

# Pracownia analizy klasycznej

Imię i nazwisko..... Nr dziennika.....

## I. Wyznaczenie wybranych parametrów procesu walidacyjnego

(na przykładzie analizy nadtlenu wodoru – analiza nr 4)

### 1. Precyzja analizy

Jest ona obliczana na podstawie rzeczywistej wartości zmiennej - objętości titranta, zużywanego w poszczególnych miareczkowaniach. Jej miarą jest odchylenie standardowe  $\sigma$ , określane na podstawie parametru  $s$ , wyliczanego ze wzoru:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$
, gdzie  $x_i$  – wynik pojedynczego miareczkowania,  $n$  – liczba miareczkowań,  $\bar{x}$  – średnia ze wszystkich miareczkowań; funkcja w programie Excel: „odch.standard.próbki” lub funkcja w niektórych modelach kalkulatorów „ $\sigma_{n-1}$ ”

Precyzję można określić także niezależnie od jednostek pomiaru (w tym wypadku ml) i przedstawić ją w procentach, za pomocą współczynnika zmienności CV% (lub oznaczanego RSD%), wyliczanego ze wzoru:

$$CV\% = \frac{s}{\bar{x}} \cdot 100\%$$

Na pracowni oczekiwana jest precyzja opisywana CV% nie przekraczająca 1%.

**Wyniki miareczkowania H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>:** V<sub>1</sub>=..... V<sub>2</sub>=..... V<sub>3</sub>=..... V<sub>sr</sub>=.....

**Wyliczone wartości:** s=..... ; CV%=.....

### 2. Dokładność analizy

Jest to bardzo ważny parametr walidacji metody. Dokładność należy podać w postaci wartości względnej, odnosząc otrzymany wynik analizy do wartości referencyjnej (podanej przez asystenta).

Po podaniu przez asystenta prawidłowego wyniku analizy miareczkowej, obliczamy:

- błąd bezwzględny  $\Delta x = X - x_0$ , gdzie  $X$  – wartość otrzymana  $x_0$  - wartość rzeczywista
- błąd względny w procentach  $\delta x = \frac{100|\Delta x|}{|x_0|}$

Oczekiwana dokładność opisywana  $\delta x$  dla analizy nadtlenu wodoru nie może przekraczać 2%.

**Wynik analizy:**..... **Wynik podany przez asystenta:**.....

**Wyliczone wartości:**  $\Delta x$ =..... ;  $\delta x$ =.....

## II. Pomiar twardości wody

Pełna analiza wody obejmuje min. badania jakościowe (barwa, zapach, smak, przezroczystość) oraz ilościowe (pH, twardość węglanowa i ogólna, utlenialność, zawartość kationów i anionów).

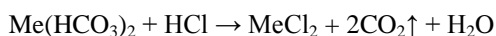
Twardość wody jest wynikiem rozpuszczonych w niej soli wapnia, magnezu oraz innych metali. Składają się one na tzw. twardość całkowitą (lub ogólną). Wapń i magnez występujące w wodzie w postaci wodorowęglanów tworzą tzw. twardość węglanową, która stanowi część twardości całkowitej. Twardość niewęglanową tworzą chlorki, siarczany oraz azotany wapnia i magnezu.

Twardość węglanowa określana jest także twardością przemijającą, ponieważ w wyższej temperaturze (gotowanie) następuje rozkład wodorowęglanów i strącanie osadów trudno rozpuszczalnych węglanów. Tym samym twardość wody ulega zmniejszeniu:



Zmniejszenie twardości nie węglanowej może polegać na chemicznym „zmiękczeniu” czyli strącaniu wapnia w postaci węglanu lub fosforanu, a magnezu w postaci wodorotlenku lub fosforanu. Skuteczną metodą usuwania twardości wody jest dejonizacja na wymienniczkach jonowych (kationicie i anionicie). Twardość wody można także usunąć przeprowadzając wapń i magnez w rozpuszczalne, trwałe kompleksy (np. z EDTA).

Twardość węglanową oznacza się najczęściej metodą miareczkowania alkacymetrycznego wobec oranżu metylowego. Objętość HCl potrzebna do zmiany zabarwienia z pomarańczowej na żółtą odpowiada zawartości jonów wodorowęglanowych:



Twardość całkowitą wody oznacza się przy pomocy miareczkowania kompleksometrycznego roztworem EDTA wobec czerni eriochromowej T jako wskaźnika. Wynikiem miareczkowania jest całkowita zawartość jonów wapniowych i magnezowych. W celu uzyskania wyraźnego punktu końcowego przed miareczkowaniem należy usunąć z roztworu węglany przez zagotowanie próbki.

Wyliczoną twardość wody wyrażać można w różnych skalach. Niektóre z nich to:

- stopnie niemieckie (°n lub °d lub °dH lub dGH) gdzie 1 °n = 10,00 mg CaO w 1 litrze wody
- stopnie francuskie (°f lub °fH) gdzie 1 °f = 10,00 mg CaCO<sub>3</sub> w 1 litrze wody
- milivale na litr (mval/l) gdzie 1 mval = 1 miligramorównoważnik (0,5 mmol) jonów Ca<sup>2+</sup> oraz 1 mval = 50 mg CaCO<sub>3</sub> w 1 litrze wody.
- ppm CaCO<sub>3</sub> (USA) gdzie 1 ppm określa 1 cząsteczkę CaCO<sub>3</sub> na 1·10<sup>6</sup> cząsteczek roztworu
- mmol gdzie 1 mmol określa 1 mmol/l jonów Ca<sup>2+</sup>

### Zadanie obliczeniowe:

W celu wyznaczenia twardości wody do użytku farmaceutycznego, oznaczono całkowitą zawartość jonów Ca<sup>2+</sup> i Mg<sup>2+</sup>. Zastosowano miareczkowanie kompleksometryczne z użyciem 0,0200 M roztworu EDTA wobec czerni eriochromowej T.

Miareczkowano próbkę 100,0ml wody, doprowadzoną roztworem buforowym do pH=10. W miareczkowaniu zużyto średnio .....ml r-ru EDTA. Wylicz twardość wody a wynik podaj w °dH oraz mmol (m.cz.CaO = 56,1 g/mol).

**Wynik analizy:.....**