

Przykłady wybranych fragmentów prac egzaminacyjnych z komentarzami Technik analityk 311[02]

Zadanie egzaminacyjne

Oczyszczalnia ścieków zamówiła u producenta 1000 litrów szkła wodnego sodowego oznakowanego jako R-150, w balonach o zawartości 100 litrów substancji każdy. Pobieranie próbek i badania jakości produktu wykonują technicy analitycy z laboratorium kontrolnego, zgodnie z zakładowymi procedurami. Z prowadzonych badań opracowywane jest sprawozdanie z uwzględnieniem odpowiednich obliczeń, na podstawie których stwierdza się, czy badany produkt spełnia wymagania.

Opracuj, na podstawie załączonej dokumentacji, projekt realizacji prac z zakresu kontroli analitycznej partii szkła wodnego sodowego przeznaczonego do wysyłki, uwzględniając tylko te oznaczenia, które wykonuje się bezpośrednio po pobraniu próbek. Sporządź sprawozdanie z kontroli analitycznej partii szkła wodnego, uwzględniające wyniki badań i zawierające ocenę przydatności partii szkła wodnego sodowego do wysyłki.

Projekt realizacji prac powinien zawierać:

1. Tytuł pracy egzaminacyjnej odnoszący się do całego zakresu opracowania.
2. Założenia obejmujące niezbędne dane do wykonania projektu realizacji prac.
3. Krótką charakterystykę metod oznaczeń wykonywanych bezpośrednio po pobraniu próbek do badań, w tym zapis równań reakcji chemicznych.
4. Wykaz prac według kolejności ich wykonywania, w formie listy lub schematu.
5. Opis sposobów realizacji planowanych prac uwzględniający: czynności organizacyjne, operacje analityczne, warunki bhp i ochrony środowiska.
6. Wykazy:
 - odczynników chemicznych z określeniem ich stężeń i jakości,
 - sprzętu niezbędnego do wykonania planowanych czynności, z uwzględnieniem pojemności naczyń laboratoryjnych.
7. Sprawozdanie z kontroli analitycznej wraz z oceną partii szkła wodnego.

Do opracowania wykorzystaj :

Wyciąg z procedury kontroli analitycznej szkła wodnego sodowego – Załącznik 1

Wykaz odczynników – Załącznik 2

Wyciąg z kart charakterystyk substancji niebezpiecznych – Załącznik 3

Procedurę postępowania z odpadami poreakcyjnymi i roztworami niezużytych w trakcie badań – Załącznik 4

Wyniki badań partii szkła wodnego sodowego – Załącznik 5

Wskazówki do sporządzenia sprawozdania z kontroli analitycznej – Załącznik 6

Czas przeznaczony na wykonanie zadania wynosi 240 minut

Załącznik 1

**Wyciąg z procedury kontroli analitycznej
szkła wodnego sodowego**

1. Przedmiot procedury

Przedmiotem procedury jest szkło wodne sodowe będące roztworem wodnym krzemianów sodowych o wzorze $\text{Na}_2\text{O} \cdot n\text{SiO}_2$.

2. Rodzaje szkła wodnego

Wymagania szczegółowe, jakie powinny spełniać rodzaje szkła wodnego są zawarte w tabeli 1.

Tabela 1

Wymagania	Rodzaj		
	R-150	R-145	R-142
Moduł molowy $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$	1,9 ÷ 2,1	2,4 ÷ 2,6	2,9 ÷ 3,1
Zawartość tlenków ($\text{SiO}_2+\text{Na}_2\text{O}$) % nie mniej niż	40,0	39,0	38,0
Gęstość (20°C) g/cm^3	1,50 ÷ 1,53	1,45 ÷ 1,48	1,42 ÷ 1,45

3. Wymagania ogólne

Szkło wodne sodowe jest cieczą od postaci klarownej do barwnie opalizującej z szarym odcieniem włącznie.

4. Badania

4.1. Pobieranie próbek

4.1.1. Pobieranie próbek pierwotnych

1. W zależności od ilości opakowań w partii, należy pobrać w sposób losowy liczbę opakowań jednostkowych według Tabeli 2.

Tabela 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań, z których należy pobrać próbkę do badań
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8

2. Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać po dwie próbki pierwotne o objętości 100 ml każda.
3. Próbki z cystern i zbiorników należy pobierać próbnikiem o długości co najmniej 1700 mm, a z pozostałych opakowań jednostkowych próbnikiem o długości 1000 mm, zanurzając zgłębnik do około 4/5 wysokości słupa cieczy.

4.1.2. Przygotowanie próbki ogólnej

1. Próbki pierwotne należy wlać do czystej, suchej zlewki o odpowiedniej pojemności.
2. Próbka ogólna powinna mieć objętość nie mniejszą niż 1,0 l.

4.1.3. Przygotowanie próbki laboratoryjnej

1. Próbkę ogólną miesza się za pomocą pręta winidurowego, a następnie przygotowuje próbkę laboratoryjną przez pobranie do butelki polietylenowej ilości cieczy nie mniejszej niż 0,5 l. Butelka polietylenowa powinna być wypełniona próbką laboratoryjną w całości.

4.1.4. Przygotowanie próbki do badań

1. Z próbki laboratoryjnej pobiera się próbki do badań, w liczbie odpowiedniej do wykonywanych oznaczeń.
2. Próbki do badań pobiera technik analityk.

4.2. Opis badań

1. Oznaczanie zawartości tlenu sodu i gęstości należy wykonać bezpośrednio po pobraniu próbek.
2. Sprawdzenie wyglądu zewnętrznego przeprowadza się nieuzbrojonym okiem na zgodność produktu z wymaganiami.

4.2.1. Oznaczanie zawartości tlenku sodu

Zasada metody

Metoda polega na odmiareczkowaniu tlenku sodu mianowanym roztworem kwasu solnego.

Przygotowanie próbki do analizy

1. 10 g badanego szkła wodnego sodowego odważyć w zlewce o pojemności 150 cm³ z dokładnością do 0,01g.
2. Rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości ~ 50 cm³ i zagotować odważone szkło pod przykryciem w koszu grzejnym do ujednorodnienia roztworu.
3. Po ostudzeniu do temp. 20° C przenieść roztwór do kolby miarowej o pojemności 500 cm³, uzupełnić do kreski wodą destylowaną o temp. 20° C i wymieszać.

Wykonanie oznaczania

1. Do kolby stożkowej o pojemności 250 cm³ odmierzyć pipetą 50 cm³ przygotowanego roztworu szkła wodnego.
2. Roztwór miareczkować mianowanym roztworem kwasu solnego o $C_{\text{mol}} = 0,500 \text{ mol/dm}^3$ wobec 0,5 cm³ oranżu metylowego, do uzyskania zabarwienia cebulkowego.
3. Mieszaninę poreakcyjną zachować do dalszych oznaczeń. W tym celu mieszaninę poreakcyjną należy przelać do butelki polietylenowej o pojemności 100 cm³ i zamknąć.

Obliczenie zawartości tlenku sodu /A/

1. Zawartość tlenku sodu /A/ obliczyć w procentach według wzoru:

$$A = \frac{V \cdot 15,5}{m} \%$$

w którym:

V – objętość [cm³] ściśle 0,500 mol/dm³ roztworu kwasu solnego zużytego do miareczkowania, podana z dokładnością do jednego miejsca dziesiętnego

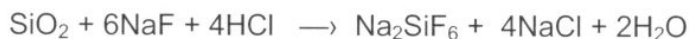
m – odważka badanej próbki [g], podana z dokładnością do dwóch miejsc dziesiętnych

1. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną z wyników co najmniej dwóch równoległych (z osobno przygotowanych naważek) oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 0,1% .
2. Wyniki obliczeń A przedstawia się w procentach, do jednego miejsca dziesiętnego.

4.2.2. Oznaczanie zawartości krzemionki metodą alkacymetryczną

Zasada metody

Do obojętnego roztworu szkła wodnego sodowego dodaje się roztwór fluorku sodu i mianowany roztwór kwasu solnego. Zgodnie z reakcją :



tworzy się fluorokrzemian sodu, zużywając równoważną ilość kwasu solnego. Nadmiar dodanego kwasu odmiareczkowie się roztworem wodorotlenku sodu. Z ilości zużytego kwasu solnego oblicza się zawartość krzemionki.

Obliczenie zawartości krzemionki /B/

1. Zawartość krzemionki /B/ obliczyć w procentach według wzoru:

$$B = \frac{V - V_1 - V_2}{m} \cdot 7,5 \%$$

w którym:

m – odważka badanej próbki [g], zapisana z dokładnością do dwóch miejsc po przecinku

V – objętość ściśle 0,5 mol/dm³ roztworu kwasu solnego dodanego do próbki badanej w nadmiarze, [cm³], zapisana z dokładnością do jednego miejsca po przecinku

V₁ – objętość ściśle 0,5 mol/dm³ roztworu wodorotlenku sodu zużytego do odmiareczkowania nadmiaru 0,5 mol/dm³ roztworu kwasu solnego, [cm³] zapisana z dokładnością do jednego miejsca po przecinku

V₂ – próba odczynnikowa

2. Wynik obliczeń przedstawia się w procentach, z dokładnością do jednego miejsca po przecinku.

4.2.3. Obliczanie modułu molowego

1. Moduł molowy szkła wodnego sodowego jest to stosunek molowych zawartości SiO₂ do Na₂O.

2. Moduł molowy M obliczyć według wzoru

w którym:

$$M = \frac{B}{A} \cdot 1,032$$

A – zawartość tlenu sodu [%]

B – zawartość krzemionki [%]

1,032 – współczynnik przeliczeniowy z jednostek wagowych na mole

3. Wynik obliczeń przedstawia się z dokładnością do jednego miejsca po przecinku.

4.2.4. Oznaczanie gęstości.

1. Gęstość należy oznaczać areometrem z podziałką $0,001\text{g/cm}^3$.
2. Szkło wodne sodowe doprowadzić w termostacie w przykrytej zlewce o pojemności 400 cm^3 do temperatury 20°C .
3. Ciecz wlać do cylindra szklanego o pojemności 250 cm^3 . Ciecz należy wlewać ostrożnie po ściance cylindra, aby nie powstały w niej pęcherzyki powietrza.
4. Do cieczy zanurzyć ostrożnie areometr i odczytać na podziałce wartość według górnego menisku.
5. Oznaczanie należy wykonać szybko, ponieważ powierzchnia szkła wodnego pokrywa się w krótkim czasie błoną utrudniającą pomiar.
6. Wynik oznaczenia podać do drugiego miejsca po przecinku.

5. Ocena partii

1. Partię należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli badania odpowiadają wymaganiom szczegółowym podanym w Tabeli 1.
2. W zależności od żądań klienta świadectwo jakości wystawiane jest dla każdej cysterny lub jako średni wynik dla całej wysyłki w zakresie ustalonym indywidualnie z odbiorcą.

Załącznik 2

Wykaz odczynników

woda destylowana

oranż metylowy r-r 0,1% m/m

fenoloftaleina r- r alkoholowy 0,1%

roztwór HCl o stężeniu około $0,5\text{ mol/dm}^3$

roztwór HCl cz.d.a mianowany o stężeniu $0,500\text{ mol/dm}^3$

roztwór NaOH o stężeniu $0,5\text{ mol/dm}^3$

nasycony roztwór NaF

Wyciąg z kart charakterystyk substancji niebezpiecznych

1. Roztwór kwasu solnego HCl

R 34 -37 Powoduje oparzenia. Działa drażniąco na drogi oddechowe.

S (1/2-)26-45 Przechowywać pod zamknięciem. Chronić przed dziećmi. Zanieczyszczone oczy przemyć natychmiast dużą ilością wody i zasięgnąć porady lekarza. W przypadku awarii lub jeśli źle poczujesz się, niezwłocznie zasięgnij porady lekarza – jeżeli to możliwe, pokaż etykietę.

Ochrona rąk – konieczna, rękawice ochronne, chroniące przed chemikaliami.

Ochrona ciała konieczna – ubranie ochronne.

2. Szkło wodne sodowe i jego roztwory

R 36/37/38 Działa drażniąco na oczy, skórę i drogi oddechowe.

S 2-26-36/37 Chronić przed dziećmi. Zanieczyszczone oczy przemyć natychmiast dużą ilością wody i zasięgnąć porady lekarza. Nosić odpowiednią odzież ochronną i odpowiednie rękawice ochronne.

Ochrona oczu – konieczna, okulary typu gogle.

Ochrona rąk – konieczna, chroniące przed chemikaliami.

Ochrona ciała konieczna – ubranie ochronne.

Procedura postępowania z odpadami poreakcyjnymi i roztworami niezużytymi w trakcie badań

Roztwory kwaśne – przelać do pojemnika na odpady kwaśne. Pojemnik ten oznakowany jest jako K.

Roztwory zasadowe – przelać do pojemnika na odpady zasadowe. Pojemnik ten oznakowany jest jako Z.

Roztwory zawierające związki organiczne – przelać do pojemnika na odpady specjalne. Pojemnik ten oznakowany jest jako O.

Wyniki badań partii szkła wodnego sodowego

Oznaczanie zawartości tlenku sodu Na_2O

a. Wyniki badań:

1 próba	$V = 8,9 \text{ cm}^3$	$m = 10,12 \text{ g}$
2 próba	$V = 8,8 \text{ cm}^3$	$m = 9,98 \text{ g}$

Oznaczanie zawartości krzemionki (B)

a. Wyniki badań:

1 próba	$B_1 = 26,4\%$
2 próba	$B_2 = 26,3\%$

Gęstość badanej partii szkła wodnego sodowego w temperaturze 20°C wynosi $1,51 \text{ g/cm}^3$

Wymagania ogólne dla badanej partii szkła wodnego sodowego: klarowna ciecz, o barwie lekko szarej.

Załącznik 6

Wskazówki do sporządzenia sprawozdania z kontroli analitycznej

W sporządzonym sprawozdaniu z kontroli analitycznej powinny być zamieszczone krótkie, zwięzłe i rzeczowe zapisy uwzględniające następujące elementy:

1. Tytuł sprawozdania i nazwa materiału, którego kontrola analityczna dotyczy;
2. Pobranie próbek do badań, zawierające: liczbę opakowań; liczbę próbek pierwotnych z każdego opakowania; objętość każdej próbki pierwotnej; łączną objętość próbek pierwotnych (próbka ogólna).
3. Oznaczenie zawartości tlenku sodu Na_2O , zawierające
 - a. wyniki badań;
 - b. obliczenia dotyczące procentowej zawartości Na_2O (A), zawierające wzór oraz obliczenia A_1, A_2, A_{sr}
4. Oznaczenie zawartości krzemionki (B), zawierające:
 - a. wyniki badań;
 - b. obliczenia średniej zawartości krzemionki B_{sr}
5. Obliczenie modułu molowego, zawierające wzór oraz obliczenia (M);

6. Ocena partii szkła wodnego sodowego zawierająca:

a) zestawienie w tabeli wyników badań w odniesieniu do wartości 4 wymagań:

1) moduł molowy SiO_2/Na_2O ,

2) zawartość tlenków (SiO_2+Na_2O) % nie mniej niż;

3) gęstość w temperaturze 20°C;

4) wymagania ogólne; w formie tabeli wraz z informacją czy badany materiał spełnia normy czy nie – np.:

Wymagania	Według norm	Wyniki badań	Spełnienie norm tak/nie

b) ocenę przydatności partii szkła wodnego sodowego do wysyłki.

W pracach egzaminacyjnych ocenie podlegały następujące elementy:

- I. Tytuł pracy egzaminacyjnej.
- II. Założenia.
- III. Charakterystyka metod badań wykonywanych bezpośrednio po pobraniu próbek do badań, w tym zapis zachodzącej/zachodzących reakcji chemicznej/chemicznych.
- IV. Wykaz prac według kolejności ich wykonania.
- V. Opis sposobów realizacji planowanych prac uwzględnionych w wykazie: czynności, warunki organizacyjne, bhp, ochrony środowiska.
- VI. Wykazy:
 - odczynników chemicznych z określeniem ich stężeń i jakości,
 - sprzętu niezbędnego do wykonania planowanych czynności, z uwzględnieniem pojemności naczyń laboratoryjnych.
- VII. Sprawozdanie z kontroli analitycznej.
- VIII. Praca egzaminacyjna jako całość (przejrzystość, logika uporządkowania, poprawność terminologiczna i merytoryczna, czytelność i estetyka).

Ad I. Tytuł pracy egzaminacyjnej.

W tytule pracy egzaminacyjnej zdający powinien odnieść się do dwóch elementów zadania egzaminacyjnego:

- opracowania projektu prac dotyczących kontroli analitycznej szkła wodnego,
- sporządzenia sprawozdania z kontroli analitycznej.

Przykładem poprawnie sformułowanego tytułu jest poniższy fragment pracy egzaminacyjnej:

Projekt realizacji prac związanych z kontrolą
(tytuł pracy egzaminacyjnej)
analityczną partii szkła wodnego sodowego przeznaczanego
do wysyłki i sporządzenie sprawozdania z kontroli analitycznej
partii szkła wodnego

W niektórych tytułach brakowało informacji, że zdający opracowuje projekt realizacji prac. W takich przypadkach tytuł zawierał tylko informacje o kontroli analitycznej partii szkła wodnego, podobnie jak we fragmencie pracy przedstawionym poniżej:

Kontrola analityczna partii szkła wodnego sodowego (rodzaj R-150) przeznaczoną do wysyłki z uwzględnieniem oznaczeń wykonywanych bezpośrednio po pobraniu próbek, sprawdzanie na podstawie obliczeń uwzględniających wyniki badań - ocena przydatności partii szkła wodnego sodowego do wysyłki.

(tytuł pracy egzaminacyjnej)

Zdający zwięźle formułowali tytuł projektu i poprawnie określali materiał do badań, zapominali jednak o umieszczeniu w tytule zapisu o konieczności sporządzenia sprawozdania.

Ad. II. Założenia.

Ten element pracy egzaminacyjnej sprawił zdającym spore problemy. Prawie bezbłędnie określano substancję poddaną kontroli analitycznej. Znacząca liczba zdających prawidłowo wymieniała również źródła informacji, które wykorzystywała przy opracowywaniu swojej pracy egzaminacyjnej. Przykładem poprawnego opracowania założeń może być podany poniżej fragment pracy egzaminacyjnej:

2. Założenia do projektu.

Przedmiotem badań jest szkło wodne sodowe oznakowane jako R-150, dostarczone od producenta ilości 1000 litrów, w balonach o wartości 100 litrów substancji.

Celem badań jest kontrola analityczna partii szkła wodnego sodowego przeznaczoną do wysyłki z uwzględnieniem oznaczeń, które wykonuje się bezpośrednio po pobraniu próbek, oraz ocena przydatności partii szkła wodnego do wysyłki.

W opracowaniu projektu wykonano dane warunki i założenia:

- zał. 1. - wyciąg z procedury kontroli analitycznej szkła wodnego sodowego
- zał. 2. - wyciąg od producenta
- zał. 3. - wyciąg z karty charakterystyk substancji niebezpiecznych
- zał. 4. - procedura postępowania z odpadami powstającymi i rozważaniu niebezpieczeństw i ryzyko badań
- zał. 5. - wyniki badań partii szkła wodnego sodowego
- zał. 6. - wskazówki do sporządzenia sprawozdania z kontroli analitycznej

Tylko pojedynczy zdający opracowując założenia określali liczbę opakowań lub wielkość zamówienia. W założeniach nie podawano również oznakowania badanej substancji (R-150). Nieprawidłowym sposobem opracowania założeń było zapisanie tylko konkretnych numerów załączników bez interpretacji ich treści.

Ad. III. Charakterystyka metod oznaczeń wykonywanych bezpośrednio po pobraniu próbek do badań, w tym zapis zachodzącej/zachodzących reakcji chemicznych.

Charakterystyka metod badań wykonywanych bezpośrednio po pobraniu próbek do badań została opracowana prawidłowo. Prawie bezbłędnie zdający określali metodę, poprawnie podawali wskaźnik i zmianę zabarwienia w czasie miareczkowania. Prawidłowo charakteryzowali metodę wyznaczania gęstości.

Tylko nieliczni zdający zauważyli, że w tym projekcie zbędne jest oznaczenie zawartości krzemionki metodą alkacymetryczną. Przykładem poprawnego opracowania charakterystyki metod oznaczania tlenu sodu i gęstości szkła wodnego sodowego jest poniższy fragment pracy egzaminacyjnej: