

PRACOWNIA  
PODSTAW CHEMII  
ANALITYCZNEJ  
-OPISY ĆWICZEŃ

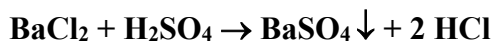
## PLAN PRACY - Pracownia Chemii Analitycznej Ilościowej

<b>ANALIZA WAGOWA</b>		Max. l. pkt.
Omówienie teoretyczne podstaw analizy wagowej.	<b>Oznaczenie jonów Ba<sup>2+</sup></b>	<b>10</b>
<b>Wyznaczanie współmierności kolby z pipetą</b>		
<b>ALKACYMETRIA</b>		
Przygotowanie 0,1 M roztworu HCl	<b>Oznaczenie Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub></b>	<b>10</b>
Nastawianie miana kwasu solnego na odważki tetraboranu sodu		
Przygotowanie 0,1 M roztworu NaOH	<b>Oznaczenie HCl</b> <b>Oznaczenie CH<sub>3</sub>COOH</b>	<b>10</b>
Nastawianie miana roztworu NaOH za pomocą mianowanego roztworu HCl		<b>10</b>
<b>ARGENTOMETRIA</b>		
Przygotowanie 0,05 M roztworu AgNO <sub>3</sub>		
Nastawianie miana roztworu AgNO <sub>3</sub> na odważki NaCl	<b>Oznaczenie NaCl</b> <b>Oznaczenie KSCN</b>	<b>10</b> <b>10</b>
<b>KOMPLEKSOMETRIA</b>		
Przygotowanie 0,05 M roztworu EDTA		
Nastawianie miana EDTA na odważki CaCO <sub>3</sub>	<b>Oznaczenie Ca<sup>2+</sup></b> <b>Oznaczenie Mg<sup>2+</sup></b> <b>Oznaczenie Ca<sup>2+</sup> obok Mg<sup>2</sup></b>	<b>10</b> <b>10</b> <b>20</b>
<b>MANGANOMETRIA</b>		
Przygotowanie 0,02 M roztworu KMnO <sub>4</sub>		
Nastawianie miana KMnO <sub>4</sub> na odważki H <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> 2H <sub>2</sub> O	<b>Oznaczenie Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub></b> <b>Oznaczenie Fe<sup>3+</sup></b> <b>Oznaczenie Ca<sup>2+</sup></b>	<b>10</b> <b>10</b> <b>10</b>
<b>JODOMETRIA</b>		
Przygotowanie 0,1 M roztworu Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		
Nastawianie miana Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> na odważki KIO <sub>3</sub>	<b>Oznaczenie Cu<sup>2+</sup></b> <b>Oznaczenie K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub></b>	<b>10</b> <b>10</b>

# **ANALIZA WAGOWA**

## Oznaczenie Ba<sup>2+</sup> w postaci BaSO<sub>4</sub>

Metoda polega na wytrąceniu osadu BaSO<sub>4</sub> z gorącego, zakwaszonego kwasem solnym roztworu BaCl<sub>2</sub> poprzez dodawanie rozcieńczonego roztworu H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.



Badany roztwór chlorku baru, znajdujący się w zlewce o poj. 400 cm<sup>3</sup>, rozcieńczyć do około 200 cm<sup>3</sup> i zakwasić 2 cm<sup>3</sup> stężonego roztworu HCl. Otrzymany roztwór ogrzać do wrzenia.

Oddzielnie do zlewki o poj. 100 cm<sup>3</sup> wlać 50 cm<sup>3</sup> roztworu H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> o stężeniu 0,05 mol/dm<sup>3</sup> i również podgrzać do wrzenia.

BaSO<sub>4</sub> strącać należy dość szybko, dodając do roztworu BaCl<sub>2</sub> po bagietce podgrzany roztwór H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Należy energicznie mieszać i starać się nie dotykać bagietką dna oraz ścianek zlewki. Po dodaniu prawie całej ilości H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (z wyjątkiem kilku kropli), nie wyjmując bagietki, nakryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym i odstawić do opadnięcia osadu. Po opadnięciu osadu na dno naczynia należy sprawdzić całkowitość wytrącenia się osadu, dodając (po ściance zlewki) do roztworu nad osadem pozostały roztwór kwasu siarkowego(VI). Roztwór nie powinien zmętnieć. Zlewkę z osadem pozostawić na okres tygodnia.

Klarowny roztwór z nad osadu należy zdekantować przez twardy sączek do zlewki, osad w zlewce przemyć 2-krotnie używając za każdym razem 25-50 cm<sup>3</sup> wody destylowanej z dodatkiem kilku kropel roztworu 2 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (efekt wspólnego jonu). Powstały osad przenosi się ilościowo na sączek przemywając go w zlewce kilka razy wodą destylowaną do zaniku reakcji na jon Cl<sup>-</sup> (próba z roztworem AgNO<sub>3</sub>).

Sączek z osadem złożyć i pozostawić do wyschnięcia do następnych zajęć. Następnie sączek z osadem umieścić w tyglu porcelanowym doprowadzonym wcześniej do stałej masy (różnica pomiędzy kolejnymi ważeniami nie powinna być większa niż ± 0,0004g). Tygiel z sączkiem umieścić nad palnikiem gazowym i ostrożnie spalić sączek, a osad wyprażyć. Nie wolno dopuścić do powstania płomienia z sączka ponieważ wtedy są duże straty analitu. Ostatni etap analizy polega na prażeniu osadu w piecu (w temp. ok. 800°C) przez około 30 minut. Tygiel wystudzić w ekzykatorze (około 30 min.), zważyć i ponownie prażyć do uzyskania stałej masy. Z masy otrzymanego osadu obliczyć zawartość Ba<sup>2+</sup> w próbce.

Ilość  $\text{Ba}^{2+}$  w próbce (w gramach) oblicza się korzystając z zależności:

$$x = m \cdot \frac{M_{\text{Ba}}}{M_{\text{BaSO}_4}} = m \cdot \frac{137,34}{233,40} = m \cdot 0,5884,$$

gdzie:

$x$  – zawartość baru w próbce (g),

$m$  – masa otrzymanego osadu siarczanu(VI) baru (g).

# **ALKACYMETRIA**

## Wyznaczanie współmierności kolby z pipetą

Stosunek objętości kolby do pipety, tzw. współmierność kolby i pipety wyznacza się metodą wagową. W tym celu należy zważyć na wadze analitycznej suche zamknięte naczynko wagowe o odpowiedniej pojemności. Następnie do zważonego naczynka odmierza się pipetą wodę destylowaną i waży szczelnie zamknięte naczynko z wodą. Przy napełnianiu i opróżnianiu pipety należy przestrzegać zasad prawidłowego pipetowania. Etap ten wykonuje się trzykrotnie.

Następnie na wadze technicznej waży się czystą i suchą kolbę miarową (kolby nie należy suszyć w suszarce). Kolbę suszymy przemywając dwukrotnie małą porcją acetonu. Po wylaniu acetonu do zlewki należy odczekać aż aceton całkowicie odparuje (brak zapachu acetonu). Potem napełnia się ją wodą destylowaną i waży na wadze technicznej. Etap ten wykonuje się dwukrotnie.

**Stosunek masy wody w kolbie do masy wody w pipecie wyznacza współmierność kolby z pipetą.**

Odważki wody z pipety nie powinny się różnić między sobą więcej niż o 0,01 g, a wyniki ważenia wody z kolby miarowej nie powinny się różnić więcej niż 0,1 g. Prawidłowe wyznaczenie współmierności jest istotne, ponieważ błędnie oznaczona współmierność pomnożona przez ilość oznaczanego składnika doprowadzi do złego wyniku całej analizy.

Wyniki oznaczeń przedstawić w formie tabel

Lp.	Masa pustej kolby [g]	Masa kolby z wodą [g]	Masa wody [g]	Średnia masa wody [g]
1				
2				

Lp.	Masa pustego naczynka [g]	Masa naczynka z wodą [g]	Masa wody [g]	Średnia masa wody [g]
1				
2				
3				

**Z otrzymanych mas wyznaczyć współmierność (W) kolby z pipetą:**

$$W = \frac{\text{srednia masa wody z kolby miarowej [g]}}{\text{srednia masa wody z naczynka wagowego [g]}}$$

## Nastawianie miana kwasu solnego na $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

Równanie reakcji zobojętniania boraksu przez kwas solny przedstawiono poniżej:



Na wadze analitycznej należy odważyć od 0,4 do 0,6 g rekrystalizowanego tetraboranu disodu (boraksu). Odważkę przenosi się ilościowo do kolby stożkowej i rozpuszcza w około 80-100 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. Roztwór podgrzewa się w celu całkowitego rozpuszczenia boraksu. Następnie schładza się do temperatury pokojowej, dodaje 5–6 kropli czerwieni metylowej i intensywnie mieszając miareczkuje kwasem solnym, aż do zmiany barwy wskaźnika z żółtej na czerwoną. Czynność należy powtórzyć pięciokrotnie.

Stężenie kwasu solnego oblicza się z następującego wzoru:

$$C = \frac{2m}{V \cdot M}$$

gdzie:

C – stężenie molowe roztworu HCl (mol/dm<sup>3</sup>),

m – odważka boraksu (g),

V – objętość zużytego na miareczkowanie roztworu HCl (dm<sup>3</sup>),

M – masa molowa boraksu (g/mol).

Wyniki oznaczenia należy przedstawić w postaci tabeli.

Lp.	Odważki boraksu [g]	Objętość roztworu HCl [dm <sup>3</sup> ]	Stężenie HCl [mol/dm <sup>3</sup> ]
1			
2			
3			
4			
5			

Uzyskane wyniki wartości stężenia należy poddać analizie statystycznej (test Q, wartość średnia, odchylenie standardowe, względne odchylenie standardowe, przedział ufności).



## Oznaczanie węglańu disodu mianowanym roztworem HCl

W trakcie oznaczania zachodzi następująca reakcja:



Otrzymaną do analizy próbę w kolbie miarowej należy rozcieńczyć wodą destylowaną do 100 cm<sup>3</sup>, dokładnie wymieszać i pobrać pipetą po 25 cm<sup>3</sup> analizowanego roztworu do 3 kolb stożkowych. Następnie rozcieńczyć wodą destylowaną do około 70-80 cm<sup>3</sup> i dodać 3–4 krople roztworu oranżu metylowego. Miareczkować roztwór węglańu disodowego mianowanym roztworem HCl, aż do zmiany barwy z żółtej na pomarańczową.

Uzyskane 3 objętości kwasu solnego ( $V_1$ ;  $V_2$ ;  $V_3$ ) należy uśrednić i przeliczyć na dm<sup>3</sup>.

$$V_1 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_2 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_3 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_{\text{sr}} = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]} = xx,xx \text{ [dm}^3\text{]}$$

Obliczyć masę otrzymanej próby Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> [0,xxxx g] korzystając ze wzoru:

$$m = \frac{1}{2} \cdot C \cdot V_{\text{sr}} \cdot M \cdot W$$

gdzie:

$m$  – masa węglańu di sodu (g),

$M$  – masa molowa węglańu di sodu (g/mol),

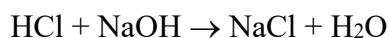
$C$  – stężenie molowe kwasu solnego (mol/dm<sup>3</sup>),

$V_{\text{sr}}$  – średnia objętość roztworu kwasu solnego (dm<sup>3</sup>),

$W$  – współmierność kolby z pipetą.

# Nastawianie miana roztworu NaOH za pomocą mianowanego roztworu HCl

Reakcję zobojętniania kwasu solnego wodorotlenkiem sodu przedstawia równanie:



Do kolby stożkowej należy odpipetować (lub odmierzyć z biurety) po 25 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego o znanym stężeniu. Następnie rozcieńczyć wodą destylowaną do ok. 80 cm<sup>3</sup>, dodać 3–4 krople oranżu metyloвого i miareczkować roztworem wodorotlenku sodu do zmiany barwy z czerwonej na żółtą.

Stężenie molowe NaOH można obliczyć ze wzoru:

$$c_{\text{NaOH}} = \frac{V_{\text{HCl}} \cdot C_{\text{HCl}}}{V_{\text{NaOH}}}$$

gdzie:

$C_{\text{HCl}}$  – stężenie molowe kwasu solnego (mol/dm<sup>3</sup>),

$V_{\text{HCl}}$  – objętość kwasu solnego (dm<sup>3</sup>),

$V_{\text{NaOH}}$  – objętość zużytego wodorotlenku sodu (dm<sup>3</sup>),

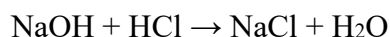
$C_{\text{NaOH}}$  – stężenie molowe wodorotlenku sodu (mol/dm<sup>3</sup>).

Wyniki oznaczenia należy przedstawić w postaci tabeli.

Lp	Objętość roztworu HCl [dm <sup>3</sup> ]	Objętość roztworu NaOH [dm <sup>3</sup> ]	Stężenie NaOH [mol/dm <sup>3</sup> ]	Średnie stężenie NaOH [mol/dm <sup>3</sup> ]
1				
2				
3				

# Oznaczanie kwasu solnego za pomocą mianowanego roztworu wodorotlenku sodu

Reakcja kwasu solnego z wodorotlenkiem sodu przebiega następująco:



Otrzymaną próbkę kwasu solnego należy rozcieńczyć w kolbie na 100 cm<sup>3</sup> do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie do każdej z trzech kolb stożkowych odmierzyć pipetą po 25 cm<sup>3</sup> otrzymanego roztworu kwasu. Roztwór rozcieńczyć do 70-80 cm<sup>3</sup> wodą destylowaną, dodać 3-4 krople oranżu metyloвого i miareczkować mianowanym roztworem wodorotlenku sodu do zmiany barwy wskaźnika z czerwonej na żółtą.

Uzyskane 3 objętości wodorotlenku sodu ( $V_1$ ;  $V_2$ ;  $V_3$ ) należy uśrednić i przeliczyć na dm<sup>3</sup>.

$$V_1 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_2 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_3 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_{\text{sr}} = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]} = xx,xx \text{ [dm}^3\text{]}$$

Obliczyć masę otrzymanego kwasu solnego [0,xxxx g] korzystając ze wzoru:

$$m = C \cdot V_{\text{sr}} \cdot M \cdot W$$

gdzie:

m – masa kwasu solnego (g),

C – stężenie roztworu NaOH (mol/dm<sup>3</sup>),

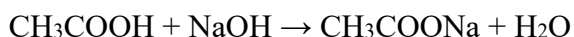
$V_{\text{sr}}$  – średnia objętość roztworu NaOH (dm<sup>3</sup>),

M – masa molowa kwasu solnego (g/mol),

W – współmierność kolby z pipetą.

# Oznaczanie kwasu octowego za pomocą mianowanego roztworu wodorotlenku sodu

Reakcja kwasu octowego z wodorotlenkiem sodu przebiega następująco:



Otrzymaną próbę kwasu octowego należy rozcieńczyć wodą destylowaną w kolbie miarowej na 100 cm<sup>3</sup> do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie do każdej z trzech kolb stożkowych odmierzyć pipetą po 25 cm<sup>3</sup> otrzymanego roztworu kwasu. Roztwór rozcieńczyć do 70-80 cm<sup>3</sup> wodą destylowaną, dodać 3-4 krople fenoloftaleiny i miareczkować mianowanym roztworem wodorotlenku sodu do pojawienia się malinowej barwy wskaźnika.

Uzyskane 3 objętości wodorotlenku sodu ( $V_1$ ;  $V_2$ ;  $V_3$ ) należy uśrednić i przeliczyć na dm<sup>3</sup>.

$$V_1 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_2 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_3 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_{\text{sr}} = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]} = xx,xx \text{ [dm}^3\text{]}$$

Obliczyć masę otrzymanego kwasu octowego [0,xxxx g] korzystając ze wzoru:

$$m = C \cdot V_{\text{sr}} \cdot M \cdot W$$

gdzie:

m – masa kwasu octowego (g),

C – stężenie roztworu NaOH (mol/dm<sup>3</sup>),

$V_{\text{sr}}$  – średnia objętość roztworu NaOH (dm<sup>3</sup>),

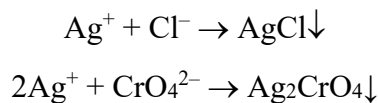
M – masa molowa kwasu octowego (g/mol),

W – współmierność kolby z pipetą

# **ARGENTOMETRIA**

## Nastawianie miana roztworu AgNO<sub>3</sub> na odważki NaCl

Podczas oznaczania przebiegają następujące reakcje:



Na wadze analitycznej odważyć 0,07-0,09 g odpowiednio czystego, wyprażonego w 400 °C i ostudzonego w eksykatorze NaCl. Przenieść ilościowo chlorek sodu do kolby stożkowej i rozpuścić go w około 50 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. Dodać 5-6 kropli 10% K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> (chromian(VI) potasu) jako wskaźnika. Miareczkować roztworem AgNO<sub>3</sub> energicznie mieszając. Podczas miareczkowania wytrąca się biały osad AgCl, a w PK miareczkowania obserwuje się zmianę barwy miareczkowanej mieszaniny z cytrynowej na ciemnożółtą do pomarańczowej. Analizę należy wykonać pięciokrotnie.

Stężenie molowe azotanu(V) srebra (mol/dm<sup>3</sup>) oblicza się następująco:

$$C = \frac{m}{M \cdot V}$$

gdzie:

C – stężenie molowe AgNO<sub>3</sub> (mol/dm<sup>3</sup>)

m – odważka NaCl (g),

M – masa molowa NaCl (g/ mol),

V – objętość zużytego AgNO<sub>3</sub> (dm<sup>3</sup>).

Wyniki oznaczenia należy przedstawić w postaci tabeli.

Lp	Masa NaCl [g]	Objętość AgNO <sub>3</sub> [dm <sup>3</sup> ]	Stężenie AgNO <sub>3</sub> [mol/dm <sup>3</sup> ]
1			
2			
3			
4			
5			

Uzyskane wyniki wartości stężenia należy poddać analizie statystycznej (test Q, wartość średnia, odchylenie standardowe, względne odchylenie standardowe, przedział ufności).

## Oznaczanie NaCl mianowanym roztworem azotanu(V) srebra(I) metodą Mohra

Otrzymaną próbkę NaCl rozcieńczyć do 100 cm<sup>3</sup> w kolbie miarowej i dokładnie wymieszać. Pobrać pipetą 25 (20) cm<sup>3</sup> roztworu (3 próby) i umieścić w kolbie stożkowej. Rozcieńczyć wodą destylowaną do około 50 cm<sup>3</sup> i dodać 5-6 kropli 10% K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> (chromian(VI) potasu) jako wskaźnika. Miareczkować roztworem AgNO<sub>3</sub> energicznie mieszając. Podczas miareczkowania wytrąca się biały osad AgCl, a w PK miareczkowania obserwuje się zmianę barwy miareczkowanej mieszaniny z cytrynowej na ciemnożółtą do pomarańczowej.

Uzyskane 3 objętości roztworu azotanu(V) srebra (V<sub>1</sub>; V<sub>2</sub>; V<sub>3</sub>) należy uśrednić i przeliczyć na dm<sup>3</sup>.

$$V_1 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_2 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_3 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_{sr} = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]} = xx,xx \text{ [dm}^3\text{]}$$

Obliczyć masę otrzymanego otrzymanego chlorku sodu [0,xxxx g] korzystając ze wzoru:

$$m = C \cdot V_{sr} \cdot M \cdot W$$

gdzie:

m – masa chlorku sodu (g),

C – stężenie molowe AgNO<sub>3</sub> (mol/dm<sup>3</sup>),

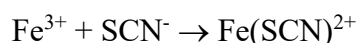
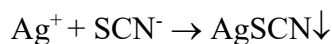
V<sub>sr</sub> – średnia objętość AgNO<sub>3</sub> (dm<sup>3</sup>),

M – masa molowa NaCl,

W – współmierność kolby z pipetą.

## Oznaczanie KSCN mianowanym roztworem azotanu(V) srebra(I) metodą Volharda

Podczas oznaczania przebiegają następujące reakcje:



Oznaczenie wykonuje się **otrzymując dwukrotnie tą samą próbę w kolbce miarowej na 100 cm<sup>3</sup>**. Otrzymaną próbę KSCN rozcieńczyć wodą destylowaną do 100 cm<sup>3</sup> w kolbce miarowej i dokładnie wymieszać. Otrzymanym roztworem przepłukać biuretę a następnie napełnić ją ponownie. Pobrać pipetą 25 (20) cm<sup>3</sup> mianowanego roztworu AgNO<sub>3</sub> (3 próby) i umieścić w kolbce stożkowej. Rozcieńczyć wodą destylowaną do około 50 cm<sup>3</sup> i dodać 5-6 kropli (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>4</sub>·24H<sub>2</sub>O (potocznie: **alun żelazowo-amonowy**). Miareczkować roztworem KSCN do pojawienia się pomarańczowego zabarwienia roztworu.

Uzyskane 3 objętości roztworu KSCN (V<sub>1</sub>; V<sub>2</sub>; V<sub>3</sub>) należy uśrednić i przeliczyć na dm<sup>3</sup>.

$$V_1 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_2 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_3 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_{\text{sr}} = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]} = xx,xx \text{ [dm}^3\text{]}$$

Obliczyć masę otrzymanego otrzymanego tiocyjanianu potasu korzystając ze wzoru:

$$m = \frac{0,1 \cdot C_1 \cdot V_1 \cdot M}{V_2}$$

gdzie:

m – masa rodanku potasu (g)

C<sub>1</sub> – stężenie molowe AgNO<sub>3</sub> (mol/dm<sup>3</sup>),

V<sub>1</sub> – objętość AgNO<sub>3</sub> (dm<sup>3</sup>),

V<sub>2</sub> – średnia objętość zużytego KSCN (dm<sup>3</sup>),

M – masa molowa KSCN (g/mol).



# **KOMPLEKSOMETRIA**

## Nastawianie miana roztworu soli disodowej kwasu etylenodiaminotetraoctowego na odważki CaCO<sub>3</sub>

Na wadze analitycznej odważyć 0,10 – 0,13 g CaCO<sub>3</sub> i przenieść ilościowo do kolby stożkowej. Do węglanu wapnia dodać 10 cm<sup>3</sup> 1M roztworu HCl i poczekać do całkowitego rozpuszczenia się węglanu wapnia. Następnie próbę rozcieńczyć wodą destylowaną do około 50 cm<sup>3</sup> i dodać ok. 10 cm<sup>3</sup> 1M roztworu NaOH w celu zobojętnienia nadmiaru kwasu. Następnie dodać się jeszcze ok. 2 cm<sup>3</sup> 1M roztworu NaOH w celu zalkalizowania roztworu (razem ok. 12 cm<sup>3</sup>) Alkalizacja może wywołać zmętnienie roztworu. Następnie dodać niewielką ilość mureksydu i miareczkować przygotowanym roztworem EDTA do zmiany barwy roztworu z różowej na fioletową. Procedurę powtórzyć pięciokrotnie.

Stężenie molowe EDTA oblicza się następująco:

$$C = \frac{m}{M \cdot V}$$

gdzie:

$C$  – stężenie molowe EDTA (mol/dm<sup>3</sup>),

$m$  – odważka CaCO<sub>3</sub> (g),

$M$  – masa molowa CaCO<sub>3</sub> (g/mol),

$V$  – objętość zużytego EDTA (dm<sup>3</sup>).

Wyniki oznaczenia należy przedstawić w postaci tabeli.

Lp.	Masa CaCO <sub>3</sub> [g]	Objętość roztworu EDTA [dm <sup>3</sup> ]	Stężenie EDTA [mol/dm <sup>3</sup> ]
1			
2			
3			
4			
5			

Uzyskane wyniki wartości stężenia należy poddać analizie statystycznej (test Q, wartość średnia, odchylenie standardowe, względne odchylenie standardowe, przedział ufności).

# Oznaczenie $\text{Ca}^{2+}$ przy pomocy mianowanego roztworu

## EDTA

Badaną próbkę należy uzupełnić wodą destylowaną w kolbie miarowej do kreski, wymieszać i pobrać pipetą po  $25 \text{ cm}^3$  ( $20 \text{ cm}^3$ ) do trzech kolb stożkowych. Każdą próbkę rozcieńczyć do około  $80 \text{ cm}^3$ , dodać  $10 \text{ cm}^3$  roztworu  $1 \text{ M NaOH}$  i miareczkować wobec mureksydu do zmiany zabarwienia z różowego na fioletowe.

Uzyskane 3 objętości roztworu EDTA ( $V_1$ ;  $V_2$ ;  $V_3$ ) należy uśrednić i przeliczyć na  $\text{dm}^3$ .

$$V_1 = xx,xx [\text{cm}^3]$$

$$V_2 = xx,xx [\text{cm}^3]$$

$$V_3 = xx,xx [\text{cm}^3]$$

$$V_{\text{sr}} = xx,xx [\text{cm}^3] = xx,xx [\text{dm}^3]$$

Obliczyć masę jonów wapnia zawartych w roztworze [ $0,xxxx \text{ g}$ ] korzystając ze wzoru:

$$m = C \cdot V_{\text{sr}} \cdot M \cdot W$$

gdzie:

$m$  – masa jonów wapnia (g),

$C$  – stężenie molowe EDTA ( $\text{mol/dm}^3$ ),

$V_{\text{sr}}$  – średnia objętość EDTA ( $\text{dm}^3$ ),

$M$  – masa molowa wapnia ( $\text{g/mol}$ ),

$W$  – współmierność kolby z pipetą.

# Oznaczanie $Mg^{2+}$ przy pomocy mianowanego roztworu

## EDTA

Badaną próbę należy uzupełnić wodą destylowaną w kolbce miarowej do kreski, wymieszać i pobrać pipetą po  $25\text{ cm}^3$  ( $20\text{ cm}^3$ ) do trzech kolb stożkowych. Każdą próbę rozcieńczyć do około  $80\text{ cm}^3$ , dodać  $5\text{ cm}^3$  roztworu buforu amoniakalnego i miareczkować wobec niewielkiej ilości czerni eriochromowej T do zmiany zabarwienia z fioletowego na niebieskie.

Uzyskane 3 objętości roztworu EDTA ( $V_1$ ;  $V_2$ ;  $V_3$ ) należy uśrednić i przeliczyć na  $\text{dm}^3$ .

$$V_1 = xx,xx [\text{cm}^3]$$

$$V_2 = xx,xx [\text{cm}^3]$$

$$V_3 = xx,xx [\text{cm}^3]$$

$$V_{\text{sr}} = xx,xx [\text{cm}^3] = xx,xx [\text{dm}^3]$$

Obliczyć masę jonów magnezu zawartych w roztworze [ $0,xxxx\text{ g}$ ] korzystając ze wzoru:

$$m = C \cdot V_{\text{sr}} \cdot M \cdot W$$

gdzie:

$m$  – masa jonów magnezu (g),

$C$  – stężenie molowe EDTA ( $\text{mol}/\text{dm}^3$ ),

$V_{\text{sr}}$  – objętość EDTA ( $\text{dm}^3$ ),

$M$  – masa molowa magnezu ( $\text{g}/\text{mol}$ ),

$W$  – współmierność kolby z pipetą.

# Oznaczanie $\text{Ca}^{2+}$ obok $\text{Mg}^{2+}$ przy pomocy mianowanego

## roztworu EDTA

Oznaczenie wykonuje się otrzymując dwukrotnie tą samą próbę zawierającą jony magnezu i wapnia w kolbce miarowej na  $100 \text{ cm}^3$ . Z jednej próby oznaczamy zawartość jonów wapnia postępując zgodnie z instrukcją oznaczania jonów  $\text{Ca}^{2+}$  a z drugiej porcji oznaczamy sumę wapnia i magnezu postępując zgodnie ze sposobem wykonania oznaczenia jonów  $\text{Mg}^{2+}$ .

I. Otrzymane 3 objętości roztworu EDTA zużyte na miareczkowanie jonów wapnia uśrednić.

$$V = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_1 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]} = xx,xx \text{ [dm}^3\text{]}$$

II. Otrzymane 3 objętości roztworu EDTA zużyte na miareczkowanie sumy jonów wapnia i magnezu uśrednić.

$$V = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_2 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]} = xx,xx \text{ [dm}^3\text{]}$$

III. Masę jonów wapnia (wyrażoną w gramach) zawartych w roztworze oblicza się według wzoru:

$$m = C \cdot V_1 \cdot M \cdot W$$

gdzie:

$C$  – stężenie molowe EDTA ( $\text{mol/dm}^3$ ),

$V_1$  – średnia objętość EDTA zużyta na miareczkowanie jonów wapnia ( $\text{dm}^3$ ),

$M$  – masa molowa wapnia,

$W$  – współmierność kolby z pipetą,

IV. Masę jonów magnezu (wyrażoną w gramach) zawartych w roztworze oblicza się według wzoru:

$$m = C \cdot (V_2 - V_1) \cdot M \cdot W$$

gdzie:

$c$  – stężenie molowe EDTA ( $\text{mol/dm}^3$ ),

$V_2$  – średnia objętość EDTA zużyta na miareczkowanie sumy jonów wapnia i magnezu ( $\text{dm}^3$ ),

$V_1$  – średnia objętość EDTA zużyta na miareczkowanie jonów wapnia ( $\text{dm}^3$ ),

$(V_2 - V_1)$  - objętość EDTA zużyta na miareczkowania jonów magnezu ( $\text{dm}^3$ ),

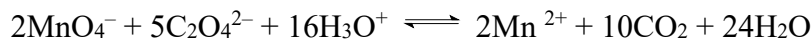
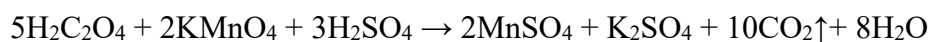
$M$  – masa molowa magnezu ( $\text{g/mol}$ ),

$W$  – współmierność kolby z pipetą.

# **MANGANOMETRIA**

## Nastawianie miana $\text{KMnO}_4$ na odważki $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Reakcja kwasu szczawiowego z manganianem(VII) potasu przebiega następująco:



Odważyć na wadze analitycznej i przenieść ilościowo do kolby stożkowej 0,15 – 0,20 g dihydratu kwasu szczawiowego. Rozpuścić go w około 70 cm<sup>3</sup> wody destylowanej; następnie dodać 25 cm<sup>3</sup> roztworu 2M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Całość ogrzać do około 80°C i miareczkować roztworem manganianu(VII) potasu do pojawienia się trwałego (30 s.) blad różowego zabarwienia. Procedurę powtórzyć pięciokrotnie.

Stężenie molowe (mol/dm<sup>3</sup>) przygotowanego roztworu  $\text{KMnO}_4$  oblicza się ze wzoru:

$$C = \frac{2 \cdot m}{5 \cdot M \cdot V}$$

gdzie:

C – stężenie molowe  $\text{KMnO}_4$  (mol/dm<sup>3</sup>),

m – odważka  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (g),

V – objętość zużytego  $\text{KMnO}_4$  (dm<sup>3</sup>),

M – masa molowa  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (g/mol).

Wyniki oznaczenia należy przedstawić w postaci tabeli.

Lp.	Masa $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ [g]	Objętość roztworu $\text{KMnO}_4$ [dm <sup>3</sup> ]	Stężenie $\text{KMnO}_4$ [mol/dm <sup>3</sup> ]
1			
2			
3			
4			
5			

Uzyskane wyniki wartości stężenia należy poddać analizie statystycznej (test Q, wartość średnia, odchylenie standardowe, względne odchylenie standardowe, przedział ufności).



# Oznaczanie Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> przy pomocy mianowanego roztworu manganianu(VII) potasu

Reakcja szczawianu sodu z manganianem(VII) potasu przebiega następująco:



Otrzymaną próbę szczawianu sodu należy rozcieńczyć w kolbie na 100 cm<sup>3</sup> do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie do każdej z trzech kolb stożkowych pobrać pipetą po 25 cm<sup>3</sup> (20 cm<sup>3</sup>) otrzymanego roztworu soli. Roztwór rozcieńczyć do około 70 cm<sup>3</sup> wodą destylowaną, dodać 25 cm<sup>3</sup> roztworu 2M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> i ogrzać do około 80°C. Miareczkować do pierwszego (trwałego) bladoloróżowego zabarwienia roztworu (utrzymującego się ok. 30 sekund).

Uzyskane 3 objętości roztworu KMnO<sub>4</sub> (V<sub>1</sub>; V<sub>2</sub>; V<sub>3</sub>) należy uśrednić i przeliczyć na dm<sup>3</sup>.

$$V_1 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_2 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_3 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_{\text{sr}} = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]} = xx,xx \text{ [dm}^3\text{]}$$

Obliczyć masę szczawianu sodu [0,xxxx g] korzystając ze wzoru:

$$m = \frac{5 \cdot V_{\text{sr}} \cdot C \cdot M}{2} \cdot W$$

gdzie:

m – masa szczawianu sodu (g),

V<sub>sr</sub> – objętość zużytego KMnO<sub>4</sub> (dm<sup>3</sup>),

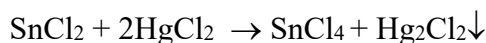
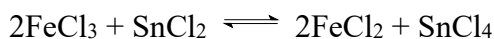
c – stężenie molowe KMnO<sub>4</sub> (mol/dm<sup>3</sup>),

M – masa molowa szczawianu sodu (g/mol),

W – współmierność kolby z pipetą.

## Oznaczanie Fe(III) przy pomocy mianowanego roztworu manganianu(VII) potasu

W trakcie oznaczania jonów żelaza(III) metodą manganometryczną zachodzą następujące reakcje chemiczne.



Próbę soli żelaza otrzymujemy w kolbie stożkowej z wąską szyjką. Roztwór zakwasić 10 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu solnego a ścianki spłukać małą ilością wody destylowanej. Kolbę przykryć małym szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać do momentu wrzenia. **Uwaga: Nie ogrzewać dłużej!** Kolbę zestawić, spłukać szkiełko wodą destylowaną i mieszając dodać kroplami roztwór chlorku cyny(II) do odbarwienia próbki (plus jedną kroplę nadmiaru). Kolbę schłodzić pod bieżącą wodą a następnie dodać 10 cm<sup>3</sup> roztworu HgCl<sub>2</sub>. Zawartość (z białym jedwabistym osadem) przenieść ilościowo do parownicy porcelanowej zawierającej 400 cm<sup>3</sup> wody wodociągowej i 25 cm<sup>3</sup> mieszaniny Reinharda-Zimmermanna. **Uwaga: Przed przeniesieniem próbki dodać 2 krople roztworu KMnO<sub>4</sub> do parownicy.** Miareczkować, mieszając bagietką do osiągnięcia trwałej bladuróżowej barwy roztworu (utrzymującej się ok. 30 sekund).

Masę jonów żelaza(III) w gramach zawartą w roztworze oblicza się następująco:

$$m = 5 \cdot C \cdot V \cdot M$$

gdzie:

m – masa jonów żelaza (g),

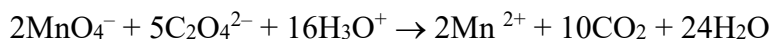
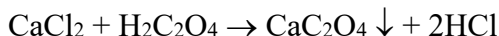
C – stężenie molowe KMnO<sub>4</sub> (mol/dm<sup>3</sup>),

V – objętość KMnO<sub>4</sub> (dm<sup>3</sup>),

M – masa molowa żelaza (g/mol).

# Oznaczanie wapnia za pomocą mianowanego roztworu KMnO<sub>4</sub>

W trakcie oznaczania zachodzą następujące reakcje:



Otrzymaną próbkę jonów  $\text{Ca}^{2+}$  rozcieńczyć do ok. 100 cm<sup>3</sup> wodą destylowaną, dodać 5 cm<sup>3</sup> stężonego roztworu kwasu solnego, 3 krople oranżu metyloвого i rozcieńczyć do 200 cm<sup>3</sup> wodą destylowaną. Dodać 25 cm<sup>3</sup> nasyconego roztworu  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  i ogrzać do ok. 80°C, zlewkę zestawić z płytki i powoli dodać 10% roztworu amoniaku do zmiany barwy z czerwonej na żółtą. Wytrącony osad pozostawić do następnych zajęć (minimum 24 godziny) w celu zestarzenia się osadu, a następnie przesączyć przez średni sączek i przemyć małymi porcjami wody destylowanej do ujemnego wyniku na jony  $\text{Cl}^-$  (reakcja z  $\text{AgNO}_3$ ). Przemyty osad rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> gorącego 1 M roztworu  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . W tym celu należy sączek z osadem rozłożyć na wewnętrznej ścianie zlewki o poj. 400 cm<sup>3</sup> (tej samej w której strącany był wapń), połączyć gorącym roztworem 1 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  i całość miareczkować na gorąco roztworem  $\text{KMnO}_4$  do różowego zabarwienia od pierwszej kropli. Następnie należy zanurzyć sączek w roztworze i miareczkować dalej do pojawienia się trwałego lekko różowego zabarwienia utrzymującego się przez 30 sekund.

Zawartość wapnia w próbce w gramach oblicza się według następującego wzoru:

$$m = \frac{5 \cdot V \cdot C \cdot M}{2}$$

gdzie:

m – masa jonów wapnia (g),

V – objętość zużytego  $\text{KMnO}_4$  (dm<sup>3</sup>),

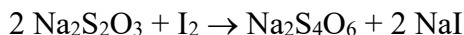
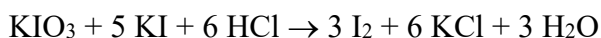
C – stężenie molowe  $\text{KMnO}_4$  (mol/dm<sup>3</sup>),

M – masa molowa wapnia (g/mol).

# **JODOMETRIA**

## Nastawianie miana Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na odważki KIO<sub>3</sub>

Reakcje przebiegają według następujących równań:



Na wadze analitycznej odważyć 0,10-0,12 g wysuszonego jodanu(V) potasu a następnie przenieść ilościowo do kolby stożkowej i rozpuścić w 40-50 cm<sup>3</sup> wody destylowanej. Do otrzymanego roztworu dodać 2 g jodku potasu i 10 cm<sup>3</sup> roztworu 1M HCl. Wydzielony jod odmiareczkować roztworem tiosiarczanu sodu dodając pod koniec miareczkowania (gdy brunatne zabarwienie roztworu przejdzie w jasnożółte) świeżo przygotowanego roztworu skrobi. Opisaną procedurę wykonać pięciokrotnie.

Stężenie molowe roztworu tiosiarczanu sodu oblicza się ze wzoru:

$$C = \frac{6 \cdot m}{M \cdot V}$$

C – stężenie molowe tiosiarczanu sodu (mol/dm<sup>3</sup>)

m – masa KIO<sub>3</sub> (g)

M - masa molowa KIO<sub>3</sub> (g/mol)

V – objętość zużytego titranta (dm<sup>3</sup>)

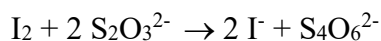
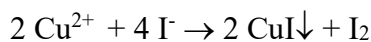
Wyniki oznaczenia należy przedstawić w postaci tabeli.

Lp.	Masa KIO <sub>3</sub> [g]	Objętość roztworu Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> [dm <sup>3</sup> ]	Stężenie Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> [mol/dm <sup>3</sup> ]
1			
2			
3			
4			
5			

Uzyskane wyniki wartości stężenia należy poddać analizie statystycznej (test Q, wartość średnia, odchylenie standardowe, względne odchylenie standardowe, przedział ufności).

## Oznaczanie miedzi(II) przy pomocy mianowanego roztworu tiosiarczanu sodu

Podczas oznaczania zachodzą następujące reakcje



Próbkę zawierającą sól miedzi(II) rozcieńczyć wodą destylowaną w kolbie miarowej do 100 cm<sup>3</sup>, pobrać pipetą 3 próbki po 25 cm<sup>3</sup> (20 cm<sup>3</sup>) do kolb stożkowych, dodać 5 cm<sup>3</sup> 1M roztworu H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> oraz 1g KI i odstawić na 5 min. w ciemne miejsce (do szafki). Następnie próbkę miareczkować mianowanym roztworem Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Kiedy brunatne zabarwienie roztworu zmieni się na żółte, dodać świeżo przyrządzonego roztworu skrobi (ok. 1 cm<sup>3</sup>) i miareczkować do zaniku granatowej barwy.

**Uwaga: Nie dodawać KI do wszystkich kolb jednocześnie ale wykonywać oznaczenia po kolei!**

Uzyskane 3 objętości roztworu Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (V<sub>1</sub>; V<sub>2</sub>; V<sub>3</sub>) należy uśrednić i przeliczyć na dm<sup>3</sup>.

$$V_1 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_2 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_3 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_{\text{sr}} = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]} = xx,xx \text{ [dm}^3\text{]}$$

Obliczyć masę jonów miedzi(II) [0,xxxx g] korzystając ze wzoru:

$$m = C \cdot V_{sr} \cdot M \cdot W$$

gdzie:

C – stężenie molowe tiosiarczanu sodu (mol/dm<sup>3</sup>),

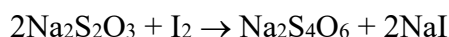
V<sub>sr</sub> – objętość zużytego tiosiarczanu sodu (dm<sup>3</sup>),

M – masa molowa miedzi (g/mol),

W - współmierność kolby z pipetą.

# Oznaczanie $K_2Cr_2O_7$ przy pomocy mianowanego roztworu tiosiarczanu sodu

Reakcje przebiegają według następujących równań:



Próbkę zawierającą dichromian(VI) potasu rozcieńczyć wodą destylowaną w kolbie miarowej o poj. 100 cm<sup>3</sup> do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie do trzech kolb stożkowych ze szlifem pobrać pipetą 3 próbki po 25 cm<sup>3</sup> (20 cm<sup>3</sup>), dodać 5 cm<sup>3</sup> 1 M roztworu H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> oraz 1 g KI. **Uwaga: Podobnie jak w przypadku oznaczania miedzi(II) nie należy dodawać KI do wszystkich prób jednocześnie, lecz bezpośrednio przed wykonaniem analizy.** Kolbkę zamknąć korkiem i odstawić w ciemne miejsce (do szafki) na 5 minut. Po tym czasie korek i szlif kolby spłukać wodą z tryskawki i miareczkować mianowanym roztworem Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> do barwy słomkowej. Następnie dodać roztworu skrobi i miareczkować aż barwa roztworu zmieni się z granatowej na niebieskozieloną (barwa uwodnionych jonów Cr<sup>3+</sup>).

Uzyskane 3 objętości roztworu Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (V<sub>1</sub>; V<sub>2</sub>; V<sub>3</sub>) należy uśrednić i przeliczyć na dm<sup>3</sup>.

$$V_1 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_2 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_3 = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]}$$

$$V_{\text{sr}} = xx,xx \text{ [cm}^3\text{]} = xx,xx \text{ [dm}^3\text{]}$$

Obliczyć zawartość K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> [0,xxxx g] korzystając ze wzoru:

$$m = \frac{C \cdot V \cdot M \cdot W}{6}$$

m – masa dichromianu(VI) potasu (g),

c – stężenie roztworu tiosiarczanu sodu (mol/dm<sup>3</sup>),

M - masa molowa K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (g/mol),

V – objętość zużytego titranta (dm<sup>3</sup>),

W – współmierność kolby z pipetą.

# **STATYSTYCZNA OCENA WYNIKÓW**



## Przedstawianie wyników analizy

W wyniku analizy należy podać tylko cyfry znaczące, tj. cyfry mające fizyczny sens dla danego oznaczenia, a niebędące rezultatem matematycznych obliczeń. W przedstawianym wyniku powinno być tyle cyfr znaczących, aby tylko ostatnia była cyfrą wątpliwą, a przedostatnia – pewną. Dokładność wyniku końcowego nie może przekraczać dokładności najmniej dokładnego wyniku pomiarowego.

## Analiza statystyczna oznaczania miana roztworu

Uzyskane wyniki analizy powinny być opracowane pod względem statystycznym. Ma to na celu odrzucenie wyników obarczonych błędem grubym, a następnie ocenę niepewności wyniku spowodowaną błędami przypadkowymi. Ocena niepewności wyniku powinna być podawana zawsze wraz z wynikiem analizy.

Poniżej przedstawiono kolejność wykonywanych obliczeń.

### **1. Odrzucanie wyników odbiegających**

Dość często, po wykonaniu większej serii pomiarów okazuje się, że jeden z otrzymanych wyników odbiega znacząco od pozostałych i prawdopodobnie obarczony jest przypadkowym błędem grubym. Jednym ze sposobów oszacowania, czy należy go odrzucić przy obliczaniu średniej z uzyskanych pomiarów jest test  $Q$  Dixona.  $Q$  jest to parametr będący stosunkiem bezwzględnej wartości różnicy między wynikiem wątpliwym a najbliższym wynikiem w serii do wartości rozstępu wyników. W celu określenia, czy wystąpił błąd gruby należy wyniki analizy uszeregować od najmniejszego do największego. Następnie obliczyć wartość  $Q$  zgodnie ze wzorem:

$$Q = \frac{|x_2 - x_1|}{R}$$

gdzie:

$x_1$  – wynik wątpliwy,

$x_2$  – najbliższy sąsiadujący wynik,

$R$  – rozstęp wyników w serii.

**Rozstęp (rozrzut wyników, D)** jest to różnica między największym i najmniejszym wynikiem pomiaru w danej serii.

**Wynik wątpliwy należy odrzucić, jeśli wyliczona wartość  $Q$  jest większa od krytycznej wartości  $Q$  dla danej liczby wyników oraz dla danego poziomu istotności.**

## Krytyczne wartości $Q$ do odrzucania wyników odbiegających

Liczba pomiarów $n$	Poziom istotności		
	0,90	0,95	0,99
3	0,886	0,941	0,988
4	0,679	0,765	0,889
5	0,557	0,642	0,760
6	0,482	0,560	0,698
7	0,434	0,507	0,637
8	0,399	0,468	0,590
9	0,370	0,437	0,555
10	0,349	0,412	0,527

### 2. Średnia arytmetyczna wyników ( $x_{\text{śr}}$ )

Średnia arytmetyczna (średnia) jest to suma wyników ( $x_j$ ) oznaczeń lub pomiarów w danej serii podzielona przez ich liczbę ( $n$ ).

$$x_{\text{śr}} = \frac{\sum x_j}{n}$$

### 3. Odchylenie standardowe średniej arytmetycznej ( $S$ )

Jest to wielkość, która pozwala ocenić rozproszenia wyników, jest miarą precyzji rezultatu pomiarów, ale nie oznacza, że wartość rzeczywista musi zawierać się w granicach  $x_{\text{śr}} - S_{\text{śr}}$  i  $x_{\text{śr}} + S_{\text{śr}}$ .

Jest to dodatni pierwiastek kwadratowy z wariancji - sumy kwadratów różnic pomiędzy uzyskanymi wynikami a wartością średniej arytmetycznej.

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum (x_i - x_{\text{śr}})^2}$$

### 4. Względne odchylenie standardowe ( $S_r$ )

Jest to stosunek odchylenia standardowego do średniej arytmetycznej:

$$S_r = \frac{S}{x_{\text{śr}}}$$

Wielkość ta umożliwia porównanie precyzji różnych metod analitycznych, a także precyzji wyników uzyskiwanych tą samą metodą przy różnych zawartościach danego składnika.

### **5. Przedział ufności**

Przedział ufności to zakres obejmujący średnią arytmetyczną, o której można powiedzieć, że przy założonym prawdopodobieństwie (poziomie ufności) wartość prawdziwa jest w niej zawarta.

$$\mu = \bar{x}_{sr} \pm t \cdot S$$

Stosowana we wzorze wartość  $t$  jest zależna od poziomu prawdopodobieństwa oraz liczby stopni swobody (liczby pomiarów). W tabeli poniżej przedstawiono obliczone wartości  $t$  dla prawdopodobieństwa 95% i 99%. Im większe prawdopodobieństwo, tym większa wartość  $t$ , a więc szerszy przedział ufności. W praktyce najczęściej przyjmuje się poziom ufności 95 %.

**Wartość współczynnika  $t$ -Studenta w zależności od  $n$  dla różnych poziomów prawdopodobieństwa**

Liczba pomiarów $n$	Liczba stopni swobody $K = n - 1$	Prawdopodobieństwo	
		95%	99%
		$t$	
2	1	12,71	63,66
3	2	4,30	9,92
4	3	3,18	5,84
5	4	2,78	4,60
6	5	2,57	4,03
7	6	2,45	3,71
8	7	2,37	3,50
9	8	2,31	3,36
10	9	2,26	3,25
11	10	2,23	3,17
15	14	2,15	2,98
20	19	2,09	2,86
25	24	2,06	2,80