

PRACOWNIA
PODSTAW CHEMII
ANALITYCZNEJ
-OPISY ĆWICZEŃ

PLAN PRACY PRACOWNIA PODSTAW CHEMII ANALITYCZNEJ IŁOŚCIOWEJ

Liczba pkt		
Wyznaczanie współmierności kolby z pipetą		
ALKACYMETRIA		
Przygotowanie 0,1 M roztworu HCl	Oznaczanie Na ₂ CO ₃	10
Nastawianie miana kwasu solnego na odważki tetraboranu sodu		
Przygotowanie 0,1 M roztworu NaOH	Oznaczanie HCl Oznaczanie CH ₃ COOH	10
Nastawianie miana roztworu NaOH za pomocą mianowanego roztworu HCl		10
ARGENTOMETRIA		
	Oznaczanie NaCl	10
KOMPLEKSOMETRIA		
	Oznaczanie Ca ²⁺ Oznaczanie Ca ²⁺ obok Mg ²	10 20
MANGANOMETRIA		
	Oznaczanie Na ₂ C ₂ O ₄	10
JODOMETRIA		
Przygotowanie 0,1 M roztworu Na ₂ S ₂ O ₃		
Nastawianie miana Na ₂ S ₂ O ₃ na odważki KIO ₃	Oznaczanie Cu ²⁺ Oznaczanie K ₂ Cr ₂ O ₇	10 10

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 cm³ 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/dm³),

m – odważka boraksu (g),

V – objętość zużytego na miareczkowanie roztworu HCl (dm³),

M – masa molowa boraksu (g/mol).

Wyniki oznaczenia należy przedstawić w postaci tabeli.

Lp.	Odważki boraksu [g]	Objętość roztworu HCl [dm ³]	Stężenie HCl [mol/dm ³]
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 węglanu disodu mianowanym roztworem HCl

W trakcie oznaczania zachodzi następująca reakcja:



Otrzymaną do analizy próbę w kolbie miarowej należy rozcieńczyć wodą destylowaną do 100 cm³, dokładnie wymieszać i pobrać pipetą po 25 cm³ analizowanego roztworu do 3 kolb stożkowych. Następnie rozcieńczyć wodą destylowaną do około 70-80 cm³ i dodać 3–4 krople roztworu oranżu metylowego. Miareczkować roztwór węglanu 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 dm³.

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

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

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

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

Obliczyć masę otrzymanej próby Na₂CO₃ [0,xxxx g] korzystając ze wzoru:

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

gdzie:

m – masa węglanu di sodu (g),

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

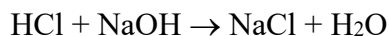
C – stężenie molowe kwasu solnego (mol/dm³),

V_{sr} – średnia objętość roztworu kwasu solnego (dm³),

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 cm³ roztworu kwasu solnego o znanym stężeniu. Następnie rozcieńczyć wodą destylowaną do ok. 80 cm³, dodać 3–4 krople oranżu metylowego 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_{HCl} – stężenie molowe kwasu solnego (mol/dm³),

V_{HCl} – objętość kwasu solnego (dm³),

V_{NaOH} – objętość zużytego wodorotlenku sodu (dm³),

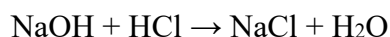
c_{NaOH} – stężenie molowe wodorotlenku sodu (mol/dm³).

Wyniki oznaczenia należy przedstawić w postaci tabeli.

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

Oznaczanie kwasu solnego za pomocą mianowanego roztworu wodorotlenku sodu

Reakcja kwasu solnego z wodorotlenkiem sodu przebiega następująco:



Otrzymaną próbę kwasu solnego należy rozcieńczyć w kolbie na 100 cm³ do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie do każdej z trzech kolb stożkowych odmierzyć pipetą po 25 cm³ otrzymanego roztworu kwasu. Roztwór rozcieńczyć do 70-80 cm³ wodą destylowaną, dodać 3-4 krople oranżu metylowego 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 dm³.

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

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

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

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

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/dm³),

V_{sr} – średnia objętość roztworu NaOH (dm³),

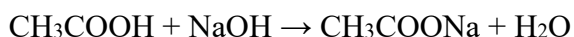
M – masa molowa kwasu solnego (g/mol),

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 cm³ do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie do każdej z trzech kolb stożkowych odmierzyć pipetą po 25 cm³ otrzymanego roztworu kwasu. Roztwór rozcieńczyć do 70-80 cm³ 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 dm³.

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

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

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

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

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/dm³),

V_{sr} – średnia objętość roztworu NaOH (dm³),

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

W – współmierność kolby z pipetą

ARGENTOMETRIA

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

Otrzymaną próbkę NaCl rozcieńczyć do 100 cm³ w kolbie miarowej i dokładnie wymieszać. Pobrać pipetą 25 (20) cm³ roztworu (3 próby) i umieścić w kolbie stożkowej. Rozcieńczyć wodą destylowaną do około 50 cm³ i dodać 5-6 kropli 10% K₂CrO₄ (chromian(VI) potasu) jako wskaźnika. Miareczkować roztworem AgNO₃ 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 (V₁; V₂; V₃) należy uśrednić i przeliczyć na dm³.

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

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

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

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

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

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

gdzie:

m – masa chlorku sodu (g),

C – stężenie molowe AgNO₃ (mol/dm³),

V_{sr} – średnia objętość AgNO₃ (dm³),

M – masa molowa NaCl,

W – współmierność kolby z pipetą.

KOMPLEKSOMETRIA

Oznaczanie Ca^{2+} przy pomocy mianowanego roztworu

EDTA

Badaną próbę należy uzupełnić wodą destylowaną w kolbie miarowej do kreski, wymieszać i pobrać pipetą po 25 cm^3 (20 cm^3) do trzech kolb stożkowych. Każdą próbę rozcieńczyć do około 80 cm^3 , dodać 10 cm^3 roztworu 1M 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 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 (mol/dm^3),

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

M – masa molowa wapnia (g/mol),

W – współmierność kolby z pipetą.

Oznaczanie Ca^{2+} obok 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 cm³**. Z jednej próby oznaczamy zawartość jonów wapnia postępując zgodnie z instrukcją oznaczania jonów Ca^{2+} a z drugiej porcji oznaczamy sumę wapnia i magnezu postępując zgodnie ze sposobem wykonania oznaczenia jonów Mg^{2+} .

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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 (mol/dm³),

V_1 – średnia objętość EDTA zużyta na miareczkowanie jonów wapnia (dm³),

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 (mol/dm³),

V_2 – średnia objętość EDTA zużyta na miareczkowanie sumy jonów wapnia i magnezu (dm³),

V_1 – średnia objętość EDTA zużyta na miareczkowanie jonów wapnia (dm³),

$(V_2 - V_1)$ - objętość EDTA zużyta na miareczkowania jonów magnezu (dm³),

M – masa molowa magnezu (g/mol),

W – współmierność kolby z pipetą.

MANGANOMETRIA

Oznaczanie Na₂C₂O₄ 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 cm³ do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie do każdej z trzech kolb stożkowych pobrać pipetą po 25 cm³ (20 cm³) otrzymanego roztworu soli. Roztwór rozcieńczyć do około 70 cm³ wodą destylowaną, dodać 25 cm³ roztworu 2M H₂SO₄ i ogrzać do około 80°C. Miareczkować do pierwszego (trwałego) bladoróżowego zabarwienia roztworu (utrzymującego się ok. 30 sekund).

Uzyskane 3 objętości roztworu KMnO₄ (V₁; V₂; V₃) należy uśrednić i przeliczyć na dm³.

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

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

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

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

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_{sr} – objętość zużytego KMnO₄ (dm³),

c – stężenie molowe KMnO₄ (mol/dm³),

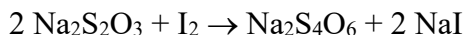
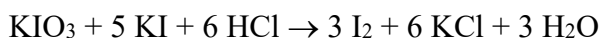
M – masa molowa szczawianu sodu (g/mol),

W – współmierność kolby z pipetą.

JODOMETRIA

Nastawianie miana $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ na odważki KIO_3

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 cm³ wody destylowanej. Do otrzymanego roztworu dodać 2 g jodku potasu i 10 cm³ 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/dm³)

m – masa KIO_3 (g)

M - masa molowa KIO_3 (g/mol)

V – objętość zużytego titranta (dm³)

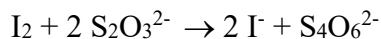
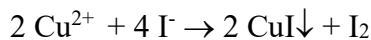
Wyniki oznaczenia należy przedstawić w postaci tabeli.

Lp.	Masa KIO_3 [g]	Objętość roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ [dm ³]	Stężenie $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ [mol/dm ³]
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 cm³, pobrać pipetą 3 próbki po 25 cm³ (20 cm³) do kolb stożkowych, dodać 5 cm³ 1M roztworu H₂SO₄ oraz 1g KI i odstawić na 5 min. w ciemne miejsce (do szafki). Następnie próbkę miareczkować mianowanym roztworem Na₂S₂O₃. Kiedy brunatne zabarwienie roztworu zmieni się na żółte, dodać świeżo przyrządzonego roztworu skrobi (ok. 1 cm³) i miareczkować do zaniku granatowej barwy.

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

Uzyskane 3 objętości roztworu Na₂S₂O₃ (V₁; V₂; V₃) należy uśrednić i przeliczyć na dm³.

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

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

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

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

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

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

gdzie:

C – stężenie molowe tiosiarczanu sodu (mol/dm³),

V_{sr} – objętość zużytego tiosiarczanu sodu (dm³),

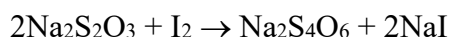
M – masa molowa miedzi (g/mol),

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 cm³ do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie do trzech kolb stożkowych ze szlifem pobrać pipetą 3 próbki po 25 cm³ (20 cm³), dodać 5 cm³ 1 M roztworu H₂SO₄ 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 Na₂S₂O₃ do barwy słomkowej. Następnie dodać roztworu skrobi i miareczkować aż barwa roztworu zmieni się z granatowej na niebieskozieloną (barwa uwodnionych jonów Cr³⁺).

Uzyskane 3 objętości roztworu Na₂S₂O₃ (V₁; V₂; V₃) należy uśrednić i przeliczyć na dm³.

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

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

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

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

Obliczyć zawartość K₂Cr₂O₇ [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/dm³),

M - masa molowa K₂Cr₂O₇ (g/mol),

V – objętość zużytego titranta (dm³),

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_{sr})

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

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

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 $x_{\text{sr}} - S_{\text{sr}}$ i $x_{\text{sr}} + S_{\text{sr}}$. Jest to dodatni pierwiastek kwadratowy z wariancji - sumy kwadratów różnic pomiędzy uzyskanymi wynikami a wartością średniej arytmetycznej.

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

4. Względne odchylenie standardowe (S_r)

Jest to stosunek odchylenia standardowego do średniej arytmetycznej:

$$S_r = \frac{S}{x_{\text{sr}}}$$

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