

Nazwa kwalifikacji: **Przygotowywanie sprzętu, odczynników chemicznych i próbek do badań analitycznych**

Oznaczenie kwalifikacji: **AU.59**

Numer zadania: **02**

Wersja arkusza: **SG**

Wypełnia zdający

Numer PESEL zdającego*

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

Miejsce na naklejkę z numerem
PESEL i z kodem ośrodka

Czas trwania egzaminu: **180 minut**

AU.59-02-20.06-SG

EGZAMIN POTWIERDZAJĄCY KWALIFIKACJE W ZAWODZIE

Rok 2020

CZĘŚĆ PRAKTYCZNA

**PODSTAWA PROGRAMOWA
2017**

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. Sprawdź, czy arkusz egzaminacyjny zawiera 10 stron i nie zawiera błędów. Ewentualny brak stron lub inne usterki zgłoś przez podniesienie ręki przewodniczącemu zespołu nadzorującego.
4. Zapoznaj się z treścią zadania oraz stanowiskiem egzaminacyjnym. Masz na to 10 minut. Czas ten nie jest wliczany do czasu trwania egzaminu.
5. Czas rozpoczęcia i zakończenia pracy zapisze w widocznym miejscu przewodniczący zespołu nadzorującego.
6. Wykonaj samodzielnie zadanie egzaminacyjne. Przestrzegaj zasad bezpieczeństwa i organizacji pracy.
7. Po zakończeniu wykonania zadania pozostaw arkusz egzaminacyjny z rezultatami oraz KARTĘ OCENY na swoim stanowisku lub w miejscu wskazanym przez przewodniczącego zespołu nadzorującego.
8. 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

Laboratorium badania jakości miodu otrzymało zlecenie wykonania oznaczeń, mających określić skład miodu i stwierdzić czy nie został on sztucznie doprawiony. Zostaną wykonane między innymi: oznaczenie zawartości cukrów redukujących, oznaczenie pH i wolnych kwasów oraz badanie na obecność melasy.

Na podstawie zamieszczonych procedur i fragmentów kart charakterystyki zaplanuj działania niezbędne do wykonania zlecenia. W tym celu:

- sporządź wykaz elementów zestawu do sączenia, niezbędnego podczas przygotowania próbki do oznaczenia cukrów redukujących w miodzie; określ rodzaj sączka i uzasadnij jego wybór;
- sporządź wykaz czynności związanych z przygotowaniem biurety do wykonania miareczkowania;
- sporządź wykaz sprzętu i szkła laboratoryjnego niezbędnych do nastawienia miana roztworu wodorotlenku sodu na roztwór kwasu szczawiowego oraz wykonania oznaczenia pH i wolnych kwasów w miodzie;
- oblicz ilości odczynników chemicznych potrzebnych do przygotowania:
 - 50 cm³ płynu Fehlinga I
 - 50 cm³ płynu Fehlinga II
 - roztworu octanu ołowiu(II) do 20-krotnego wykonania badania na obecność melasy w miodzie;
- oblicz masy wodorotlenku sodu i kwasu szczawiowego - woda (1/2), potrzebnych do nastawienia miana roztworu wodorotlenku sodu;
- uzupełnij etykietę butelki z roztworem wodorotlenku sodu potrzebnym do oznaczenia wolnych kwasów w miodzie; zapisz wzór chemiczny, nazwę substancji, stężenie, datę przygotowania roztworu oraz oznaczenia H i P; jako datę przyjmij datę egzaminu;
- scharakteryzuj substancje chemiczne - wodorotlenek sodu i kwas szczawiowy - woda (1/2) pod względem szkodliwości; uwzględnij sposób ich magazynowania oraz środki ochrony indywidualnej wymagane podczas prac analitycznych.

Procedury oznaczeń i badań

1. Oznaczanie zawartości cukrów redukujących przed i po inwersji w naturalnych miodach pszczelich i miodach pitnych metodą Lane – Eynona

1.1 Odczynniki

- błękit metylenowy, 1% (m/m)
- oranż metylowy, 0,1% (m/m)
- sacharoza, $C_{12}H_{22}O_{11}$
- wodorotlenek sodu, 5% (m/m); 1 mol/dm³
- octan ołowiu(II) - woda (1/3); $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$

Odważyć 30 g octanu ołowiu(II) - woda (1/3) i 10 g tlenku ołowiu(II), rozetrzeć razem w moździerzu, zsypać mieszaninę do kolby stożkowej, dodać 10 cm³ wody destylowanej i ogrzać na łaźni wodnej kilkakrotnie wstrząsając. Dodać około 80 cm³ gorącej wody destylowanej i ogrzewać przez 15 minut. Kolbę zamknąć i pozostawić do opadnięcia osadu. Roztwór przesączyć do kolby miarowej o pojemności 100 cm³. Kolbę dopełnić wodą destylowaną do kreski.

- siarczan(VI) sodu, 5% (m/m)

- płyn Fehlinga I

70 g siarcznanu(VI) miedzi(II) - woda (1/5) ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) rozpuścić w wodzie destylowanej w kolbie miarowej o pojemności 1 dm³ i dopełnić wodą destylowaną do kreski.

- płyn Fehlinga II

346 g winianu potasu sodu - woda (1/4) ($C_4H_4O_6KNa \cdot 4H_2O$) rozpuścić w 650 cm³ wody destylowanej o temperaturze 40 ÷ 50°C.

100 g wodorotlenku sodu rozpuścić w 100 cm³ wody destylowanej.

Oba roztwory przelać do kolby miarowej o pojemności 1 dm³, wymieszać i dopełnić wodą destylowaną do kreski.

1.2 Przygotowanie próbki do analizy

Próbkę miodu pitnego należy rozcieńczyć tak, aby zawartość cukrów w badanym roztworze wynosiła 1,0 - 4,0 g/dm³. Przenieść 25 cm³ rozcieńczonej próbki miodu do zlewki i dodawać roztwór wodorotlenku sodu o stężeniu 1 mol/dm³ do uzyskania pH około 6,0 – 7,0. W razie potrzeby roztwór należy odparować do około połowy objętości. Do kolby miarowej o pojemności 100 cm³ przenieść ilościowo próbkę miodu pitnego, używając około 50 cm³ wody destylowanej. W celu sklarowania próbki należy dodać 2,5 cm³ roztworu octanu ołowiu(II) i po kropli 10 cm³ roztworu siarcznanu(VI) sodu. Kolbę uzupełnić wodą destylowaną do kreski i odstawić na 30 minut. Zawartość kolby przesączyć. Przesącz należy użyć do oznaczenia cukrów redukujących.

1.3 Wykonanie oznaczenia

20 cm³ przesączu przenieść do kolby miarowej o pojemności 200 cm³ i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Biuretę o pojemności 25 cm³ napełnić przygotowanym roztworem. Do trzech kolb stożkowych o pojemności 200 cm³ pobrać po 5 cm³ płynów Fehlinga I i II oraz wrzucić kilka porcelanek.

Do pierwszej kolby dodać z biurety 15 cm³ badanego roztworu, zmieszać dokładnie z płynami Fehlinga, ogrzewać i utrzymując roztwór w stanie łagodnego wrzenia miareczkować roztworem z biurety do uzyskania jasnoniebieskiego zabarwienia. Dodać 1-2 krople roztworu błękitu metylenowego i w dalszym ciągu ostrożnie miareczkować do zaniku niebieskiej barwy płynu nad osadem. Oznaczenie w pierwszej kolbie służy do orientacyjnego określenia ilości roztworu miodu użytego do reakcji z płynami Fehlinga. Do drugiej kolby dodać roztwór miodu z biurety w ilości mniejszej o 1 cm³ od ilości zużytej do miareczkowania orientacyjnego, szybko ogrzać i w ciągu 2 minut utrzymywać roztwór w stanie łagodnego wrzenia, dodać kroplę roztworu błękitu metylenowego i w ciągu trzeciej minuty miareczkować do zaniku niebieskiego zabarwienia. Na skali biurety odczytać ilość cm³ zużytego roztworu miodu. Z zawartością trzeciej kolby postępować podobnie jak z zawartością drugiej.

2. Oznaczanie pH i wolnych kwasów w miodzie

2.1 Przygotowanie roztworu substancji podstawowej – kwasu szczawiowego oraz roztworu titranta – wodorotlenku sodu i nastawianie jego miana

2.1.1 Przygotowanie roztworu kwasu szczawiowego o stężeniu 0,0500 mol/dm³

Przygotować 250 cm³ roztworu kwasu szczawiowego o stężeniu 0,0500 mol/dm³. W tym celu odważyć stały kwas szczawiowy – woda (1/2) na wadze analitycznej, przenieść odważkę do kolby miarowej i rozpuścić w niewielkiej ilości wody destylowanej. Kolbę dopełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać zawartość.

2.1.2 Przygotowanie roztworu wodorotlenku sodu o stężeniu 0,1 mol/dm³

Przygotować 1 dm³ roztworu wodorotlenku sodu o stężeniu 0,1 mol/dm³. W tym celu odważyć stały wodorotlenek sodu, przenieść odważkę do kolby miarowej i rozpuścić w niewielkiej ilości wody destylowanej. Kolbę dopełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać zawartość. Roztwór przelać do butelki i sporządzić etykietę.

2.1.3 Nastawianie miana roztworu wodorotlenku sodu na roztwór kwasu szczawiowego

Do kolby stożkowej o pojemności 250 cm³ odpipetować 25 cm³ roztworu kwasu szczawiowego o stężeniu 0,0500 mol/dm³, dodać 3 krople wskaźnika - 3% alkoholowego roztworu fenoloftaleiny i miareczkować, za pomocą biurety o pojemności 50 cm³, nastawianym roztworem wodorotlenku sodu do pojawienia się trwałego malinowego zabarwienia roztworu. Miareczkowanie wykonać co najmniej 3 razy tak, aby wyniki kolejnych oznaczeń nie różniły się więcej niż 0,2 cm³.

2.2 Wykonanie oznaczeń

W zlewce o pojemności 250 cm³ rozpuścić 10±0,001 g próbki miodu w 75 cm³ wody destylowanej. Wymieszać za pomocą mieszadła magnetycznego, zanurzyć elektrodę pH-metru i zmierzyć pH.

Tak przygotowany roztwór miodu miareczkować mianowanym roztworem wodorotlenku sodu o stężeniu 0,1 mol/dm³ do pH 8,3.

3. Wykrywanie obecności melasy

3.1 Przygotowanie roztworu octanu ołowiu(II)

Odważyć 15 g octanu ołowiu(II) - woda (1/3) i 5 g tlenku ołowiu(II), rozetrzeć razem w moździerzu, zsypać mieszaninę do kolby stożkowej, dodać 5 cm³ wody destylowanej i ogrzać na łaźni wodnej kilkakrotnie wstrząsając. Dodać około 40 cm³ gorącej wody destylowanej i ogrzewać przez 15 minut. Kolbę zamknąć i pozostawić do opadnięcia osadu. Roztwór przesączyć do kolby miarowej o pojemności 50 cm³, dopełnić wodą destylowaną do kreski i użyć do wykrywania melasy w miodzie.

3.2 Wykonanie badania

Odważyć 10 g miodu i rozpuścić w 50 cm³ wody destylowanej. Do zlewki o pojemności 50 cm³ odmierzyć 5 cm³ roztworu miodu, dodać 5 cm³ roztworu octanu ołowiu(II) oraz 20 cm³ alkoholu metylowego. Całość wymieszać.

Miód zanieczyszczony melasą tworzy obfity brunatno-żółtawy osad, natomiast miód niezanieczyszczony pozostaje klarowny.

Karty charakterystyk wybranych substancji chemicznych (fragmenty)

1. Identyfikacja substancji	<i>Wodorotlenek sodu, cz.d.a.</i>
2. Identyfikacja zagrożeń	
<i>Hasło ostrzegawcze:</i>	Niebezpieczeństwo
<i>Zwroty wskazujące rodzaj zagrożenia:</i>	H290 Może powodować korozję metali H314 Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu
<i>Zwroty wskazujące środki ostrożności:</i>	P280 Stosować rękawice ochronne/odzież ochronną/ochronę oczu/ochronę twarzy.
3. Skład/informacja o składnikach	
<i>Wzór chemiczny</i> (...)	NaOH (masa molowa – 40 g/mol)
7. Postępowanie z substancjami oraz ich magazynowanie	
Przechowywać w oryginalnym opakowaniu, z dala od promieni słonecznych; w suchym, chłodnym i dobrze wentylowanym pomieszczeniu; z dala od niezgodnych materiałów, napojów i jedzenia. Przechowywać pod zamknięciem. Nie przechowywać w nieoznakowanych pojemnikach. Używać odpowiednich pojemników zapobiegających skażeniu środowiska.	

1. Identyfikacja substancji	<i>Kwas szczawiowy – woda (1/2), cz.d.a.</i>
2. Identyfikacja zagrożeń	
<i>Hasło ostrzegawcze:</i>	Uwaga
<i>Zwroty wskazujące rodzaj zagrożenia:</i>	H302 Działa szkodliwie po połknięciu. H312 Działa szkodliwie w kontakcie ze skórą
<i>Zwroty wskazujące środki ostrożności:</i>	P280 Stosować rękawice ochronne/odzież ochronną/ochronę oczu/ochronę twarzy.
3. Skład/informacja o składnikach	
<i>Wzór chemiczny:</i> (...)	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (masa molowa – 126,07 g/mol)
7. Postępowanie z substancjami oraz ich magazynowanie	
Przechowywać we właściwie oznakowanym, szczelnie zamkniętym opakowaniu, w chłodnym, suchym, dobrze wentylowanym pomieszczeniu magazynowym, wyposażonym w instalację elektryczną i wentylacyjną. Używać odpowiednich pojemników zapobiegających skażeniu środowiska.	

1. Identyfikacja substancji/mieszaniny	<i>Wodorotlenek sodu, 0,1 mol/dm³</i>
2. Identyfikacja zagrożeń	
<i>Hasło ostrzegawcze:</i>	-
<i>Zwroty wskazujące rodzaj zagrożenia:</i>	H290 Może powodować korozję metali H314 Powoduje poważne oparzenia skóry oraz uszkodzenia oczu
<i>Zwroty wskazujące środki ostrożności:</i>	P280 Stosować rękawice ochronne/odzież ochronną/ochronę oczu/ochronę twarzy.

Czas przeznaczony na wykonanie zadania wynosi 180 minut.

Ocenie podlegać będzie 6 rezultatów:

- wykaz elementów zestawu do sączenia, niezbędnego podczas przygotowania próbki do oznaczenia cukrów redukujących w miodzie – tabela 1,
- wykaz czynności związanych z przygotowaniem biurety do wykonania miareczkowania – tabela 2,
- wykaz sprzętu i szkła laboratoryjnego niezbędnych do nastawienia miana roztworu wodorotlenku sodu na roztwór kwasu szczawowego oraz wykonania oznaczenia pH i wolnych kwasów w miodzie – tabela 3,
- wyniki obliczeń potrzebnych do przygotowania płynów Fehlinga I i II, roztworu octanu ołowiu(II) oraz roztworów wodorotlenku sodu i kwasu szczawowego – tabela 4,
- etykieta butelki z roztworem wodorotlenku sodu potrzebnym do oznaczenia wolnych kwasów w miodzie,
- charakterystyka substancji chemicznych – wodorotlenku sodu i kwasu szczawowego – woda (1/2) pod względem ich szkodliwości – tabela 5.

Tabela 1. Wykaz elementów zestawu do sączenia niezbędnego podczas przygotowania próbki do oznaczenia cukrów redukujących w miodzie

Elementy zestawu do sączenia	
Rodzaj sączka	prosty/karbowany*
Uzasadnienie doboru sączka:	

* niepotrzebne skreślić

Tabela 2. Wykaz czynności związanych z przygotowaniem biurety do wykonania miareczkowania

Czynności dotyczące przygotowania biurety

Tabela 3. Wykaz sprzętu i szkła laboratoryjnego niezbędnych do nastawienia miana roztworu wodorotlenku sodu na roztwór kwasu szczawiowego oraz wykonania oznaczenia pH i wolnych kwasów w miodzie

Sprzęt laboratoryjny	Szkło laboratoryjne miarowe	
<i>nazwa</i>	<i>nazwa</i>	<i>pojemność</i>
	Szkło laboratoryjne pozostałe	
	<i>nazwa</i>	

Tabela 4. Wyniki obliczeń potrzebnych do przygotowania płynów Fehlinga I i II, roztworu octanu ołowiu(II) oraz roztworów wodorotlenku sodu i kwasu szczawiowego

Przygotowanie 50 cm ³ płynu Fehlinga I i 50 cm ³ płynu Fehlinga II	
Odczynnik chemiczny (nazwa)	Ilość [g]
Przygotowanie roztworu octanu ołowiu(II) do 20-krotnego wykonania badania na obecność melasy w miodzie	
Odczynnik chemiczny (nazwa)	Ilość [g]
Przygotowanie roztworu wodorotlenku sodu o stężeniu 0,1 mol/dm ³	
Masa molowa NaOH	
Objętość roztworu	
Stężenie	
Masa odważki NaOH	
Przygotowanie roztworu kwasu szczawiowego o stężeniu 0,0500 mol/dm ³	
Masa molowa H ₂ C ₂ O ₄ · 2H ₂ O	
Objętość roztworu	
Stężenie	
Masa odważki H ₂ C ₂ O ₄ · 2H ₂ O (z dokładnością 0,0001)	

Miejsce na obliczenia niepodlegające ocenie:

**Etykieta butelki z roztworem wodorotlenku sodu
potrzebnym do oznaczenia wolnych kwasów w miodzie**

**Tabela 5. Charakterystyka substancji chemicznych - wodorotlenku sodu i kwasu szczawiowego - woda
(1/2) pod względem ich szkodliwości**

Substancja chemiczna	Właściwości szkodliwe substancji (wraz z oznaczeniami H)	Środki ochrony osobistej (wymagane podczas prac z substancją)	Postępowanie z substancjami oraz ich magazynowanie
1	2	3	4
Wodorotlenek sodu cz.d.a.			
Kwas szczawiowy – woda (1/2) cz.d.a.			