

### **Zadanie egzaminacyjne**

W laboratorium analitycznym badana jest jakość tłuszczów roślinnych. Jednym z badań pozwalających ocenić świeżość tłuszczu jest oznaczenie liczby kwasowej, wyrażonej jako liczba miligramów wodorotlenku potasu potrzebna do zneutralizowania wolnych kwasów tłuszczowych zawartych w 1 g tłuszczu.

Opracuj projekt realizacji prac związanych z oznaczaniem liczby kwasowej oleju rzepakowego metodą miareczkową z użyciem fenoloftaleiny jako wskaźnika. Uwzględnij etapy procedury analitycznej: przygotowanie próbek, wykonanie oznaczenia oraz sposób postępowania z roztworami niewykorzystanymi i mieszaninami poreakcyjnymi.

Sporządź protokół z oznaczenia liczby kwasowej oleju rzepakowego na podstawie wyników przedstawionych w tabeli (Załącznik 1). Oceń, czy zbadany tłuszcz pod względem liczby kwasowej spełnia wymagania fizykochemiczne określone w normie (Załącznik 3).

#### **Projekt realizacji prac powinien zawierać:**

1. Tytuł pracy egzaminacyjnej.
2. Założenia do projektu realizacji prac, czyli niezbędne dane wynikające z treści zadania egzaminacyjnego i załączonej dokumentacji.
3. Opis metody oznaczania liczby kwasowej oleju uwzględniający zasadę oznaczenia oraz czystość stosowanych odczynników.
4. Wykaz kolejnych czynności prowadzących do organizacji stanowiska do badania analitycznego wraz z opisem sposobu przygotowania odczynników chemicznych zgodnie z zasadami BHP.
5. Opis przebiegu kolejnych etapów badań prowadzących do oznaczenia liczby kwasowej tłuszczu zgodnie z procedurą analityczną.
6. Wykaz sprzętu niezbędnego do wykonania planowanych czynności z uwzględnieniem pojemności naczyń laboratoryjnych oraz środki ochrony indywidualnej.
7. Protokół z badań zawierający cel badania, obliczenia prowadzące do ustalenia liczby kwasowej tłuszczu oraz interpretację wyniku i wnioski dotyczący zgodności oznaczanego parametru z wymaganiami fizykochemicznymi dla oleju.

**Do opracowania wykorzystaj dokumentację:**

Zestawienie wyników z dwóch równoległych oznaczeń liczby kwasowej oleju rzepakowego - Załącznik 1;

Procedura oznaczania liczby kwasowej tłuszczu metodą miareczkową z użyciem wskaźnika - Załącznik 2;

Wybrane wymagania fizykochemiczne olejów roślinnych - olej rzepakowy - Załącznik 3;

Wyciągi z kart charakterystyk substancji niebezpiecznej i preparatu niebezpiecznego - Załącznik 4;

Wytyczne do sporządzenia protokołu z badań - Załącznik 5.

Do wykonania obliczeń możesz korzystać z kalkulatora.

Czas przeznaczony na wykonanie zadania wynosi 240 minut.

**Załącznik 1****Zestawienie wyników z dwóch równoległych oznaczeń liczby kwasowej oleju rzepakowego**

Olej rzepakowy	Masa próbki analitycznej	Objętość roztworu KOH o stężeniu $c = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ zużyta do miareczkowania próbki
Próbka I	20,10 g	2,00 $\text{cm}^3$
Próbka II	20,00 g	1,94 $\text{cm}^3$

Próbki pobrano do badań 16.06.2008 zgodnie z PN-ISO 661:1995 Oleje i tłuszcze roślinne oraz zwierzęce. Przygotowanie próbki do badań.

Oznaczenie wykonano zgodnie z PN-ISO 660:1998 Oleje i tłuszcze roślinne oraz zwierzęce. Oznaczanie liczby kwasowej.

**Załącznik 2.****Procedura oznaczania liczby kwasowej tłuszczu metodą miareczkową z użyciem wskaźnika****1. Postanowienia ogólne**

Metoda ta jest najbardziej odpowiednia w przypadku tłuszczów, które nie są intensywnie zabarwione.

**2. Zasada oznaczenia**

Próbkę analityczną rozpuszcza się w mieszaninie rozpuszczalników i miareczkuje roztworem wodorotlenku potasu wobec wskaźnika - fenoloftaleiny. Miareczkowanie prowadzi się na zimno, aby zapobiec zasadowej hydrolizie tłuszczu.

**3. Przygotowanie odczynników do oznaczania liczby kwasowej tłuszczu**

Podczas analizy należy stosować tylko odczynniki czyste do analizy oraz wodę podwójnie destylowaną.

**3.1 Wodorotlenek potasu**, mianowany roztwór KOH o stężeniu  $c = 0,1 \text{ mol/dm}^3$

**3.2 Fenoloftaleina**, alkoholowy roztwór 1%

**Alkohol etylowy 95% (V/V) i eter dietylowy**

Należy sporządzić mieszaninę w stosunku objętościowym 1:1.

Bezpośrednio przed użyciem mieszaninę rozpuszczalników należy zneutralizować roztworem wodorotlenku potasu o stężeniu  $c = 0,1 \text{ mol/dm}^3$  wobec roztworu fenoloftaleiny ( $0,3 \text{ cm}^3$  fenoloftaleiny na  $100 \text{ cm}^3$  mieszaniny).

#### 4. Przygotowanie sprzętu

Należy dobrać zwykły sprzęt laboratoryjny oraz mikrobiuretę o pojemności  $10 \text{ cm}^3$  z podziałką co  $0,02 \text{ cm}^3$ .

#### 5. Pobieranie i przygotowanie próbki do badań

Próbki należy pobrać zgodnie z PN-ISO 661:1995 Oleje i tłuszcze roślinne oraz zwierzęce. Przygotowanie próbki do badań.

Ważne jest, aby laboratorium otrzymało próbkę rzeczywiście reprezentatywną oraz aby nie została ona uszkodzona lub zmieniona podczas transportu i przechowywania. Próbki nie należy podgrzewać ani filtrować.

#### 6. Wykonanie oznaczenia

##### 6.1 Próbka analityczna

Odważyć  $20 \text{ g}$  tłuszczu z dokładnością do  $0,05 \text{ g}$  do kolby stożkowej o pojemności  $250 \text{ cm}^3$ .

##### 6.2 Oznaczanie

Rozpuścić próbkę analityczną w  $50 \text{ cm}^3$  uprzednio zneutralizowanej mieszaniny alkoholowo-eterowej. Następnie należy dodać 4-5 kropli fenoloftaleiny i miareczkować roztworem KOH z biurety, ciągle mieszając, do zmiany zabarwienia utrzymującej się przez co najmniej 15 s.

#### 7. Obliczenie liczby kwasowej

7.1 Liczbę kwasową (LK) w mg KOH/g badanego tłuszczu należy obliczyć według wzoru

$$LK = \frac{56,1 \cdot V \cdot c}{m}$$

V – objętość roztworu KOH zużyta do miareczkowania w  $\text{cm}^3$

c – stężenie roztworu KOH w  $\text{mol/dm}^3$

m – masa próbki analitycznej w gramach

7.2 Jako wynik oznaczeń liczby kwasowej w tłuszczu należy przyjąć średnią arytmetyczną z co najmniej dwóch równoległe wykonanych oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o  $0,05 \text{ mg KOH/g}$  tłuszczu.

#### 8. Sposób postępowania z odpadami i roztworami niewykorzystanymi w oznaczeniu

##### 8.1 Zagospodarowanie pozostałych po oznaczeniu odczynników

8.1.1 Pozostały po pobraniu do oznaczenia liczby kwasowej olej należy pozostawić w szczelnie zamkniętej butelce do dalszych oznaczeń.

8.1.2 Niewykorzystany titrant i roztwór wskaźnika należy pozostawić w podpisanych butelkach do dalszych oznaczeń.

##### 8.2 Zagospodarowanie mieszanin poreakcyjnych

Mieszaniny poreakcyjne przelać do odpowiednio oznaczonych pojemników i pozostawić do utylizacji.

## Załącznik 3.

## Wybrane wymagania fizykochemiczne olejów roślinnych – olej rzepakowy

Lp.	Parametry i wskaźniki	Jednostka miary	Dopuszczalne zakresy wartości
1.	Smakowitość	-	dostateczna
2.	Klarowność oleju przechowywanego przez 24 h w temp. 20°C	-	przejrzysty, klarowny, bez osadu
3.	Barwa oznaczona: -wg skali jodowej - spektrofotometrycznie	mg jodu na 100 cm <sup>3</sup> -	8 30
4.	Liczba kwasowa	mg KOH/g	0,3
5.	Liczba nadtlenkowa	milirównoważniki aktywnego tlenu/kg	5

## Załącznik 4.

## Wyciągi z kart charakterystyk substancji niebezpiecznej i preparatu niebezpiecznego

**Wodorotlenek potasu - roztwór o stężeniu  $c = 0,1 \text{ mol/dm}^3$** 

Symbol i oznaczenie zagrożenia produktu: Xi; drażniący.

**R: 36/38;** Działa drażniąco na oczy i skórę.

**S: 26;** Zanieczyszczone oczy przemyć natychmiast dużą ilością wody i zasięgnąć porady lekarza.

**Środki ochrony indywidualnej:**

ochrona dróg oddechowych: konieczna gdy tworzą się pary – maska przeciwgazowa

ochrona oczu: konieczna - okulary ochronne typu gogle

ochrona rąk: konieczna – rękawice ochronne, chroniące przed chemikaliami

ochrona ciała: konieczna – ubranie ochronne

**Eter dietylowy**

Symbol i oznaczenie zagrożenia produktu: **F+** , **Xn**; Produkt skrajnie łatwopalny. Szkodliwy.

**R: 12-19-22-66-67;** Produkt skrajnie łatwo palny. Może tworzyć wybuchowe nadtlenki. Działa szkodliwie po połknięciu. Powtarzające się narażenie może powodować wysuszenie lub pęknięcie skóry. Pary mogą wywoływać uczucie senności i zawroty głowy.

**S: 9-16-29-33;** Przechowywać pojemnik w pomieszczeniu dobrze wentylowanym. Nie przechowywać w pobliżu źródeł zapłonu, nie palić tytoniu. Nie wprowadzać do kanalizacji. Zastosować środki ostrożności zapobiegające wyładowaniom elektrostatycznym.

**Środki ochrony indywidualnej:**

ochrona dróg oddechowych: konieczna gdy tworzą się pary – maska przeciwgazowa

ochrona oczu: konieczna - okulary ochronne typu gogle

ochrona rąk: konieczna – rękawice ochronne, chroniące przed chemikaliami

ochrona ciała: konieczna – ubranie ochronne

**Alkohol etylowy**

Symbol i oznaczenie zagrożenia produktu: F; Wysoce łatwopalny.

**R: 11;** Produkt wysoce łatwo palny.

**S: 7-16;** Przechowywać pojemnik szczelnie zamknięty. Nie przechowywać w pobliżu źródeł zapłonu, nie palić tytoniu.

**Środki ochrony indywidualnej:**

ochrona dróg oddechowych: konieczna gdy tworzą się pary – maska przeciwgazowa

ochrona oczu: konieczna - okulary ochronne typu gogle

ochrona rąk: konieczna – rękawice ochronne, chroniące przed chemikaliami

ochrona ciała: konieczna – ubranie ochronne

**Fenoloftaleina - alkoholowy roztwór 1%**

Symbol i oznaczenie zagrożenia produktu: F; Wysoce łatwopalny.

**R: 11;** Produkt wysoce łatwo palny.

**S: 7-16;** Przechowywać pojemnik szczelnie zamknięty. Nie przechowywać w pobliżu źródeł zapłonu, nie palić tytoniu.

**Środki ochrony indywidualnej:**

ochrona dróg oddechowych: konieczna gdy tworzą się pary – maska przeciwgazowa

ochrona oczu: konieczna - okulary ochronne typu gogle

ochrona rąk: konieczna – rękawice ochronne, chroniące przed chemikaliami

ochrona ciała: konieczna – ubranie ochronne

**Załącznik 5.****Wytczne do sporządzenia protokołu z badań**

Protokół z badań powinien zawierać:

- ✓ wskazanie, jakiego badania analitycznego dotyczy,
- ✓ zapis o celu badania,
- ✓ wyniki przeprowadzonych badań,
- ✓ obliczenie liczby kwasowej (LK) w mg KOH/g badanego tłuszczu dla każdej z prób,
- ✓ wynik końcowy obliczeń w postaci średniej arytmetycznej z co najmniej dwóch równoległe wykonanych oznaczeń,
- ✓ interpretację wyniku – porównanie uzyskanego wyniku z wymaganiami fizykochemicznymi dla oleju oraz sformułowanie wniosku dotyczącego zgodności oznaczanego parametru z wymaganiami określonymi w normie.

*Uwaga! Zamieszczone zapisy stanowią tylko wskazówki w odniesieniu do zawartości protokołu badań.*

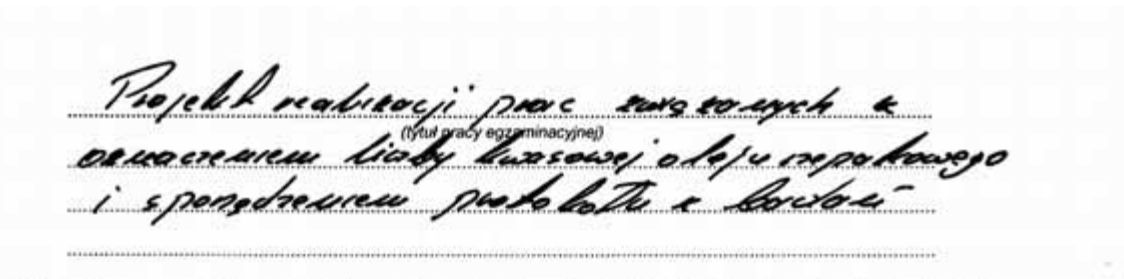
**W pracach egzaminacyjnych ocenie podlegały następujące elementy:**

- I. Tytuł pracy egzaminacyjnej.
- II. Założenia.
- III. Opis metody oznaczania liczby kwasowej oleju
- IV. Wykaz kolejnych czynności prowadzących do organizacji stanowiska do badania analitycznego.
- V. Opis przebiegu kolejnych etapów badań prowadzących do oznaczania liczby kwasowej tłuszczu zgodnie z procedurą analityczną.
- VI. Wykaz sprzętu niezbędnego do wykonania planowanych czynności.
- VII. Protokół z badań.

**Ad I. Tytuł pracy egzaminacyjnej**

Zdecydowana większość zdających poprawnie zatytułowała pracę egzaminacyjną, adekwatnie do zakresu opracowania. Tytuł odnosił się do oznaczenia liczby kwasowej oleju rzepakowego i sporządzenia protokołu z przeprowadzonych badań. W pojedynczych pracach pojawiały się tytuły zbyt obszerne.

*Przykładem poprawnie sformułowanego tytułu jest poniższy fragment pracy egzaminacyjnej.*

**Ad II. Założenia**

Sformułowanie założeń nie sprawiło zdającym większych problemów. W tym elemencie pracy egzaminacyjnej zdający prawidłowo wymienili dane wynikające z treści zadania egzaminacyjnego oraz dane zawarte w załączonej dokumentacji.

W niektórych pracach w założeniach zabrakło informacji o preparatach i substancjach niebezpiecznych używanych przy oznaczeniu liczby kwasowej oleju rzepakowego. Niewielka liczba prac zawierała tylko numery załączników bez określania ich zawartości.



Przykładem poprawnego opracowania założeń może być przedstawiony fragment pracy egzaminacyjnej.

2. ZAKOŻENIA DO PROJEKTU:

A) DANE:

- MATERIAŁ DO BADAN: MATERIAŁEM DO BADAN JEST OLEJ RZEPAKOWY - TRUSZCZ ROŚLINNY
- RODZAJ BADANIA: MIARECZKOWANIE ALKALIMETRYCZNE Z UŻYCIEM FENOLOFTALEINY JAKO WSKAŹNIKA.
- CEL BADANIA: CELEM BADANIA JEST OZNACZENIE WYMIAROWO WŁOŻY KWASOWEJ OLEJU RZEPAKOWEGO I PORÓWNANIE JEJ Z WYMAGANIAMI FIZYKOCHEMICZNYMI
- WYKORZYSTANE ZAKŁADNIKI:
  - ZAKŁADNIK NR 1 - ZESTAWIENIE WYNIKÓW Z OŚCICH RÓWNOLEGŁYCH OZNACZEŃ WŁOŻY KWASOWEJ OLEJU RZEPAKOWEGO
  - ZAKŁADNIK NR 2 - PROCEDURA OZNACZENIA WŁOŻY KWASOWEJ TRUSZCZU MIECZĄ MIARECZKOWĄ Z UŻYCIEM WSKAŹNIKA
  - ZAKŁADNIK NR 3 - WYBRANE WYMAGANIA FIZYKOCHEMICZNE OLEJÓW ROŚLINNYCH - OLEJ RZEPAKOWY
  - ZAKŁADNIK NR 4 - WYCIĄGI Z KART CHARAKTERYSTY SUBSTANCJI NIEBEZPIECZNEJ I PREPARATU NIEBEZPIECZNEGO
  - ZAKŁADNIK NR 5 - WYTYCZNE DO SPORZĄDZENIA PROTOKOŁU BADAN

B) SZUKANE:

- OPACOWANIE PROJEKTU REALIZACJI PRAC ZWIĄZANYCH Z OZNACZENIEM WŁOŻY KWASOWEJ OLEJU RZEPAKOWEGO ORAZ PORÓWNANIE WYNIKU Z WYMAGANIAMI FIZYKOCHEMICZNYMI.
- PRZYGOTOWANIE PRZĘTU DO BADANIA - MIARECZKOWAN ALKALIMETRYCZNE
- WYKONANIE OZNACZENIA ZAWARTOŚCI WŁOŻY KWASOWEJ W OLEJU RZEPAKOWYM
- OBLICZENIE WŁOŻY KWASOWEJ (LK) OLEJU RZEPAKOWEGO
- OPACOWANIE PROTOKOŁU BADAN, KTÓRY ZAWIERAĆ BĘDZIE CEL BADANIA, OBLICZENIA PROWADZĄCE DO USTALENIA WŁOŻY KWASOWEJ ORAZ INTERPRETACJE WYNIKÓW.
- PORÓWNANIE WYNIKU Z DANymi WYMAGANIAMI FIZYKOCHEMICZNYMI
- ZEREMONTOWANIE ZESTAWU, ZAKOŃCZENIE PRACY NA STANOWISKU.

### Ad III. Opis metody oznaczania liczby kwasowej oleju

Ten element pracy egzaminacyjnej również nie sprawił zdającym problemów. Prawie wszyscy zdający bezbłędnie określili metodę oznaczania liczby kwasowej, poprawnie opisywali warunki przeprowadzenia analizy, wskazali titrant i jego stężenie. Większość zdających również nie zapomniała o uwzględnieniu czystości stosowanych odczynników i użyciu wody podwójnie destylowanej. We wszystkich pracach prawidłowo określono punkt końcowy miareczkowania i czas utrzymywania się barwy wskaźnika podczas wykonywania oznaczenia.

Przykładem poprawnego opisu metody oznaczania liczby kwasowej oleju rzepakowego są poniższe fragmenty prac egzaminacyjnych.

3. Opis metody oznaczania liczby kwasowej oleju uwzględniającej zasady oraz czystości stosowanych odczynników.

Liczba kwasowa oleju napolierowanego oznaczamy metodą miareczkowania alkalicznego wobec fenoloftaleiny jako wskaźnika. Metoda ta jest najbardziej odpowiednia dla tłuszczów które nie są intensywnie zabarwione.

Próbki analityczne miareczkuje się miareczkującym w mieszaninie rozpuszczalników miareczkującym roztworem KOH wobec wskaźnika fenoloftaleiny. Miareczkowanie prowadzi się na zimno, aby zapobiec zasadowej hydrolizie tłuszczu.

Metoda miareczkowania alkalicznego (alkalicznego) oparte jest na reakcji zobojętnienia.

$$H^+ + OH^- \rightarrow H_2O$$

Podczas analizy należy używać <sup>tylko</sup> odczynników czystych do analizy oraz wody podwójnie destylowanej.

3. Opis metody oznaczania liczby kwasowej oleju uwzględniającej zasady, oznaczenia oraz czystości stosowanych odczynników

- Metoda ta jest najbardziej odpowiednia w przypadku tłuszczów, które nie są intensywnie zabarwione.
- Zasada oznaczenia: Próbki analityczne rozpuszczają się w mieszaninie rozpuszczalników i miareczkuje roztworem wodorotlenku potasu wobec wskaźnika - fenoloftaleiny. Miareczkowanie prowadzi się na zimno, aby zapobiec zasadowej hydrolizie tłuszczu.
- Podczas analizy należy stosować tylko odczynniki czyste do analizy oraz wodę podwójnie destylowaną.
- Mieszanina rozpuszczalników jest uprzednio zneutralizowaną mieszaniną alkoholo-eterową.
- Miareczkujemy r-r uważnie mieszając, do zmiany zabarwienia utrzymując się przez co najmniej 15 s i detekując



#### Ad IV. Wykaz kolejnych czynności prowadzących do organizacji stanowiska do badania analitycznego

Sporządzenie wykazu kolejnych czynności prowadzących do organizacji stanowiska pracy do przeprowadzenia określonego w treści zadania badania analitycznego sprawiło zdającym pewne problemy. Prawie bezbłędnie wskazywali oni na konieczność zgromadzenia szkła i sprzętu laboratoryjnego oraz odczynników potrzebnych do wykonania oznaczenia.

Najczęściej pomijaną przez zdających czynnością w tym elemencie pracy egzaminacyjnej było przygotowanie mieszaniny alkoholu i eteru etylowego, z podaniem objętości poszczególnych składników lub całości mieszaniny. Zdający często nie uwzględniali konieczności stosowania przepisów BHP przy pracy z odczynnikami niebezpiecznymi, głównie z eterem etylowym. Zapominali również o przygotowaniu zestawu do miareczkowania. Ponadto stosunkowo często powtarzającym się błędem było zapisanie przez zdających informacji o wartości stężenia alkoholu etylowego bez jej jednoznacznego wyrażenia w procentach objętościowych.

Przykłady poprawnie sporządzonych wykazów kolejnych czynności prowadzących do organizacji stanowiska do badania liczby kwasowej oleju rzepakowego przedstawiają poniższe fragmenty prac egzaminacyjnych.

4. Wykaz kolejnych czynności prowadzących do organizacji stanowiska do badania analitycznego wraz z opisem sposobu przygotowania odczynników chemicznych zgodnie z zasadami BHP.

- Przygotowanie stanowiska do badania analitycznego
  - zgromadzenie potrzebnego sprzętu i odczynników
  - mycie i wysuszenie sprzętu szklanego
  - zmobilizowanie zestawu do miareczkowania (mikrobiureta objętość  $0,02\text{cm}^3$  z podziałką co  $0,02\text{cm}^3$ )
  - zgromadzenie potrzebnych odczynników
- Przygotowanie odczynników chemicznych
  - przygotowanie mieszaniny alkoholu etylowego 95% (V/V) i eteru dietylowego.

Do zlewni o pojemności  $150\text{cm}^3$  dać odmierzone uprzednio w cylindrze miarowym  $60\text{cm}^3$  eteru dietylowego oraz  $60\text{cm}^3$  alkoholu etylowego 95% (V/V). Po otrzymaniu mieszaninę dokładnie wymieszać bałogłką. Bezpośrednio przed użyciem mieszaninę rozpuszczalników należy zneutralizować roztworem KOH o stężeniu  $c = 0,1\text{ mol/dm}^3$  wobec roztworu fenoloftaleiny o objętości  $0,36\text{cm}^3$ . Mieszaninę należy przygotować z dala od źródła ognia i ciepła. Analityk musi być ubrany w długi rękawicami ochronnymi typu gogle, rękawice ochronne chemiczne przed chemikalia i rękawice ochronne. Należy również zastosować środki ostrożności zapobiegające wyładowaniu elektrostatycznemu i nie palić tytanu.

Ad 4. Przygotowanie odczynników chemicznych

- przygotowanie miarowanego roztworu KOH o stężeniu  $0,1 \text{ mol/dm}^3$

Z filtrałemu zawieszającego  $0,1 \text{ mol}$  wodorotlenku potasu przenieść ilość tej substancji do kolby miarowej o poj.  $1 \text{ dm}^3$ . Wypełnić wodą podwójnie destylowaną, do kreski. Dokładnie wymieszać.

- przygotowanie roztworu fenoloftaleiny (roztwór obojętny 1%)  
 Odważyć na wadze laboratoryjnej  $0,5 \text{ g}$  fenoloftaleiny i  $49,5 \text{ g}$  odczynnika etylowego. Włożyć obie substancje do butelki i dokładnie wymieszać.

IV. Wykaze kolejnych czynności prowadzących do organizacji stanowiska do badania analitycznego wraz z opisem sposobu przygotowania odczynników chemicznych zgodnie z zasadami BHP.

1. Przegląd i wybór sposobu odpowiedniego do wykonania zadania

- mycie szkła
- zmontowanie zestawu do miarowania

2. Przygotowanie odczynników - szpilki do analizy.

- Wodorotlenek potasu, miarowany roztwór KOH o stężeniu  $c = 0,1 \text{ mol/dm}^3$   
 Na wadze <sup>analitycznej</sup> ~~technicznej~~ odważyć ~~5,6100g~~  $5,6100 \text{ g}$  KOH w naczynku wagowym o pomocy ~~szpilki~~. Następnie przenieść substancję do kolby miarowej

na  $1000 \text{ cm}^3$  za pomocą lejka i bagietki na koniec opłukując naczynko wagowe, lejek, bagietkę wodą podwójnie destylowaną, i jeżeli roztwór się nie osadził ani nie osadził, uzupełnić wodą podwójnie destylowaną, do kreski <sup>zamykając korkiem i</sup> ~~całą mieszankę~~ <sup>z roztworem</sup> kolbę należy podpisać i pozostawić do oznaczenia.

Podczas przygotowywania odczynników należy stosować: okulary ochronne typu gogle, ubranie ochronne, rękawice chroniące przed chemikaliami

- Fenoloftaleina - Podczas przygotowywania odczynników należy stosować okulary ochronne typu gogle, rękawice chroniące przed chemikaliami,



ubranie ochronne.  
 Odczytać na nadce technicznej 1g fenoloftaleiny w naczynku miarowym  
~~Admierzyc pipetą, jednomiarową, na 1 cm<sup>3</sup> roztworu fenoloftaleiny~~  
 i przenieść do szklki na 100 cm<sup>3</sup>, następnie za pomocą cylindra na 100 u  
 admierzyc 99 cm<sup>3</sup> alkoholu etylowego 95% i wlać do szklki,  
 wymieszać kagietką. Następnie przekazać do butelki z korkiem  
 podpisac. Nie przechowywać w pobliżu źródeł ciepła, nie palić tytoniu

• Alkohol etylowy 95% (V/V) i eter dietylowy.

Należy sporządzić mieszaninę w stosunku objętościowym 1:1.

Mieszaninę należy sporządzić pod dyktando ze względu na  
 eter dietylowy - parę mogą wyolizować kwasie sennosci i zawroty głowy  
 zdala od źródeł ciepła. Środki ochrony indywidualnej: maska  
 przeciwgazowa, okulary ochronne typu gogle, rękawice ochronne  
 chroniące przed chemikaliami, ubranie ochronne.

Za pomocą pipety jednomiarowej na 50 cm<sup>3</sup> pobrać 50 cm<sup>3</sup> alkoholu  
 etylowego 95%. przenieść do szklki na 150 cm<sup>3</sup>, następnie drugą pipetą  
 jednomiarową na 50 cm<sup>3</sup> pobrać 50 cm<sup>3</sup> eteru dietylowego i wlać  
 do tej samej szklki, całość wymieszać. Przekazać do butelki na 100  
 podpisac i odstawić do oznaczenia.

• woda podwójnie destylowana

3. Przygotowanie próbki do badań

4. Przygotowanie środków ochrony osobistej

5. Przygotowanie pojemników na odpady i roztwory niewykorzystane.

#### Ad V. Opis przebiegu kolejnych etapów badań prowadzących do oznaczenia liczby kwasowej tłuszczu zgodnie z procedurą analityczną

Ten element pracy egzaminacyjnej nie sprawił zdającym większych trudności. Dokonywali oni poprawnego opisu pobierania i przygotowania próbki do badań. Szczególnie dokładnie opisywali sposób wykonania oznaczenia oraz sposób postępowania z odpadami i z roztworami niewykorzystanymi.

Zdający bardzo często zapominali jednak o uwzględnieniu w opisie przebiegu badania konieczności zapisania otrzymanych wyników miareczkowania oraz oznaczenia dwóch równoległych próbek. Równie często pomijali etap likwidacji stanowiska pracy (wymycie szkła laboratoryjnego, odstawienie sprzętu).

Przedstawione poniżej fragmenty prac egzaminacyjnych są przykładami wyczerpującego opisu realizacji planowanych prac.

## V Opis przebiegu kolejnych etapów badań

### 1. Przygotowanie stanowiska pracy

- selekcja i mycie (spłukanie) szkła laboratoryjnego
- zmontowanie zestawu do miareczkowania
- przygotowanie odzieży ochronnej indywidualnej
- przygotowanie akrylium

### 2. Pobieranie i przygotowanie próbek do badań

Próbki pobrano do badań dnia 16.06.2008  
zgodnie z PN-ISO 661:1995 oleje i tłuszcze roślinne oraz  
zwierzęce. Przygotowanie próbek do badań

ważne jest, aby laboratorium otrzymało próbę rzeczywistie reprezentatywną oraz aby nie zostały one uszkodzone lub zmieniane podczas transportu i przechowywania. Probki nie należy podgrzewać ani filtrarć

### 3. Wymiarowanie analizy

#### a) próbki analityczne

Odważyć 20g tłuszczu z dokładnością do 0,01g do udby  
stożkowej o pojemności 250cm<sup>3</sup>

#### b) analiza

Rozpuścić próbkę analityczną w 50cm<sup>3</sup> uprzednio  
zneutralizowanej mienaliny amoniakowej - eterowej.  
Następnie dodać 4,5 kropli fenoloftaleiny i miareczkować

roztworem KOH z biurety, ciepło mienając do zmiany  
zabarwienia utrzymując je w najmniejszej 15s.

### 4. Obliczanie wskaźnika kwasowego

Obliczanie wywołano zgodnie z PN-ISO 660-1998  
oleje i tłuszcze roślinne oraz zwierzęce. Obliczanie wskaźnika  
kwasowego.

liczba kwasowa (Lk) w mg KOH/g badanego tłuszczu  
możemy obliczyć wg wzoru

$$L_k = \frac{56,1 \cdot V \cdot c}{m}$$

V - objętość roztworu KOH użytego do miareczkowania w cm<sup>3</sup>

c - stężenie roztworu KOH w mol/dm<sup>3</sup>

m - masa próbki analitycznej w gramach

5. zapisanie myśli badań
6. przygotowanie stanowiska pracy
- umycie sztućca
  - przygotowanie sprzętu
  - zagospodarowanie porostów po oznaczeniu odrynkami
    - Porosty po pobraniu do oznaczenia używy kwasowej olej należy porostami, a ściśle zamkniętej butelce do daty oznaczenia
    - nie należy trzymać i natychmiast należy porostami i podpisany butelkach do daty oznaczenia
  - zagospodarowanie mianami preakcyjnymi
 

Mianami preakcyjnymi należy odpowiednio do oznaczanych próbek i porostami do utylizacji
7. sprężenie próbki z przewodzącej badań
- zawieszenie celu badania
  - zawieszenie odpowiednich odcięć prowadzących do ustalenia używy kwasowej tłuszczu (oznaczenie opis)
  - stwierdzenie ilości dotyczącego rodzaju oznaczanego parametru z uwzględnieniem fizykochemicznych dla (badanych) olej

5) Opis przebiegu kolejnych etapów badań prowadzących do oznaczenia używy kwasowej tłuszczu zgodnie z procedurą analityczną.

a) przygotowanie stanowiska pracy:

- prymieszenie nieogrzanego sprzętu i odrynków
- dokładne umycie sprzętu i przepłukanie go wodą podwójnie destylowaną

b) przygotowanie odrynków chem. zgodnie z zasadami BHP

c) pobranie i przygotowanie próbki do badań

Lipowie z PN-ISO 661:1995 Oleje i tłuszcze roślinne oraz zwierzęce. Przygotowanie próbki do badań

- próbki pobrano 16.06.2008
- nie wolno uszkodzić ani zmienić próbki podczas transportu i przechowywania
- nie należy jej podgrzewać ani filtrować
- próbki pobrano z beki pełnej oleju nepsanego przy pomocy łyżki i przeniesiono do ściśle zamkniętej szklanej butelki z odfiltrowanym korkiem o poj. 1 dm<sup>3</sup>
- na warze technicznej - elektronicznej odczytano w kabinie stojącej o poj. 250 cm<sup>3</sup>, 20 g tłuszczu z dokładnością do 0,05 g







## Ad VI. Wykaz sprzętu niezbędnego do wykonania planowanych czynności, z uwzględnieniem pojemności naczyń laboratoryjnych oraz środki ochrony indywidualnej

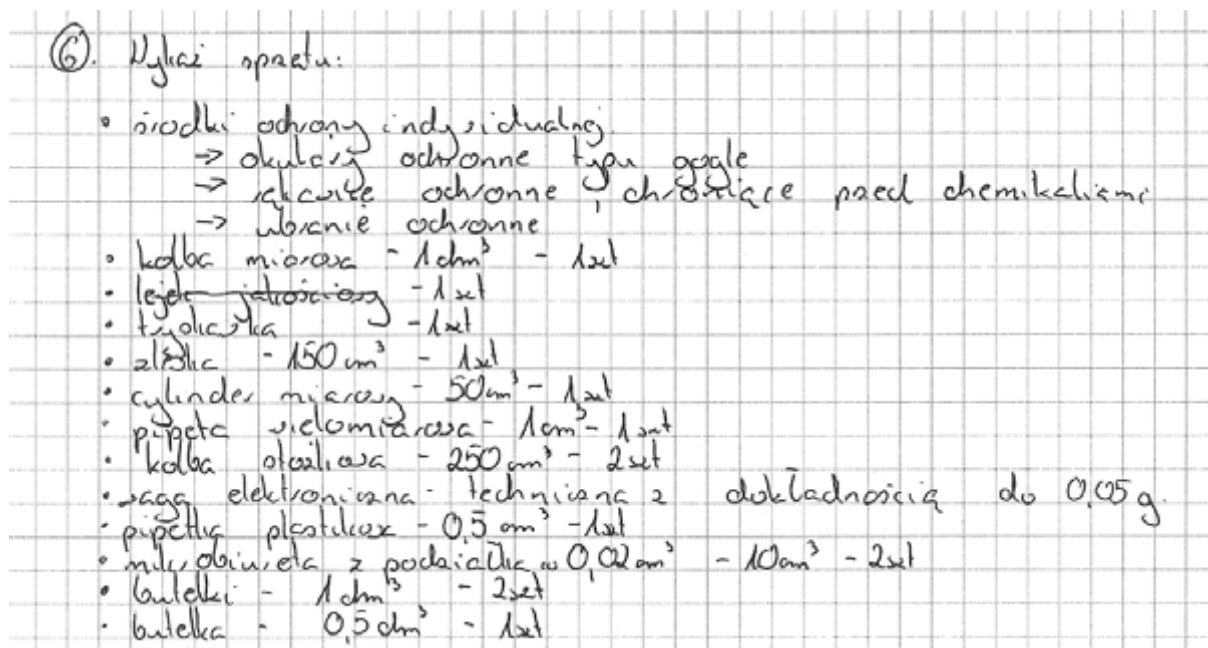
Prawidłowe przedstawienie tego elementu pracy egzaminacyjnej polegające na sporządzeniu pełnego wykazu niezbędnego sprzętu do wykonania planowanych badań analitycznych sprawiło zdającym pewne problemy. Wszyscy bezbłędnie wymienili konieczne przy wykonywaniu prac laboratoryjnych środki ochrony indywidualnej. Przeważająca większość zdających poprawnie wymieniała podstawowy sprzęt laboratoryjny taki jak: waga techniczna, mikrobiureta, kolby stożkowe z podaniem ich ilości i objętości, pipeta oraz drobny sprzęt laboratoryjny. Najczęściej pomijanym w zestawieniu sprzętem była kolba miarowa i cylinder miarowy. Nieuwzględnienie kolby miarowej w wykazie sprzętu niezbędnego do wykonania zaplanowanych badań analitycznych wynikało prawdopodobnie z faktu, że większość z tych zdających nie planowała samodzielnego przygotowania mianowanego roztworu wodorotlenku potasu, założyła natomiast, że roztwór ten został przygotowany wcześniej i jest dostępny w laboratorium.

Przykłady poprawnie sporządzonych wykazów.

VI. Wykaz sprzętu niezbędnego do wykonania planowanych czynności z uwzględnieniem pojemności naczyń laboratoryjnych oraz środków ochrony indywidualnej.

- waga techniczna
- naczyńko wagowe - 3 sztuki
- łyżeczka - 3 sztuki
- kielbka - 4 sztuki
- lejek - 2 sztuki
- kolba miarowa 1000 cm<sup>3</sup> - 1 sztuka
- trójkątka
- szlenka o poj. 100 cm<sup>3</sup>
- szlenka na 150 cm<sup>3</sup> - 1 sztuka
- pipeta jednomiarowa na 50 cm<sup>3</sup> - 4 sztuki
- kielbka z korkiem o pojemności 100 cm<sup>3</sup> - 2 sztuki
- kolba stożkowa o pojemności 200 cm<sup>3</sup> - 1 sztuka
- cylinder o pojemności 100 cm<sup>3</sup> - 1 sztuka
- kroplicznik
- pipeta jednorazowa na 0,5 cm<sup>3</sup> - 1 sztuka
- naciągarka

- kolba stożkowa o pojemności 250 cm<sup>3</sup> - 2 sztuki
- biureta mikrobiureta o pojemności 10 cm<sup>3</sup> z podziałką do 0,02 cm<sup>3</sup>
- stalus
- łopata
- kielbka z dopasowanym korkiem o pojemności 500 cm<sup>3</sup> - 2 sztuki
- pojemniki na odpady
- fartuch ochronny
- rękawice ochronne
- rękawice chroniące przed chemikaliami
- okulary ochronne typu google
- maska przeciwgazowa
- waga analityczna
- szlenki o pojemności 150 cm<sup>3</sup> - 2 sztuki

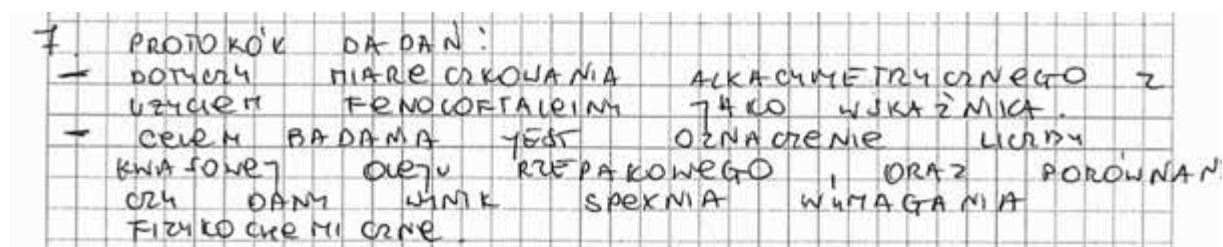


## Ad VII. Protokół z badań

Sporządzenie protokołu z badań analitycznych sprawiło zdającym pewną trudność. Zdający prawidłowo określili cel badania i sporządzali zestawienie wyników oznaczenia dwóch równoległych próbek. W większości prac prawidłowo dokonywali również porównania uzyskanych wyników z wymaganiami fizykochemicznymi oleju rzepakowego oraz formułowali poprawne wnioski dotyczące zgodności oznaczanego parametru z wymaganiami określonymi w normie.

Najwięcej problemów sprawiło zdającym prawidłowe podstawienie otrzymanych w wyniku miareczkowania wartości liczbowych do podanego wzoru oraz wykonanie obliczenia liczby kwasowej dla próby I i próby II. Zdarzały się również błędy w obliczaniu średniej arytmetycznej  $LK_1$  i  $LK_2$ . W pojedynczych pracach pojawiła się nieprawidłowa koncepcja uśredniania mas próbek i objętości zużytego titranta. Na podstawie tych średnich obliczano liczbę kwasową oznaczanego oleju rzepakowego. Często powtarzającym się błędem było zapisanie wyniku obliczeń bez określenia jednostki lub z błędną jednostką.

Przykład protokołu z oznaczenia liczby kwasowej oleju rzepakowego.



- WYNIKI Z DWÓCH RÓWNOLEGŁYCH OZNACZEŃ WIDNY KWAŚLOWEJ OLEJU RZEPAKOWEGO.

LICZBA PRÓB	MAZA PRÓBKI ANALITYCZNEJ	OBJĘTOŚĆ ROZTWORU KOH O STĘŻENIU 0,1000 mol/dm <sup>3</sup> DO MIAREKOWANIA	KOH ZUŻYTA
1	20,10 g	2,00 cm <sup>3</sup>	
2	20,00 g	1,94 cm <sup>3</sup>	

- ODCZEMIE WIDNY KWAŚLOWEJ (LK) W mg KOH/g BADANEGO TKWISZCU DLA KAŻDEJ z mg KOH/g PRÓB

~~FORMUŁA~~

$$LK = \frac{56,1 \cdot V \cdot c}{m}$$

Gdzie:

V - OBJĘTOŚĆ ROZTWORU KOH ZUŻYTA DO MIAREKOWANIA W cm<sup>3</sup>

c - STĘŻENIE ROZTWORU KOH W  $\frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}$

m - MAZA PRÓBKI ANALITYCZNEJ W g

I PRÓBA

$$LK_1 = \frac{56,1 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \cdot 0,002 \text{ dm}^3 \cdot 0,1000 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}}{20,10 \text{ g}}$$

$$LK_1 = 0,00056 \text{ g KOH/g} = 0,56 \text{ mg KOH/g}$$

II PRÓBA

$$LK_2 = \frac{56,1 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \cdot 0,00194 \text{ dm}^3 \cdot 0,1000 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3}}{20,00 \text{ g}}$$

$$LK_2 = 0,00054 \text{ g KOH/g} = 0,54 \text{ mg KOH/g}$$

- ŚREDNIA z dwóch ~~o~~ prób:

$$LK = \frac{LK_1 + LK_2}{2}$$

GDZIE :

$LK_1$  - LICZBA KWASOWA PIERWSZEJ Z DANYM PROB

$LK_2$  - LICZBA KWASOWA DRUGIEJ Z DANYM PROB

$$LK = \frac{0,56 \text{ mgKOH/g} + 0,54 \text{ mgKOH/g}}{2}$$

$$LK = 0,55 \text{ mgKOH/g}$$

WYNIK DANYM ANAITYCZNEGO MIANOWICIE  
 0,55 mgKOH/g NIE WLEGA SIĘ W DOPUSZCZALNY  
 ZAKRES WARTOŚCI W ZWIĄZKU Z TYM ŻE SPEKTRUM  
 ON WYMAGA FIZYKOCHEMICZNYCH, OLEJ REPAKOWY  
 NIE NADATE SIĘ WIĘC DO MIKOROZYMNIANIA I  
 SPOŻYWANIA PRZEZ LUDZI.

#### Ad VIII. Praca egzaminacyjna jako całość.

Prace egzaminacyjne w większości były przejrzyste i czytelne. Zdający rozwiązując zadanie wyodrębniali poszczególne elementy swojej pracy, nadając im poprawne tytuły. W pojedynczych pracach elementy III, IV i V opracowywano jako jedną całość, zachowując jednak logiczny tok myślenia. W niewielkiej liczbie prac brakowało wyodrębnienia poszczególnych elementów rozwiązania. Znakomita większość prac egzaminacyjnych była poprawna pod względem merytorycznym, a zdający posługiwali się fachową terminologią.