

Nazwa kwalifikacji: **Organizacja i kontrolowanie procesów technologicznych w przemyśle chemicznym**
Oznaczenie kwalifikacji: **A.56**
Numer zadania: **01**

Wypełnia zdający

Miejsce na naklejkę z numerem
PESEL i z kodem ośrodka

Numer PESEL zdającego*

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

A.56-01-17.06

Czas trwania egzaminu: **180 minut**

EGZAMIN POTWIERDZAJĄCY KWALIFIKACJE W ZAWODZIE
Rok 2017
CZEŚĆ 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. Sprawdź, czy arkusz egzaminacyjny zawiera 9 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 **KARTEŃ 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

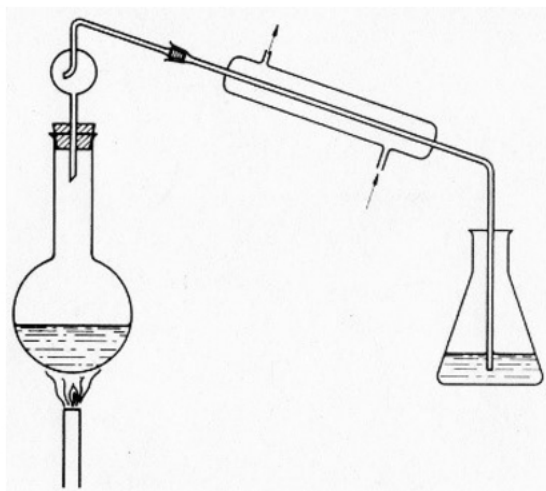
W laboratorium wykonywane są oznaczenia całkowitej zawartości azotu w nawozach azotowych. W oparciu o zamieszczone procedury oraz wykaz danych wyjściowych opracuj zestawienie ilościowe wszystkich odczynników chemicznych potrzebnych do wykonania planowanych na najbliższy tydzień analiz próbek nawozów. Wykonaj obliczenia dotyczące sporządzenia roztworu NaOH o stężeniu 30% (m/m) oraz roztworu HCl o stężeniu 1 mol/dm³, zgodnie z zamieszczonymi procedurami. Sporządź zapotrzebowanie na sprzęt laboratoryjny i szkło laboratoryjne dla wskazanych analiz lub ich etapów. Na podstawie wyników analizy próbek dwóch nawozów (Tabela 1.) oblicz całkowitą zawartość azotu dla każdej z nich. Porównaj uzyskane wyniki z danymi zestawionymi w Tabeli 2. i zanotuj wnioski.

Procedura przygotowania próbki nawozu azotowego do analizy

Otrzymaną próbkę nawozu azotowego rozetrzeć w porcelanowym moździerzu. Odważyć na wadze analitycznej 20 g badanego nawozu z dokładnością do 0,01 g. Przenieść ilościowo do kolby miarowej o pojemności 500 cm³. Rozpuścić naważkę w wodzie destylowanej i uzupełnić roztwór wodą do kreski. Z tak przygotowanego roztworu pobrać pipetą 50 cm³ (co odpowiada 2,00 g próbki) do oznaczenia całkowitej zawartości azotu.

Procedura oznaczenia całkowitej zawartości azotu w nawozie azotowym

Całkowitą zawartość azotu w nawozie azotowym oznacza się acydymetrycznie. Azotany redukuje się za pomocą stopu Devardy do amoniaku, a ten oddestylowuje się ze środowiska wodorotlenku sodu do mianowanego roztworu kwasu solnego. Nadmiar kwasu odmiareczkowuje się mianowanym roztworem NaOH. Redukcję i destylację przeprowadza się, wykorzystując zestaw przedstawiony na Rysunku 1.



Rysunek 1. Zestaw do destylacji wykorzystywany w trakcie oznaczania całkowitej zawartości azotu w nawozie azotowym

W kolbie okrągłodennej o pojemności 500 cm³ z zestawu destylacyjnego umieścić odmierzone pipetą 50 cm³ badanego roztworu, dodać 100 cm³ wody destylowanej, 10 cm³ alkoholu etylowego (stężenie 95% m/m) oraz 70 cm³ roztworu NaOH o stężeniu 30% (m/m). Połączyć kolbę z nasadką destylacyjną z łapaczem kropel. Do kolby stożkowej o pojemności 500 cm³, służącej jako odbieralnik, odmierzyć 50 cm³ 1-molowego roztworu HCl i dodać kilka kropel (ok. 0,1 cm³) roztworu czerwieni metylowej o stężeniu 0,1% (w 60% alkoholu etylowym). Koniec rurki chłodnicy zanurzyć w kwasie solnym znajdującym się w odbieralniku. Uchylić korek z nasadką, wsypać do kolby okrągłodennej 7 g sproszkowanego stopu Devardy i natychmiast zamknąć kolbę korkiem z nasadką. Pozostawić kolbę bez ogrzewania na 15 minut. Następnie ogrzewać kolbę do

oddestylowania ok. 2/3 objętości cieczy. Uważa się, że cała ilość utworzonego amoniaku już oddestylowała, gdy objętość cieczy w kolbie destylacyjnej zmaleje do 1/3 objętości początkowej. Ostudzić odbieralnik do temperatury początkowej i odmiareczkować nadmiar kwasu w odbieralniku 1-molowym roztworem NaOH do zmiany zabarwienia roztworu na żółty.

Całkowitą zawartość azotu w nawozie (N_c) wylicza się, stosując wzór:

$$N_c = \frac{(V_{HCl} \cdot c_{HCl} - V_{NaOH} \cdot c_{NaOH}) \cdot 0,01401 \cdot 100}{m_{pr}} = \frac{(V_{HCl} \cdot c_{HCl} - V_{NaOH} \cdot c_{NaOH}) \cdot 1,401}{m_{pr}} [\%]$$

gdzie:

V_{HCl} – objętość HCl wprowadzonego do odbieralnika [cm^3]

c_{HCl} – stężenie HCl [mol/dm^3]

V_{NaOH} – objętość zużytego titranta [cm^3]

c_{NaOH} – stężenie titranta [mol/dm^3]

m_{pr} – naważka nawozu użyta do oznaczenia [g]

0,01401 – masa milimolowa atomowego azotu [g/mmol]

Całkowitą zawartość azotu w nawozie (N_c) obliczyć na podstawie średniej z trzech wyników miareczkowania.

Procedura przygotowania roztworu NaOH o stężeniu 1 mol/dm³

W celu sporządzenia 1 dm³ roztworu NaOH o stężeniu 1 mol/dm³ należy odważyć na wadze analitycznej 39,995 g stałego NaOH, przenieść ilościowo do kolby miarowej, uzupełnić wodą destylowaną do kreski, zamknąć korkiem i wymieszać.

Procedura przygotowania roztworu NaOH o stężeniu 30% (m/m)

Wykonanie polega na obliczeniu masy stałego NaOH i objętości wody (przy założeniu, że $\rho_{wody} = 1 \text{ g/cm}^3$) potrzebnych do przygotowania określonej objętości roztworu NaOH o stężeniu 30% i gęstości 1,33 g/cm³.

Procedura przygotowania roztworu HCl o stężeniu 1 mol/dm³

Wykonanie polega na obliczeniu objętości roztworu HCl o stężeniu 38% (m/m) i o gęstości 1,19 g/cm³ oraz objętości wody potrzebnych do przygotowania określonej objętości roztworu HCl o stężeniu 1 mol/dm³.

Wykaz danych wyjściowych do wykonania obliczeń

- Każdego dnia laboratorium analizuje 9 próbek nawozów azotowych
- Dla każdej próbki wykonywane są trzy niezależne oznaczenia całkowitej zawartości azotu
- Całkowita zawartość azotu w badanych próbkach mieści się w przedziale 25÷35% (m/m)
- Laboratorium pracuje 5 dni w tygodniu
- Gęstość HCl o stężeniu 38%: $\rho = 1,19 \text{ g/cm}^3$
- Gęstość NaOH o stężeniu 30%: $\rho = 1,33 \text{ g/cm}^3$
- Gęstość wody $\rho = 1 \text{ g/cm}^3$

$$M_{HCl} = 36,5 \text{ g/mol}$$

Tabela 1. Wyniki analizy dwóch dostarczonych próbek nawozów

	Masa całej pobranej próbki nawozu [g]	Objętość roztworu nawozu po rozpuszczeniu próbki w wodzie [cm ³]	Objętość próbki roztworu użytej do oznaczenia całkowitej zawartości azotu [cm ³]	Objętość zużytego titranta – 1 M NaOH [cm ³]
Próbka saletry amonowej perełkowej				
Oznaczenie I	20,00	500	50	0,8
Oznaczenie II	20,00	500	50	0,8
Oznaczenie III	20,00	500	50	0,9
Próbka saletrzaka				
Oznaczenie I	20,00	500	50	12,9
Oznaczenie II	20,00	500	50	13,0
Oznaczenie III	20,00	500	50	13,1

Tabela 2. Całkowita zawartość azotu w wybranych nawozach azotowych

Nazwa nawozu	Całkowita zawartość azotu [% (m/m)]
Saletra amonowa perełkowa	34 (± 0,6)
Saletra amonowa granulowana	32 (± 0,8)
Pultan 31 N	31 (± 0,1)
Saletrosan	26 (± 1,0)
Saletrzak	28 (± 0,5)

Czas przeznaczony na wykonanie zadania wynosi 180 minut.

Ocenię podlegać będzie 5 rezultatów:

- zestawienie ilościowe wszystkich odczynników wykorzystywanych w trakcie oznaczania całkowitej zawartości azotu w nawozie azotowym,
- zestawienie obliczeń dotyczących sporządzenia roztworu NaOH o stężeniu 30% (m/m),
- zestawienie obliczeń dotyczących sporządzenia roztworu HCl o stężeniu 1 mol/dm³,
- zapotrzebowanie na sprzęt laboratoryjny i szkło laboratoryjne dla wskazanych analiz lub ich etapów,
- obliczenia, wyniki i wnioski dotyczące badania analitycznego dostarczonych próbek nawozów.

Zestawienie ilościowe wszystkich odczynników wykorzystywanych w trakcie oznaczania całkowitej zawartości azotu w nawozie azotowym

Obliczenia dotyczące maksymalnej objętości roztworu NaOH o stężeniu 1 mol/dm ³ zużywanego w trakcie jednej analizy		
Masa naważki nawozu użyta do oznaczenia [g]	$m_{pr} =$	
Minimalna możliwa zawartość azotu całkowitego w badanej próbce [%]	$N_c =$	
Objętość roztworu NaOH o stężeniu 1 mol/dm ³ zużywanego w trakcie jednej analizy próbki nawozu o wskazanej masie i minimalnej zawartości azotu całkowitego [cm ³] (Wynik podaj, zaokrąglając w górę, z dokładnością do liczb całkowitych)	$V_{NaOH} =$	
Obliczenia dotyczące objętości/masy wszystkich odczynników potrzebnych do wykonania planowanych analiz całkowitej zawartości azotu w nawozie w ciągu tygodnia (5 dni roboczych)		
Liczba analiz wykonywanych w ciągu tygodnia	$n =$	
	Stężenie	Objętość/Masa
Alkohol etylowy [cm ³]		
Roztwór NaOH (stężony) [cm ³]		
Roztwór HCl (mianowany) [cm ³]		
Stop Devardy [g]		
Roztwór NaOH (mianowany) [cm ³]		
Roztwór czerwieni metylowej [cm ³]		

Zestawienie obliczeń dotyczących sporządzenia roztworu NaOH o stężeniu 30% (m/m)**Masa roztworu NaOH o stężeniu 30% potrzebnego do wykonania jednej analizy [g]***Wynik podaj z dokładnością do dwóch miejsc po przecinku***Masa naważki stałego NaOH potrzebnego do sporządzenia roztworu na jedną analizę [g]***Wynik podaj z dokładnością do dwóch miejsc po przecinku***Objętość wody potrzebnej do sporządzenia roztworu na jedną analizę [cm³]***Wynik podaj z dokładnością do dwóch miejsc po przecinku***Masa roztworu NaOH o stężeniu 30% potrzebnego do wykonania planowanych analiz w ciągu tygodnia (5 dni roboczych) [g]***Wynik podaj z dokładnością do dwóch miejsc po przecinku***Masa naważki stałego NaOH potrzebnego do sporządzenia roztworu na wykonanie planowanych analiz w ciągu tygodnia (5 dni roboczych) [g]***Wynik podaj z dokładnością do dwóch miejsc po przecinku***Objętość wody potrzebnej do sporządzenia roztworu na wykonanie planowanych analiz w ciągu tygodnia (5 dni roboczych) [cm³]***Wynik podaj z dokładnością do dwóch miejsc po przecinku*

Zestawienie obliczeń dotyczących sporządzenia roztworu HCl o stężeniu 1 mol/dm^3 **Masa HCl znajdującego się w 1-molowym roztworze potrzebnym do wykonania jednej analizy [g]***Wynik podaj z dokładnością do trzech miejsc po przecinku***Masa roztworu HCl o stężeniu 38% (m/m) potrzebnego do sporządzenia 1-molowego roztworu w ilości niezbędnej do wykonania jednej analizy [g]***Wynik podaj z dokładnością do dwóch miejsc po przecinku***Objętość roztworu HCl o stężeniu 38% (m/m) potrzebnego do sporządzenia 1-molowego roztworu w ilości niezbędnej do wykonania jednej analizy [cm^3]***Wynik podaj z dokładnością do dwóch miejsc po przecinku***Objętość wody potrzebnej do sporządzenia roztworu na jedną analizę [cm^3]***Wynik podaj z dokładnością do dwóch miejsc po przecinku***Objętość roztworu HCl o stężeniu 38% (m/m) potrzebnego do sporządzenia 1-molowego roztworu w ilości niezbędnej do wykonania planowanych analiz w ciągu tygodnia (5 dni roboczych) [cm^3]***Wynik podaj z dokładnością do dwóch miejsc po przecinku***Objętość wody potrzebnej do sporządzenia roztworu w ilości niezbędnej do wykonania planowanych analiz w ciągu tygodnia (5 dni roboczych) [cm^3]***Wynik podaj z dokładnością do dwóch miejsc po przecinku*

Zapotrzebowanie na sprzęt laboratoryjny i szkło laboratoryjne dla wskazanych analiz lub ich etapów

Analiza/etap analizy	Sprzęt laboratoryjny (nazwa), szkło laboratoryjne (nazwa, pojemność)	Liczba sztuk
Przygotowanie 1-molowego roztworu NaOH (w ilości 1 dm³)	–	
	–	
	–	
	–	
Przygotowanie jednej próbki nawozu do analizy całkowitej zawartości azotu	–	
	–	
	–	
	–	
	–	
	–	
Wykonanie oznaczenia całkowitej zawartości azotu w jednej próbce nawozu	–	
	–	
	–	
	–	
	–	
	–	
	–	
	–	
	–	
	–	
	–	

Obliczenia, wyniki i wnioski dotyczące badania analitycznego dostarczonych próbek nawozów

Badanie próbki saletry amonowej perełkowej

Masa naważki nawozu użyta do oznaczenia [g]	$m_{pr} =$
Średnia objętość zużytego titranta (podaj wynik z dokładnością do jednego miejsca po przecinku)	$V_{NaOH} =$
Całkowita zawartość azotu w analizowanym nawozie [%] (podaj wynik z dokładnością do jednego miejsca po przecinku)	$N_c =$
Wniosek: Całkowita zawartość azotu w analizowanym nawozie jest zgodna z normą	Zaznaczyć odpowiednio: TAK/NIE

Badanie próbki saletrzaka

Masa naważki nawozu użyta do oznaczenia [g]	$m_{pr} =$
Średnia objętość zużytego titranta (podaj wynik z dokładnością do jednego miejsca po przecinku)	$V_{NaOH} =$
Całkowita zawartość azotu w analizowanym nawozie [%] (podaj wynik z dokładnością do jednego miejsca po przecinku)	$N_c =$
Wniosek: Całkowita zawartość azotu w analizowanym nawozie jest zgodna z normą	Zaznaczyć odpowiednio: TAK/NIE