

Hinweise zur Bearbeitung der Validierungsprotokolle

Im Praktikum wird eine vereinfachte Methodvalidierung durchgeführt. Der Ablauf gestaltet sich wie folgt (Rückfragen/Anregungen/Kritik jederzeit möglich; Betreuer des Versuchs: Simone Bach, Falk Schulte):

- Jede Box erhält eine Probe Ascorbinsäure (Gehalt wird angegeben, Gesamteinwaage bestimmen!), wobei diese mit einem Hilfsstoff (wird angegeben, verwendete Ascorbinsäure weist einen Gehalt von 99% auf) verunreinigt sein kann. Jede Box wählt aus den drei möglichen Bestimmungsverfahren Säure-Base-Titration (Alkalimetrie), UV/Vis-Bestimmung und iodometrische Titration zwei (sinnvolle!) Verfahren aus. Sollten in der Literatur keine verwendbaren Vorschriften zu finden sein, so können bzw. müssen die Methoden selbst entwickelt werden.
- Im ersten Schritt (**jede Box separat!!**) erfolgt die Titration einer **Referenz (≥ 3 Titrationen)** bei den beiden Titrationsverfahren sowie gegebenenfalls die Konzentrations- bzw. Faktorbestimmung der Maßlösung oder die Erstellung einer **Kalibriergeraden (≥ 5 Messpunkte)**, Angabe der Gleichung der Regressionsgeraden) für die UV/Vis-Bestimmung.
- Die Daten für **jeweils sechs Gehaltsbestimmungen der Probe** (sinnvolle Einwaagen für die Probe und alle Lösungen wählen!) werden in die Tabellen eingetragen und jeweils die absoluten [mg] und relativen Gehalte ([%], bezogen auf die Einwaage) berechnet. Abschließend wird über alle Werte der Mittelwert des relativen Gehalts bestimmt.
- Als nächstes sollen die absolute [%] und relative [%] Standardabweichung (jeweils ausgehend von den relativen Gehaltswerten) berechnet werden. Weiterhin soll davon ausgehend eine Messunsicherheit Δx berechnet werden, so dass mit 95%-iger Wahrscheinlichkeit davon ausgegangen werden kann, dass der wahre Gehalt μ in einem Intervall $\bar{x} \pm \Delta x$ [\pm %] liegt. Normalverteilung wird vorausgesetzt. Achtung!: Nicht zu verwechseln mit den Intervallgrenzen, innerhalb derer 95% aller Messwerte um den wahren Wert gestreut sind. Hierbei würden sich die 95% auf die Wahrscheinlichkeit beziehen, bei einer beliebigen Messung einen Wert in diesem Intervall zu erhalten.
- Des Weiteren soll überprüft werden, ob Varianzenhomogenität herrscht. Es soll also getestet werden, ob die berechneten absoluten Standardabweichungen aus beiden Messreihen miteinander vergleichbar sind (F-Test), wobei Normalverteilung vorausgesetzt wird! Die notwendigen Tabellen finden sich im Download-Bereich der Homepage.
- Im letzten Teil soll schließlich überprüft werden, ob mit wenigstens 95%-iger Wahrscheinlichkeit davon ausgegangen werden kann, dass die berechneten Gehalte mit dem deklarierten Gehalt (= Sollwert) übereinstimmen. (Achtung: Es können auch verunreinigte Analysen ausgegeben worden sein!). Es soll also ein Vergleich zwischen Mittelwert und Sollwert angestellt werden (Sollwert-t-Test), wobei Normalverteilung vorausgesetzt wird! Die notwendigen Tabellen finden sich im Download-Bereich der Homepage.

- Im Protokoll sind die jeweiligen Versuchsvorschriften inklusive der Quelle sowie die Reaktionsgleichungen anzugeben. Des Weiteren sind bei jeder Teilaufgabe die verwendeten Formeln, der Rechenweg und alle Einheiten anzugeben. Alle benötigten Formeln finden sich im Vorlesungsskript. Das Validierungsprotokoll ist eine Vorlage und in Word erstellt, so dass bei Bedarf z. B. die Abstände zwischen den einzelnen Abschnitten für Rechnungen, Grafiken etc. erweitert werden können. Die Vorlage kann elektronisch oder per Hand (bei Unleserlichkeit erfolgt keine Korrektur) ausgefüllt und abgegeben werden.
- Bei allen Rechnungen wird **sinnvoll gerundet** und die Bewertung der Ergebnisse erfolgt in der notwendigen Ausführlichkeit.
- **Die Abgabe der Protokolle erfolgt per E-Mail und als Printversion im Schnellhefter (keine Loseblattsammlung)!!! an sowohl Simone als auch an Falk!**
Emailadressen:
simone.bach@pharmazie.uni-marburg.de
falk.schulte@pharmazie.uni-marburg.de

Die Abgabetermine entnehmt dem Aushang im Praktikum!

- Literatur:
- A) Vorlesungsskript Prof. Dr. Diederich
 - B) Kromidas, S.: Handbuch Validierung in der Analytik, Wiley-VCH, 2000
 - C) Wätzig, H: Statistische Qualitätskontrolle in Hagers Handbuch, Band Methoden, 5. Auflage, Springer
 - D) Küster, Thiel: Rechentafeln für die Chemische Analytik, 104. Aufl., de Gruyter, 1993
 - E) www.statistics4u.info