 в разделе **StandardValue** ввести точный объём набранный в цилиндр.
12. В поле CalibrationPoint 2 так же нажать на кнопку **ReadFromSensor**.

13. Нажать **OK** в поле CalibrationPoint 2, и затем нажать **OK** ещё раз. Произойдёт калибровка датчика капель и выход из экрана **ExperimentTools**.

Методика определения точки эквивалентности

1. Подготовленную пробу препарата помещают в химическом стакане размещают под краном и датчиком счётчика капель.
2. Запустить софт для сбора данных.
3. Запустить перемешивание раствора с помощью магнитной мешалки.
4. Начать запись данных нажатием соответствующей виртуальной кнопки.
5. Открыть нижний краник таким образом, чтобы капли падали примерно по одной в секунду.
6. Наблюдать за записью на экране объёмом титранта и раствором в химическом стакане. После того как будет достигнута точка эквивалентности (образование ярко-розового окрашивания), закрыть нижний кран и остановить запись данных.
7. Определить объём титранта, который пошёл на достижение точки эквивалентности. Выписать этот объём.
10. Повторить эксперимент ещё два раза. Выписать все три объёма.

Модуль 5. Подготовка отчётной документации по результатам анализов.

Методика расчёта содержания йода в пробах раствора Люголя.

При расчёте титра (T_1) использовать соотношение: 1 мл 0,1N раствора тиосульфата натрия соответствует 0,01269 г йода.

Произвести расчет содержания йода (X_1 , г) в каждой пробе раствора Люголя по формуле :

$$X_1 = \frac{V_1 * K_1 * T_1 * W * P}{a * V_a}$$

Методика расчёта содержания йодида калия в пробах раствора Люголя.

При расчёте титра (T_2) использовать соотношение: 1 мл 0,1N раствора нитрата серебра соответствует 0,0166 г йодида калия.

Произвести расчет содержания калия йодида (X_2 , г) в каждой пробе раствора Люголя по формуле:

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot K_2 \cdot T_2 \cdot W \cdot P}{a \cdot V_a}$$

Примечание для задания 1 и 2: V_2 - объем 0,1Н раствора AgNO_3 , пошедшего на суммарное титрование, мл; V_1 - объем 0,1Н раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, пошедшего на титрование йода, мл; K_1 - поправочный коэффициент к титру стандартного раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; K_2 - поправочный коэффициент к титру стандартного раствора AgNO_3 ; T_1 - титр по определяемому веществу (для I_2); T_2 - титр по определяемому веществу (для I^-); V_a - объем разведения, взятый для определения (20мл); W - конечный объем разведения (10 мл); a - объем лекарственной формы, отобранный для разведения (1 мл); P - объем лекарственной формы по прописи (100 мл).