

III. Krótka charakterystyka metod oznaczeni wykonywanych bezpośrednio po pobraniu próbek do badań.

1) Oznaczenie zawartości tlenu sodu :

inna metoda oznaczenia polega na odmierzeniu tlenu sodu roztworem mianowanym kwasu solnego wobec anionu metylowego do uzyskania cebulkowego zabarwienia



2) Oznaczenie gęstości :

oznaczenie przeprowadza się areometrycznym z podziałką  $0,001 \text{ g/cm}^3$ .

Zanurza się go do próbki szkła wodnego sodowego i odczytuje na podziałce wartości według gorącego menisku. Oznaczenie należy wykonywać szybko.

W tym elemencie większość zdających nie zapisywała za pomocą równania reakcji procesu zobojętniania tlenu sodu mianowanym roztworem kwasu solnego.

#### Ad. IV. Wykaz prac według kolejności ich wykonania.

Ten element został właściwie opracowany przez większość zdających, którzy uwzględniali przygotowanie stanowiska pracy, pobranie próbek, wykonanie oznaczenia zawartości tlenu sodu oraz gęstości szkła wodnego, unieszkodliwienie powstałych odpadów i zagospodarowanie pozostałych odczynników, likwidację stanowiska pracy oraz opracowanie sprawozdania. Prawie wszyscy zdający pisali również o oznaczeniu zawartości krzemionki, które w tym projekcie było zbędne, gdyż badanie to nie jest wykonywane bezpośrednio po pobraniu próbek do badań.

Wykaz prac	
1. Przygotowanie stanowiska pracy;	przygotowanie szkl. lab. (polimeric, emulje) przygotowanie odryneków - " - stanowiska do wskazania i opiewanie środki ochrony osob.
2. Przygotowanie próbek do badań - pobranie próbek - przygotowanie próbek ogólnych, próbek laboratoryjnych, próbek do badań	
3. Wykonanie oznaczenia - sprawdzenie wyglądu renu. - oznaczenie gęstości - oznaczenie zawartości tlenu sodu - " - " - " Kresowidki	
4. Likwidacja stanowiska pracy; - zagospodarowanie odpadów i odmytek powstających po analizie - umycie szkl. - zabranie środków ochrony osob.	
5. Sporządzenie sprawozdania z jakości analitycznej.	

Zdający na ogół nie mieli problemów z podawaniem wykazu prac w prawidłowej kolejności ich wykonywania. Czynnością najczęściej pomijaną w wykazie było zagospodarowanie odczynników pozostałych po oznaczeniu.

#### Ad. V. Opis sposobów realizacji prac uwzględnionych w wykazie: czynności, warunki organizacyjne, bhp, ochrona środowiska.

Ten element pracy nie sprawił zdającym większych trudności. Na ogół dokonywali oni poprawnego opisu przygotowania stanowiska pracy, oznaczania zawartości tlenu sodu, oznaczania gęstości szkła wodnego, unieszkodliwiania powstałych w czasie oznaczania odpadów. Podany fragment pracy egzaminacyjnej jest przykładem wyczerpującego opisu realizacji planowanych prac oraz przykładem pożądanego wyboru potrzebnych informacji do poprawnego wykonania zadania:

V. Opis sposobu realizacji planowanych prac:

1. Zignorowanie sprętu <sup>aparatury</sup> niezbędnego do wykonania analizy i wyznaczenie sprętu szklanego
2. Zignorowanie odczynników niezbędnych do wykonania analizy.

3. Pobieranie próbek:

a) pobieranie próbek pierwotnych:

W zależności od ilości opakowań w partii, należy pobrać w sposób losowy liczbę opakowań jednostkowych.

Według tabeli 2 do naszego badania należy pobrać 5 opakowań jednostkowych.

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać po 2 próbki pierwotne o objętości 100 ml każda.

Próbki z cystern i zbiorników należy pobrać probnikiem o długości co najmniej 1700 mm, a z pozostałych opakowań jednostkowych probnikiem o długości 1000 mm, zanurzając zgłębnik do około 4/5 wysokości stupa cieczy.

b) przygotowanie próbki ogólnej:

Próbki pierwotne należy wlać do czystej suchej zleki o odpowiedniej pojemności.

Próbka ogólna powinna mieć objętość nie mniejszą niż 1,0 l.

c) przygotowanie próbki laboratoryjnej:

Próbkę ogólną miesza się ze pomocą pręta winidurkowego, 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.

d) przygotowanie próbek do badań:

Z próbek laboratoryjnej pobiera się próbki do badań, w liczbie odpowiadającej do wykonywanych oznaczeń.

4. Ustawienie kąpieli grzewczej i termostatu.

5. Przeprowadzenie badania próbek szkła wodnego sodowego.

a) oznaczenie zawartości tlenku sodu:

Oznaczenie to należy wykonywać bezpośrednio po pobraniu próbek.

Przygotowanie próbek do analizy: 10 g badanego szkła wodnego sodowego odważyć w zlewie o pojemności 150 cm<sup>3</sup> z dokładnością do 0,01 g. Rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości ~ 50 cm<sup>3</sup>

i zagotować odważone szkło pod przykryciem w kąpieli grzewczej do ujednorodnienia roztworu. Po ostudzeniu do temp. 20°C

przenieść roztwór do kolby miarowej o pojemności 500 cm<sup>3</sup>, uzupełnić do kreski wodą destylowaną o temp. 20°C i wymieszać.

Wykonanie oznaczenia: do kolby stożkowej o poj. 250 cm<sup>3</sup> odmierzyć pipetą 50 cm<sup>3</sup> przygotowanego roztworu szkła wodnego.

Roztwór mieszanekować miarowanym roztworem HCl o  $C_m = 0,500 \text{ mol/dm}^3$  wobec 0,5 cm<sup>3</sup> oranżu metylowego do uzyskania zabarwienia czerukowego.

Mieszanie, poniekąd zachować do dalszych oznaczeń.

Wykonuje się dwa oznaczenia.

b) oznaczenie gęstości:

Oznaczenie to należy wykonywać bezpośrednio po pobraniu próbek.

Gęstość należy oznaczać areometrem z podziałką 0,001 g/cm<sup>3</sup>.

Szkło wodne sodowe doprowadzić w termostacie w przykrytej zlewie o pojemności 400 cm<sup>3</sup> do temp. 20°C.

Ciecz wleć do cylindra szklanego o pojemności 250 cm<sup>3</sup>, należy ją

ulewać ostrożnie po ściance cylindra, żeby nie powstały w niej pęcherzki powietrza. Do cieczy zamoczyć ostrożnie termometr i odczytać na poziomie kontroli poziomu na górnym menisku.

Oznaczenie należy wykonać szybko, ponieważ powierzchnia szkła wodnego pokrywa się w krótkim czasie błoną utrudniającą pomiar.

#### 6. Likwidacja stanowiska pracy:

- wymyć sprzęt szklanego
- złoczenie kosza gębnego i termostatu
- postępowanie z roztworami nie wykorzystanymi i odpadami parafazyjnymi:

- mieszaninę parafazyjną z oznaczenia zawartości tlenu sodu zachować do dalszych oznaczeń. W tym celu przeleć ją do butelki polistyrenowej o poj. 100 cm<sup>3</sup> i zamknąć.
- roztwory kwasne przeleć do pojemnika na odpady kwasne. Pojemnik ten oznakowany jest jako K.

- roztwory zasadowe przeleć do pojemnika na odpady zasadowe. Pojemnik ten oznakowany jest jako Z.

- roztwory zawierające związki organiczne przeleć do pojemnika na odpady specjalne. Pojemnik ten oznakowany jest jako O.

- roztwory nie wykorzystane pozostawić w zamkniętych butelkach do dalszych oznaczeń.

8. Podanie wyników badań partii szkła wodnego sodowego.

9. Sporządzenie sprawozdania z kontroli analitycznej partii szkła wodnego sodowego.

10. Wszystkie badania należy wykonywać w mając zatwierdzone środki ochrony indywidualnej:

- rękawice ochronne, chroniące przed chemikaliami
- okulary ochronne typu gogle
- ubranie ochronne

Najczęstszą formą opracowania tego elementu pracy było przepisanie w sposób dosłowny z załącznika nr 1 treści punktów 4.2.1. i 4.2.4. oraz załącznika nr 4. Duża część zdających mało precyzyjnie omawiała przygotowanie próbek do badań:

- nie podawano ilości wylosowanych próbek do badań
- nie dokonywano doboru odpowiedniego próbnika do pobrania próby (długość 1000 mm)

Egzaminowani bardzo często zapominali o powtórzeniu oznaczenia oraz zabezpieczeniu roztworu kwasu solnego i szkła wodnego do dalszych oznaczeń. Często pomijano w opisie również likwidację stanowiska pracy - (wymycie lub opłukanie szkła laboratoryjnego).

#### **Ad. VI. Wykaz odczynników chemicznych oraz sprzętu niezbędnego do wykonania planowanych czynności.**

W tej części pracy należało sporządzić pełen wykaz odczynników chemicznych z określeniem ich stężeń i jakości, wykaz niezbędnego sprzętu do wykonania planowanych czynności z uwzględnieniem ilości i pojemności naczyń laboratoryjnych. Należało również sporządzić wykaz sprzętu pomocniczego oraz dobrać niezbędny przy wykonywaniu prac laboratoryjnych sprzęt ochrony indywidualnej.

Ten element projektu realizacji prac nie sprawił zdającym trudności. Poniżej przedstawiono przykład poprawnie przygotowanego wykazu:



## WYKAZ ODCZYNNIKÓW CHEMICZNYCH:

- badane próbki silyka wodnego sodowego
- woda destylowana
- oranż metylowy r-r 0,1% m/m
- fenoloftaleina r-r alkoholowy 0,1%
- roztwór HCl o stężeniu ok. 0,5 mol/dm<sup>3</sup>
- roztwór HCl cz.d.a mianowany o stężeniu 0,500 mol/dm<sup>3</sup>
- roztwór NaOH o stężeniu 0,5 mol/dm<sup>3</sup>
- nasycony roztwór NaF

## WYKAZ NIEZBĘDNEGO SPRZĘTU:

- próbniki o długości 1000 mm o poj 100 ml
- zlewka 1,5 l (na przygotowanie próbki ogólnej)
- prełt windurowy
- butelka polietylenowa o poj 0,5 l
- 10 zlewek o poj ~~100~~ 100 cm<sup>3</sup> (na próbki pierwotne)
- 2 zestawy do miareczkowania:
  - statyw
  - kęciniki
  - biureta poj. 25 cm<sup>3</sup>
  - biały podkład do miareczkowania
- ~~1~~ elektroniczna waga analityczna
- ~~2~~ zlewka o poj 150 cm<sup>3</sup>
- mykrycie na zlewke
- kosz grzejny
- termometr o me 50°C
- ~~2~~ 4 kolby miarowe o poj 500 cm<sup>3</sup>
- 2 kolby stojkowe o poj 250 cm<sup>3</sup>
- pipeta jednomiarowa o poj 50 cm<sup>3</sup>
- pipeta o poj 1 cm<sup>3</sup>
- 2 butelki polietylenowe o poj. 100 cm<sup>3</sup>
- pojemniki na odpady

- areometr z podziałką  $0,001 \text{ g/cm}^3$
- termostat
- zlewka o poj.  $400 \text{ cm}^3$
- pomyłacie na zlewkę
- cylinder szklany o poj.  $250 \text{ cm}^3$
- środki ochrony osobistej : - rękawice ochronne, chroniące  
     → przed chemikaliami  
     - ubranie ochronne  
     - okulary typu gogle

Zdający prawie bezbłędnie wymienili niezbędne odczynniki potrzebne do wykonania oznaczenia wraz z określeniem ich stężeń i jakości. Przeważająca większość zdających przepisywała w sposób dosłowny Załącznik 2 (podobnie jak w cytowanym powyżej fragmencie pracy), nie dokonując selekcji tylko niezbędnych odczynników. Zdający prawidłowo wymienili również większość potrzebnego sprzętu i szkła laboratoryjnego. Najczęściej pomijali pojemniki do zagospodarowywania odpadów, próbnik o długości 1000 mm oraz zlewkę poj. 1000 ml (lub większą) potrzebną do przygotowania próbki ogólnej. Nikt ze zdających, wymieniając areometr jako sprzęt niezbędny do pomiaru gęstości szkła wodnego, nie określił koniecznego zakresu jego oznaczania. Część zdających podawała dokładność lub podziałkę aerometru.

#### **Ad. VII. Sprawozdanie z kontroli analitycznej wraz z oceną partii szkła wodnego.**

Rozwiązanie tego elementu pracy egzaminacyjnej stanowiło dla zdających największą trudność. Prawie wszyscy zdający prawidłowo podawali wzory na obliczenie procentowej zawartości tlenku sodu i modułu molowego oraz stosunkowo dobrze przenosili do tabeli wartości wymagań dla szkła wodnego R-150. Przykładem poprawnego opracowania sprawozdania z kontroli analitycznej szkła wodnego sodowego jest prezentowany poniżej fragment pracy egzaminacyjnej:



## VI Sprawozdanie z kontroli analitycznej partii szkła wodnego sodowego R-150 kalcynowanego pod względem zawartości $\text{Na}_2\text{O}$ i $\text{SiO}_2$ , gęstości oraz modułu molowego.

### 1. Pobranie próbek do badań:

Badana partia materiału: 1000 l szkła wodnego sodowego R-150 w 10 kalenach o pojemności 100 l każdy.  
Losowo wybierano 5 kalenów, z każdego pobrano po 2 próbki geometryczne o objętości 100 ml każda.

Objętość próbki ogólnej:

$$V_p = 100 \text{ ml} \cdot 5 \cdot 2 = 100 \text{ ml} \cdot 10 = 1000 \text{ ml} = 1 \text{ l}$$

### 2. Oznaczenie zawartości $\text{Na}_2\text{O}$ :

a). Wyniki badań:

1 próbka	$V_1 = 8,9 \text{ cm}^3$	$m_1 = 10,12 \text{ g}$
2 próbka	$V_2 = 8,8 \text{ cm}^3$	$m_2 = 9,98 \text{ g}$

b). Obliczenia dotyczące procentowej zawartości  $\text{Na}_2\text{O}$ :

$$\text{Wzór: } A = \frac{V \cdot 15,5}{m} \% \quad (\text{ops. - p. IV. 2.c.)}$$

$$A_1 = \frac{V_1 \cdot 15,5}{m_1} \%$$

$$A_1 = \frac{8,9 \text{ cm}^3 \cdot 15,5}{10,12 \text{ g}} \% = 13,6\%$$

$$A_2 = \frac{V_2 \cdot 15,5}{m_2} \%$$

$$A_2 = \frac{8,8 \text{ cm}^3 \cdot 15,5}{9,98} \% = 13,7\%$$

$$A_{sr} = \frac{A_1 + A_2}{2}$$

$$A_{sr} = \frac{13,6\% + 13,7\%}{2} = 13,65\% \approx 13,7\%$$

### 3. Oznaczenie zawartości $\text{SiO}_2$ :

a). Wyniki badań:

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

b). Obliczenia średniej zawartości  $\text{SiO}_2$ :

$$B_{sr} = \frac{B_1 + B_2}{2}$$

$$B_{sr} = \frac{26,4\% + 26,3\%}{2} = 26,35\% \approx 26,4\%$$

### 4. Obliczenie modułu molowego:

$$\text{Wzór: } M = \frac{B}{A} \cdot 1,032 \quad (\text{ops. - p. IV. 3. b.)}$$

$$M = \frac{26,4\%}{13,7\%} \cdot 1,032 = 1,99 \approx 2,0$$

### 5. Ocena partii szkła wodnego sodowego R-150:

a). Zestawienie wyników w odniesieniu do wartości wymagań:

Wymagania	Według norm	Wyniki badań	Spełnienie norm
Moduł molowy	1,9 ÷ 2,1	2,0	TAK
Zawartość tlenu ( $SO_2 + Na_2O$ )% nie mniej niż	40,0	26,4 ÷ 13,7% = 40,1%	TAK
Gęstość ( $T = 20^\circ C$ )	1,50 ÷ 1,53	1,51 $\frac{g}{cm^3}$	TAK
Wymagania ogólne	ciężar jest cięższy od normy spełniającej z 200gym odniesieniem	klarszyna ciężka, = trochę lekko szarej	TAK

A). Ocena przydatności partii szkła wodnego sodowego R-150 do wysyflki

Badane szkło spełnia wszystkie wymagania, zatem nadaje się do wysyflki.

Najwięcej problemów sprawiło zdającym określenie liczby opakowań, z których pobierano próbki pierwotne i określenie łącznej objętości próbek pierwotnych. Zdający bardzo często podejmowali się obliczeń procentowej zawartości tlenu sodu i obliczenia modułu molowego, ale dokonywali nieprawidłowych zaokrągleń wyniku analizy – najczęściej do 0,01, a nie jak wymagano z dokładnością do 0,1. W wielu pracach zaobserwowano brak obliczeń dotyczących określenia zawartości tlenków sodu i krzemu. W sprawozdaniu zdarzało się, że zdający na podstawie otrzymanych wyników błędnie oceniali partię szkła wodnego sodowego.

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

Większość prac egzaminacyjnych była przejrzysta i czytelna. Zdający opracowując projekt na ogół wyodrębniali poszczególne obszary, nadając im właściwe tytuły. Część zdających w swoich pracach opracowała elementy III, IV i V jako jedną całość, zachowując jednak logiczny tok myślenia. Zdarzały się jednak opracowania chaotyczne, w których układ treści był nielogiczny. W niewielkiej ilości prac brakowało wyodrębnienia poszczególnych elementów rozwiązania.

W większości prac zaobserwowano stosowanie poprawnej terminologii. Część z nich była jednocześnie poprawna pod względem merytorycznym i zawierała prawidłowe obliczenia. Błędne rozwiązania poszczególnych elementów zadania egzaminacyjnego najczęściej wynikały z niewłaściwej selekcji informacji i złej interpretacji danych.