

Nazwa kwalifikacji: **Wykonywanie badań analitycznych**

Oznaczenie kwalifikacji: **A.60**

Numer zadania: **02**

Wersja arkusza: **SG**

Wypełnia zdający

Miejsce na naklejkę z numerem
PESEL i z kodem ośrodka

Numer PESEL zdającego*

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

A.60-02-20.06-SG

Czas trwania egzaminu: **180 minut**

EGZAMIN POTWIERDZAJĄCY KWALIFIKACJE W ZAWODZIE

Rok 2020

CZĘŚĆ PRAKTYCZNA

**PODSTAWA PROGRAMOWA
2012**

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 9 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

Zgodnie z procedurą A. wykonaj oznaczenie zawartości kwasu szczawowego dwuwodnego $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ metodą miareczkowania redoksometrycznego w analizowanym produkcie handlowym. Otrzymane wyniki i obliczenia zapisz w Tabeli 1.

Zgodnie z procedurą B. oraz wykorzystując dane pomiarowe zawarte w Tabeli 2., sporządź krzywą wzorcową dla ołowiu, oznaczanego w badanym produkcie handlowym techniką absorpcyjnej spektrometrii atomowej (ASA). Ze sporządzonego wykresu odczytaj stężenie ołowiu, a następnie oblicz jego zawartość procentową w badanym produkcie. Otrzymane wyniki i obliczenia zapisz w Tabeli 2.

Wyniki oznaczeń zawartości procentowych: kwasu szczawowego dwuwodnego i ołowiu w badanym produkcie handlowym zapisz w Tabeli 3.

Pamiętaj o przestrzeganiu zasad organizacji pracy oraz przepisów bhp i ppoż. Uporządkuj stanowisko po zakończeniu prac.

Czas przeznaczony na wykonanie zadania egzaminacyjnego wynosi 180 minut.

Ocenie będą podlegać 4 rezultaty:

- protokół kontroli analitycznej - oznaczanie zawartości kwasu szczawowego dwuwodnego (Tabela 1.),
- wykres - krzywa wzorcowa,
- protokół kontroli analitycznej - oznaczanie zawartości ołowiu (Tabela 2.),
- wyniki badań kwasu szczawowego dwuwodnego (Tabela 3.)

oraz

- przebieg czynności analitycznych oraz oznaczania zawartości kwasu szczawowego dwuwodnego.

A. Procedura oznaczania zawartości kwasu szczawowego dwuwodnego

Zasada metody

Zawartość kwasu szczawowego dwuwodnego $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ oznacza się metodą miareczkowania redoksometrycznego mianowanym roztworem manganianu(VII) potasu w środowisku kwasu siarkowego(VI).

Odczynniki i roztwory

a) kwas siarkowy, roztwór (1+3),

b) manganian(VII) potasu, roztwór mianowany o stężeniu $0,0200 \text{ mol/dm}^3$.

Wykonanie oznaczenia zawartości kwasu szczawowego dwuwodnego

Odważyć około 0,25 g próbki $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ z dokładnością do 0,001 g, przenieść ilościowo do kolby stożkowej. Odważkę rozpuścić w 90 cm^3 wody destylowanej, dodać 10 cm^3 roztworu kwasu siarkowego(VI), ogrzać do temperatury $70 \div 80 \text{ }^\circ\text{C}$ i miareczkować mianowanym roztworem manganianu(VII) potasu, dodając go małymi porcjami, czekając każdorazowo na odbarwienie się cieczy. Temperatura roztworu w trakcie miareczkowania nie powinna spadać poniżej $60 \text{ }^\circ\text{C}$. Pod koniec miareczkowania należy dodawać roztwór manganianu(VII) potasu kroplami, aż do wystąpienia trwałego bladoróżowego zabarwienia utrzymującego się około 30 s.

Oznaczenie wykonać co najmniej dwukrotnie.

Mieszaniny poreakcyjne przelać do pojemnika na odpady ciekłe. Niezużyte roztwory, próbkę i wodę destylowaną pozostawić na stanowisku.

Zawartość $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ obliczyć w procentach według wzoru:

$$X = \frac{5 \cdot C_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4} \cdot 126,07 \cdot 10^{-3}}{2 \cdot m_{\text{próbki}}} 100\%$$

w którym:

X - zawartość $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ w próbce, w % m/m

C_{KMnO_4} - stężenie roztworu KMnO_4 , użytego do miareczkowania, w mol/dm^3

V_{KMnO_4} - objętość roztworu KMnO_4 użytego do miareczkowania, w cm^3

126,027 - masa molowa $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, w g/mol

$m_{\text{próbki}}$ - masa naważki $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, w g

10^{-3} - współczynnik uwzględniający przeliczenie jednostek objętości

5 i 2 - współczynniki wynikające ze stechiometrii reakcji

Wyniki obliczeń podać z dokładnością do drugiego miejsca po przecinku.

Z dwóch, różniących się co najwyżej o 0,50 % wyników oznaczeń, obliczyć średnią arytmetyczną z dokładnością do pierwszego miejsca po przecinku.

B. Procedura oznaczania zawartości ołowiu

Zasada metody

Ołów oznacza się techniką płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej, metodą krzywej wzorcowej.

Przygotowanie serii wzorców i sporządzanie krzywej wzorcowej

Do pięciu kolb miarowych o pojemności 100 cm^3 odmierzone kolejno: 0; 0,5; 1,0; 2,5 i $5,0 \text{ cm}^3$ wzorcowego roztworu roboczego ołowiu o stężeniu $1 \cdot 10^{-4} \text{ g/cm}^3$, dodano $1,0 \text{ cm}^3$ roztworu kwasu azotowego(V), dopełniono wodą do kreski i wymieszano. Stężenie roztworów ołowiu w poszczególnych kolbach wyniosło: 0 g/cm^3 ; $0,5 \cdot 10^{-6} \text{ g/cm}^3$; $1 \cdot 10^{-6} \text{ g/cm}^3$; $2,5 \cdot 10^{-6} \text{ g/cm}^3$; $5 \cdot 10^{-6} \text{ g/cm}^3$.

Zmierzono absorbancję ołowiu w przygotowanej serii wzorców, a wyniki pomiarów zamieszczono w tabeli 2.

Z uzyskanych wyników należy wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych stężenia w g/cm^3 , a na osi rzędnych odpowiadające im wielkości absorbancji.

Wykonanie oznaczenia

10 g próbki $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ odważono z dokładnością do 0,01 g; wyprażono w tyglu kwarcowym, a następnie rozpuszczono w roztworze kwasu azotowego(V). Roztwór przeniesiono do kolby miarowej o pojemności 25 cm^3 , dopełniono wodą do kreski i wymieszano (roztwór A), a następnie zmierzono absorbancję ołowiu w roztworze A. Dane ważenia i pomiaru absorbancji zamieszczono w Tabeli 2.

Obliczanie wyników oznaczenia

Z krzywej wzorcowej należy odczytać stężenie ołowiu w roztworze. Wynik należy zapisać w Tabeli 2.

Zawartość ołowiu (X_{Pb}) należy obliczyć w %(m/m) według wzoru

$$X_{\text{Pb}} = \frac{C_{\text{Pb}} \cdot V_2}{m_{\text{kw}}} 100\%$$

w którym:

C_{Pb} - stężenie ołowiu odczytane z krzywej wzorcowej, w g/cm^3

V_2 - objętość roztworu A, w cm^3

m_{kw} - masa odważki próbki $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, w g

Za wynik końcowy oznaczenia należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 20% wyniku niższego.

Dokumentacja z przeprowadzonych badań

**Tabela 1. Protokół kontroli analitycznej - oznaczanie zawartości
kwasu szczawiowego dwuwodnego**

Dane pomiarowe	
Masa próbek [g]	Objętość titranta [cm ³] w PK miareczkowania
m₁ =	V₁ =
m₂ =	V₂ =
Obliczenie zawartości kwasu szczawiowego dwuwodnego w pojedynczych próbkach % m/m	
X₁	
X₂	
Obliczenie średniej arytmetycznej (z dwóch pomiarów % m/m)	
X_{śr}	

Tabela 2. Protokół kontroli analitycznej - oznaczanie zawartości ołowiu

Numer próbki	Roztwory wzorcowe					Analiza	
	1	2	3	4	5	1	2
Objętość wzorcowego roztworu roboczego [cm ³]	Dane zawarte w procedurze B					-----	-----
Stężenie roztworu [g/cm ³]	Dane zawarte w procedurze B					Odczytane z wykresu	
Absorbancja	0	0,025	0,050	0,130	0,250	0,160	0,175
Masa próbek [g]	-----	-----	-----	-----	-----	9,99	9,94
Objętość analizowanego roztworu kwasu szczawiowego dwuwodnego [cm ³]	-----	-----	-----	-----	-----	25	25
Wynik analizy - zawartość ołowiu, % m/m							
$X_{1 Pb} =$	Obliczenie 20% wyniku mniejszego:					$X_{Pb \text{ śr}} =$	
$X_{2 Pb} =$							
		Różnica między wynikami jest					
							
		(mniejsza niż 20% / większa niż 20% / równa 20%)					

Wykres - krzywa wzorcowa dla ołowiu $A = f(c_{Pb})$

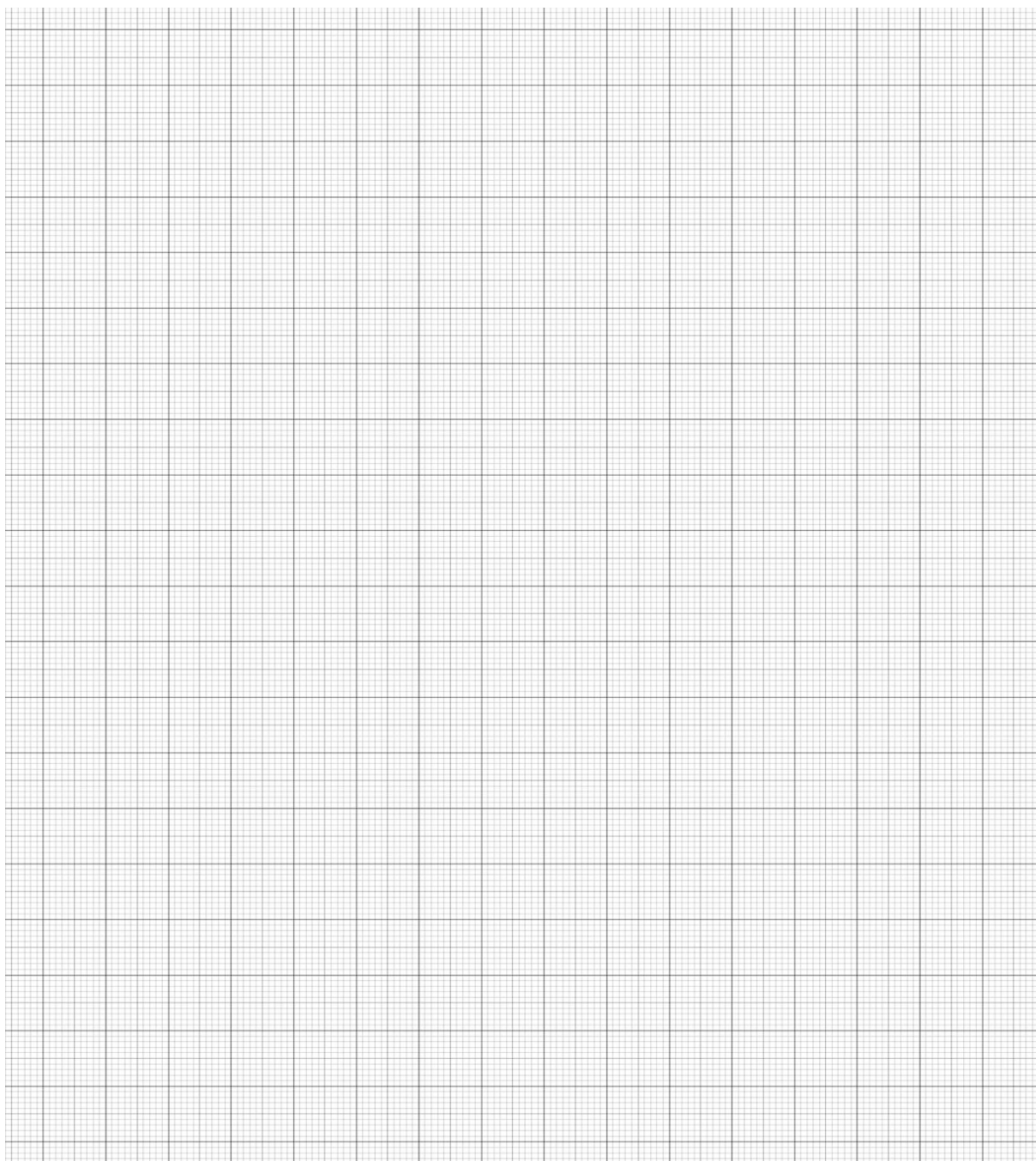


Tabela 3. Wyniki badań kwasu szczawiowego dwuwodnego

Zawartość kwasu szczawiowego dwuwodnego w produkcie handlowym %m/m

Zawartość ołowiu w kwasie szczawiowym dwuwodnym % m/m

Wyciąg z kart charakterystyki substancji chemicznej

Manganian(VII) potasu, KMnO_4 , 0,0200 mol/dm³ roztwór

Pełny tekst skróconych zwrotów H

H272 Może intensyfikować pożar; utleniacz.

H302 Działa szkodliwie po połknięciu

H314 Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu.

H373 Może powodować uszkodzenie narządów (wątroba) poprzez długotrwałe lub powtarzane narażenie (połknięcie).

H410 Działa bardzo toksycznie na organizmy wodne, powodując długotrwałe skutki.

Elementy oznakowania

Piktogramy zagrożenia



Indywidualne środki ochrony:

Ochrona oczu - gogle ochronne

Ochrona rąk - rękawice ochronne odporne na działanie chemikaliów wykonane z gumy nitrylowej lub innego materiału zalecanego przez producenta rękawic

Ochrona ciała - odzież ochronna

Kwas siarkowy(VI), (1+3) roztwór

Pełny tekst skróconych zwrotów H

H314 Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu

Elementy oznakowania

Piktogramy zagrożenia



Hasło ostrzegawcze: NIEBEZPIECZEŃSTWO

Zwroty wskazujące środki ostrożności

W PRZYPADKU POŁKNIĘCIA: Wypłukać usta. NIE wywoływać wymiotów.

W PRZYPADKU KONTAKTU ZE SKÓRĄ (lub włosami): Natychmiast zdjąć całą zanieczyszczoną odzież. Spłukać skórę pod strumieniem wody/ prysznicem.

W PRZYPADKU DOSTANIA SIĘ DO OCZU: Ostrożnie płukać wodą przez kilka minut. Wyjąć soczewki kontaktowe, jeżeli są i można je łatwo usunąć. Nadal płukać. Natychmiast skontaktować się z OŚRODKIEM ZATRUĆ lub lekarzem.

Indywidualne środki ochrony:

Ochrona oczu - gogle ochronne

Ochrona rąk - rękawice ochronne odporne na działanie chemikaliów wykonane z gumy nitrylowej lub innego materiału zalecanego przez producenta rękawic

Ochrona ciała - odzież ochronna

Kwas szczawiowy 2hydrat, $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$, cz.

Pełny tekst skróconych zwrotów H

H302 Działa szkodliwie po połknięciu.

H312 Działa szkodliwie w kontakcie ze skórą.

Elementy oznakowania

Piktogramy zagrożenia



Hasło ostrzegawcze: UWAGA

Zwroty wskazujące środki ostrożności

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

Indywidualne środki ochrony:

Ochrona oczu - gogle ochronne

Ochrona rąk - rękawice ochronne odporne na działanie chemikaliów wykonane z gumy nitylowej lub innego materiału zalecanego przez producenta rękawic

Ochrona ciała - odzież ochronna