

Nazwa kwalifikacji: **Wykonywanie badań analitycznych**

Oznaczenie kwalifikacji: **A.60**

Numer zadania: **01**

Wypełnia zdający

Miejsce na naklejkę z numerem
PESEL i z kodem ośrodka

Numer PESEL zdającego*

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

A.60-01-19.01

Czas trwania egzaminu: **180 minut**

EGZAMIN POTWIERDZAJĄCY KWALIFIKACJE W ZAWODZIE

Rok 2019

CZĘŚĆ PRAKTYCZNA

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 7 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

Dokonaj oceny jakości spirytusu salicylowego. Zgodnie z zamieszczonymi procedurami, wykonaj próbę jakościową - potwierdzenie obecności kwasu salicylowego oraz badanie ilościowe - oznaczenie zawartości kwasu salicylowego w spirytusie salicylowym.

Uzupełnij dokumentację z przebiegu badań:

- sporządź wykaz sprzętu laboratoryjnego i odczynników chemicznych, niezbędnych do wykonania oceny jakościowej i badania ilościowego,
- sporządź protokół kontroli analitycznej spirytusu salicylowego,
- oceń jakość spirytusu salicylowego - zinterpretuj uzyskane wyniki badań: czy kwas salicylowy jest obecny w badanej próbce, czy zawartość kwasu salicylowego jest zgodna z wymaganiami.

Uporządkuj stanowisko po zakończeniu prac analitycznych.

Pamiętaj o przestrzeganiu zasad organizacji pracy oraz przepisów bhp i ppoż.

Czas przeznaczony na wykonanie zadania wynosi 180 minut.

Ocenie będą podlegać 4 rezultaty:

- Tabela 1. Wykaz sprzętu laboratoryjnego i odczynników chemicznych,
- Tabela 2. Protokół kontroli analitycznej spirytusu salicylowego,
- Tabela 3. Ocena jakości spirytusu salicylowego,
- uporządkowane stanowisko po zakończeniu prac analitycznych

oraz

przebieg wykonania badania jakościowego spirytusu salicylowego,
przebieg wykonania oznaczenia zawartości kwasu salicylowego w spirytusie salicylowym.

Procedura badania jakościowego spirytusu salicylowego

Spirytus salicylowy w swoim składzie zawiera: kwas salicylowy, etanol i wodę. Obecność kwasu salicylowego w preparacie potwierdza się na podstawie reakcji z chlorkiem żelaza(III).

Wykonanie:

Do próbki odmierzyć 1 cm³ spirytusu salicylowego, dodać 2-3 krople roztworu chlorku żelaza(III) o stężeniu 1% (m/v). Fioletowe zabarwienie mieszaniny potwierdza obecność kwasu salicylowego w badanym preparacie.

Procedura oznaczania zawartości kwasu salicylowego w spirytusie salicylowym

Zawartość kwasu salicylowego w spirytusie salicylowym oznacza się metodą miareczkowania alkacymetrycznego mianowanym roztworem wodorotlenku sodu wobec fenoloftaleiny jako wskaźnika.

Zawartość kwasu salicylowego w spirytusie salicylowym nie powinna być mniejsza niż 1,9% (m/m) i większa niż 2,1% (m/m).

Wykonanie:

W kolbie stożkowej odważyć około 25 g spirytusu salicylowego z dokładnością do 1 mg. Dodać 3-4 krople alkoholowego roztworu fenoloftaleiny o stężeniu 1% (m/v) i miareczkować roztworem wodorotlenku sodu o stężeniu 0,2000 mol/dm³ do uzyskania trwałego jasnorożowego zabarwienia.

Oznaczenie wykonać co najmniej dwukrotnie.

Zawartość kwasu salicylowego **X** obliczyć według wzoru:

$$X = \frac{C_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot 138,12 \cdot 10^{-3}}{m_{próbki}} \cdot 100\%$$

gdzie:

X - zawartość kwasu salicylowego w próbce, % (m/m)

C_{NaOH} - stężenie roztworu NaOH, użytego do miareczkowania, mol/dm³

V_{NaOH} - objętość roztworu NaOH użytego do miareczkowania, cm³

138,12 - masa molowa kwasu salicylowego, g/mol

m_{próbki} - masa odważki spirytusu salicylowego, g

10⁻³ współczynnik uwzględniający przeliczenie jednostek objętości.

Wynik obliczeń podać z dokładnością do drugiego miejsca po przecinku.

Za wynik końcowy oznaczenia zawartości kwasu salicylowego w spirytusie salicylowym należy przyjąć średnią arytmetyczną z dwóch nieróżniących się o więcej niż 0,05% wyników oznaczeń. Wynik podać z dokładnością do jednego miejsca po przecinku.

Procedura postępowania z odpadami poreakcyjnymi i roztworami niezużyтыми w trakcie badań

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

Chlorek żelaza(III) – roztwór 1% (m/v)

Zwroty wskazujące rodzaj zagrożenia

H302 Działa szkodliwie po połknięciu

H315 Działa drażniąco na skórę

H318 Powoduje poważne uszkodzenie oczu

Zwroty wskazujące środki ostrożności

Stosować rękawice ochronne/odzież ochronną/ochronę oczu.

Wodorotlenek sodu – roztwór 0,2000 mol/dm³

Elementy oznakowania

Piktogram:



Zwroty wskazujące rodzaj zagrożenia

H290 Może powodować korozję metali

H315 Działa drażniąco na skórę

H319 Działa drażniąco na oczy

Zwroty wskazujące środki ostrożności

Stosować rękawice ochronne/odzież ochronną/ochronę oczu.

W przypadku kontaktu ze skórą: Umyć dużą ilością wody z mydłem.

W przypadku dostania się do oczu: ostrożnie płukać wodą przez kilka minut. Wyjąć soczewki kontaktowe, jeżeli są i można je łatwo usunąć. Kontynuować płukanie.

Fenoloftaleina – alkoholowy roztwór 1% (m/V)

Wzór chemiczny: C₂₀H₁₄O₄

Elementy oznakowania

Piktogramy:



Zwroty wskazujące rodzaj zagrożenia

H225 Wysoce łatwopalna ciecz i pary

H341 Może powodować wady genetyczne

H350 Może powodować raka

H361 Podejrzewa się, że działa szkodliwie na płodność.

Hasło ostrzegawcze: Uwaga

Zwroty wskazujące rodzaj zagrożenia: Łatwopalna ciecz i pary.

Zwroty wskazujące środki ostrożności

Stosować rękawice ochronne/odzież ochronną/ochronę oczu/ochronę twarzy.

Chronić przed źródłami ciepła, urządzeniami iskrzącymi, otwartym ogniem i gorącymi powierzchniami. Nie palić.

W przypadku kontaktu ze skórą (lub z włosami): natychmiast zdjąć całą zanieczyszczoną odzież. Spłukać skórę wodą albo pod prysznicem.

DOKUMENTACJA Z PRZEPROWADZONYCH BADAŃ

Tabela 1. Wykaz sprzętu laboratoryjnego i odczynników chemicznych

Rodzaj badań	Sprzęt laboratoryjny <i>Należy podać pojemność naczyń miarowych i dokładność sprzętu do pomiaru masy.</i>	Odczynniki chemiczne <i>Należy podać nazwę, wzór chemiczny i stężenie roztworu.</i>
Badanie jakościowe spiryтусu salicylowego		
Oznaczanie zawartości kwasu salicylowego		

Tabela 2. Protokół kontroli analitycznej spirytusu salicylowego

Próba na obecność kwasu salicylowego	Obserwacje	
Oznaczenie zawartości kwasu salicylowego	Masa odważki spirytusu salicylowego	Objętość titranta zużytego w trakcie miareczkowania
Dane pomiarowe	$m_1 =$	$V_1 =$
	$m_2 =$	$V_2 =$
Obliczenie zawartości kwasu salicylowego w pojedynczych próbkach	$X_1 =$	
	$X_2 =$	
Obliczenie średniej arytmetycznej (z dwóch nieróżniących się o więcej niż 0,05% wyników oznaczeń)	$X_{sr} =$	

Tabela 3. Ocena jakości spirytusu salicylowego

Badanie jakościowe - próba na obecność kwasu salicylowego – wynik i interpretacja wyniku
Oznaczenie zawartości kwasu salicylowego w spirytusie salicylowym - wynik i interpretacja wyniku