

Odměrná analýza (volumetrie)

Metoda kvantitativní chemické analýzy založená na měření objemu odměrného roztoku potřebného k úplnému proběhnutí reakce.

Základní pojmy

- Odměrný roztok
- Titrace
- Titrační činidlo
- Standard – primární, sekundární
- Bod ekvivalence
- Konec titrace
- Indikátor
- Instrumentální indikace

Odměrné nádoby

- Pipeta – dělená, nedělená, mikropipeta
- Byreta – s kohoutem, bez kohoutu, automatická...
- Odměrná baňka
- ~~➤ Odměrný válec~~
- ~~➤ Odměrná kádinka~~
- ~~➤ Titrační baňka~~
- ~~➤ Titrační válec~~

Vlastnosti primárních standardů

- Přesně definované chemické složení
- Čistota minimálně 99,99 % (stupeň čistoty p. a.)
- Stálost při skladování
- Kvantitativní a jednoznačná chemická reakce s analytem
- Vyšší molární hmotnost je výhodou

Příklady: ~~NaOH, HCl, AgNO₃, KMnO₄, Na₂S₂O₃, KBrO₃, KIO₃, K₂Cr₂O₇, H₂C₂O₄·2H₂O, Na₂B₄O₇·10H₂O, NaCl, MgSO₄·7H₂O, Pb(NO₃)₂, (NH₄)₂Fe(SO₄)₂·6H₂O, KHCO₃, Na₂C₂O₄, HgO, ...~~

Příprava odměrného roztoku

- a) Z primárního standardu - výpočet navážky -> navážení na analytických vahách -> výpočet skutečné koncentrace z navážky
- b) Ze sekundárního standardu – výpočet navážky -> přibližné navážení -> stanovení skutečné koncentrace pomocí primárního standardu (standardizace)

Standardizace odměrného roztoku

- a) Na navážku – navážka primárního standardu -> titrační baňka -> titrace odměrným roztokem sekundárního standardu -> výpočet koncentrace sekundárního standardu
- b) Na roztok – navážka primárního standardu -> odměrná baňka -> výpočet koncentrace primárního standardu -> odpipetování alikvotního podílu odměrného roztoku primárního standardu -> titrační baňka -> titrace odměrným roztokem sekundárního standardu -> výpočet koncentrace sekundárního standardu

Proč potřebujeme dvě různé metody standardizace?

Analýza vzorku

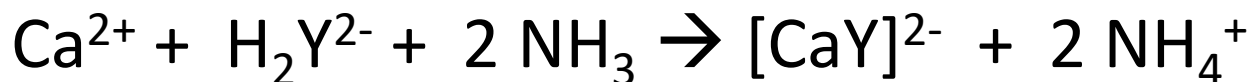
- Přímá titrace – analyt reaguje přímo se standardem
- Nepřímá titrace – analyt reaguje s nadbytkem nějakého činidla a vzniklý produkt pak reaguje se standardem
- Zpětná titrace (retitrace) – analyt reaguje s nadbytkem nějakého činidla a nadbytečné nespotřebované činidlo pak reaguje se standardem
 - bez slepého pokusu – činidlo je standardem
 - se slepým pokusem – činidlo není standardem, kompenzace ztrát apod.

Příklad – stanovení CaCO_3

➤ Přímá titrace



➤ Nepřímá titrace



➤ Zpětná titrace



Výpočty v odměrné analýze

Vychází se vždy ze stechiometrie chemické reakce.

Obecně



$$\frac{n_A}{a} = \frac{n_B}{b}$$

Příklad



$$\frac{n_{\text{H}_2\text{SO}_4}}{1} = \frac{n_{\text{NaOH}}}{2}$$

Standardizace na navážku



$$\frac{n_A}{a} = \frac{n_B}{b}$$

A – primární standard – navažuje se

$$n_A = \frac{m_A}{M_A}$$

B – sekundární standard – ji jím titrováno

$$n_B = c_B \times V_B$$

Výpočet navážky primárního standardu

$$m_A = \frac{a}{b} \times M_A \times c_B \times V_B$$

Výpočet koncentrace sekundárního standardu

$$c_B = \frac{b}{a} \times \frac{m_A}{M_A \times V_B}$$

Standardizace na roztok



$$\frac{n_A}{a} = \frac{n_B}{b}$$

A – primární standard – pipetuje se roztok

$$n_A = c_A \times V_A$$

B – sekundární standard – ji jím titrováno

$$n_B = c_B \times V_B$$

Výpočet navážky primárního standardu

$$m_A = M_A \times c_A \times V$$

Výpočet koncentrace primárního standardu

$$c_A = \frac{m_A}{M_A \times V}$$

Výpočet koncentrace sekundárního standardu

$$c_B = \frac{b}{a} \times \frac{c_A \times V_A}{V_B}$$

Přímá titrace



$$\frac{n_A}{a} = \frac{n_B}{b}$$

A – analyt – jeho obsah stanovujeme

$$n_A = \frac{m_A}{M_A}$$

B – standard (primární nebo sekundární) – ji jím titrováno

$$n_B = c_B \times V_B$$

Hmotnost analytu v analyzovaném množství vzorku

$$m_A = \frac{a}{b} \times M_A \times c_B \times V_B$$

Pokud se analyzoval alikvotní podíl vzorku

$$m_A = \frac{a}{b} \times M_A \times c_B \times V_B \times f_A$$

Pokud šlo o pevný vzorek

$$w_A = \frac{a}{b} \times M_A \times c_B \times V_B \times \frac{100 \%}{m_{vz}}$$

Nepřímá titrace



$$\frac{n_A}{a} = \frac{n_C}{c}$$

$$\frac{n_C}{z} = \frac{n_E}{e}$$

A – analyt – jeho obsah stanovujeme

$$n_A = \frac{m_A}{M_A}$$

E – standard (primární nebo sekundární) – ji jím titrováno

$$n_E = c_E \times V_E$$

B – činidlo přidané v nadbytku

C – produkt, který titrujeme

Hmotnost analytu v analyzovaném množství vzorku

$$m_A = \frac{a}{c} \times \frac{z}{e} \times M_A \times c_E \times V_E$$

Zpětná titrace bez slepého pokusu



$$\frac{n_A}{a} = \frac{n'_B}{b} \quad \frac{n''_B}{z} = \frac{n_E}{e} \quad n_B = n'_B + n''_B$$

A – analyt – jeho obsah stanovujeme

$$n_A = \frac{m_A}{M_A}$$

E – standard (primární nebo sekundární) – ji jím titrováno

$$n_E = c_E \times V_E$$

B – činidlo přidané v nadbytku, nadbytek titrujeme, jeho celkové množství známe

$$n_B = c_B \times V_B$$

Hmotnost analytu v analyzovaném množství vzorku

$$m_A = \frac{a}{b} \times M_A \times (c_B \times V_B - \frac{z}{e} \times c_E \times V_E)$$

Zpětná titrace se slepým pokusem



$$\frac{n_A}{a} = \frac{n'_B}{b} \quad \frac{n''_B}{z} = \frac{n_E}{e} \quad n_B = n'_B + n''_B$$

A – analyt – jeho obsah stanovujeme

$$n_A = \frac{m_A}{M_A}$$

E – standard (primární nebo sekundární) – ji jím titrováno

$$n_E = c_E \times V_E$$

B – činidlo přidané v nadbytku, nadbytek titrujeme, jeho celkové množství zjistíme slepým pokusem

$$\frac{n_B}{z} = \frac{n_E^0}{e} \quad n_E^0 = c_E \times V_E^0$$

Hmotnost analytu v analyzovaném množství vzorku

$$m_A = \frac{a}{b} \times \frac{z}{e} \times M_A \times c_E \times (V_E^0 - V_E)$$