

# GRAVIMETRIJSKA ANALIZA

## Zahteve

- kvantitativno obarjanje
- homogena oborina
- znana stehiometrijska sestava oborine
- kristalinična oborina
- oborino možno sušiti ali žariti
- velika molska masa oborine

## Parametri obarjanja in filtriranja

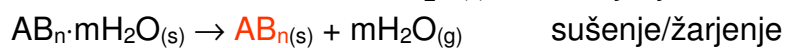
- razredčena raztopina analita
- ustrezen medij (pH, elektrolit...)
- segrevanje
- presežek obarjalnega reagenta
- intenzivno mešanje
- homogeno obarjanje
- posedanje oborine
- filtriranje: najprej supernatant, nato oborina
- spiranje oborine

## Napake

- nepopolno obarjanje
- onečiščenje oborine: adsorpcija, mešani kristali, okluzija, mehansko ujetje
- predrobni delci oborine (koloid)
- peptizacija ali raztapljanje oborine na filtru
- neprimerna temperatura sušenja ali žarjenja

## Koliko vzorca potrebujemo?

- približen masni delež analita v vzorcu  $w_a$
- urejeni reakciji obarjanja in sušenja/žarjenja, iz katerih izračunamo gravimetrični faktor



- masa oborine  $m_{ob}$  vsaj 200 mg
- alikvotno razmerje

## TITRIMETRIJSKA ANALIZA

## Zahteve

- reakcija poteče kvantitativno
- znano in stalno stehiometrično razmerje
- hitra reakcija
- končna točka je nedvoumno določljiva in čimbolj sovpada z ekvivalentno točko
- reagent (titrant) ima natančno določljivo koncentracijo, čimbolj stabilen

## Delitev titracij

Glede na naravo reakcije:

- nevtralizacijske
- obarjalne
- kompleksometrične
- redukcijsko-oksidacijske (redoks)

## Delitev titracij

Glede na titracijski postopek:

- neposredne
- povratne
- substitucijske
- indirektne

Glede na način merjenja porabe reagenta:

- volumetrijske
- gravimetrijske

## Določitev končne točke

- razlika med končno in ekvivalentno točko?
- barvni indikatorji
- inštrumentalna indikacija:
  - potenciometrično
  - amperometrično
  - konduktometrično
  - kolorimetrično

## Titracijska krivulja

- odvisnost koncentracije analita oz. z njo povezane veličine (pH,  $E$  ipd.) od volumna dodanega reagenta
- grafična ponazoritev poteka titracije
- izberemo ustrezní indikator, zlasti pri nevtralizacijskih titracijah

## Nevtralizacijske titracije

- analiti: kislinske ali bazične lastnosti
- reagenti: raztopine močnih kislin ali baz
- kislinsko-bazni indikatorji: organske kisline ali baze, protolizirana in neprotolizirana oblika različno obarvani

$$\text{pH} = \text{p}K_a \pm 1$$

- primer izrisa titracijske krivulje

## Kompleksometrične titracije

- analiti: kovinski kationi (razen I. skupine), nekateri anioni
- reagenti: etilendiaminotetraocetna kislina EDTA (Komplekson, Titriplex...)
- barvni indikatorji: organske spojine, ki kompleksirajo katione (šibkejši kompleks kot z EDTA), prosta in vezana oblika različno obarvani

## Obarjalne titracije

- malo ustreznih reakcij
- analiti: kationi in anioni, ki tvorijo težko topne oborine
- reagenti:  $\text{AgNO}_3$ ,  $\text{SCN}^-$
- barvni indikatorji: tvorijo obarvane oborine ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ) ali komplekse ( $\text{Fe}^{3+}$ ); adsorpcijski indikatorji

## Redoks titracije

- analiti: se lahko reducirajo ali oksidirajo
- reagenti: oksidanti ( $\text{KMnO}_4$ ,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ,  $\text{I}_2$ ,  $\text{KBrO}_3$ ,  $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ ); reducenti ( $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{I}^-$ )
- barvni indikatorji:
  - sam reagent:  $\text{KMnO}_4$
  - pravi redoks indikatorji: ferroin...
  - specifični indikatorji: škrobovica...

## Standardizacija reagentov

- določitev točne koncentracije ali titra reagenta preko titracije primarnega standarda
- primarni standardi: konstantna sestava, ustrezna čistost, velika molska masa, s časom ne spreminja sestave