

## Inštruktážna prednáška k úlohám CHO z analytickej chémie – kategória B (odmerná analýza, technika titrácie, oxidačno-redukčné reakcie, jodometria)

Analytická chémie je vedný odbor, ktorého náplňou je zisťovanie zloženia látok a spôsob, ktorým to uskutočňuje sa nazýva chemická analýza. Analytická chémie sa teda venuje metódam štúdia zloženia látok, ktoré môžu byť založené na uskutočňovaní chemických reakcií, alebo na meraní fyzikálnych alebo fyzikálno-chemických parametrov látok. V prípade analýzy skúmaných látok prostredníctvom merania fyzikálnych resp. fyzikálno-chemických vlastností látok je nevyhnutné používať prístroje, a preto tieto metódy nazývame aj prístrojovými alebo inštrumentálnymi analytickými metódami. Klasické metódy analytickej chémie umožňujú skúmať zloženie látok prostredníctvom vhodne zvolených chemických reakcií, ktoré vedú jednak k identifikácii jednotlivých zložiek tvoriacich skúmanú vzorku, jednak k stanoveniu množstva týchto zložiek vo vzorke. Metódy, ktoré vedú k identifikácii resp. dôkazu jednotlivých zložiek v skúmanej vzorke zaraďujeme medzi metódy kvalitatívnej analýzy. Metódy kvantitatívnej analýzy sa využívajú pri stanovení množstva jednotlivých zložiek resp. ich pomerného zastúpenia v skúmanej vzorke. Veľkú paletu metód kvantitatívnej analýzy predstavuje tzv. odmerná analýza, ktorá má široké uplatnenie v laboratórnej praxi pre svoju jednoduchosť, dostatočnú presnosť, rýchlosť a nenáročnosť z hľadiska prístrojového a materiálneho zabezpečenia.

### Odmerná analýza

Pod *odmernou analýzou* alebo aj titráciou rozumieme také stanovenie látok, ktoré je založené na zistení objemu skúmadla potrebného na úplné zreagovanie stanovovanej zložky v analyzovanom roztoku. Pri titrácii meriame objem skúmadla s presne známou koncentráciou, ktorý je potrebný na to, aby práve kvantitatívne prebehla reakcia medzi stanovovanou zložkou v navážke vzorky a skúmadlom (titračným činidlom), t.j. aby sa dosiahol *bod ekvivalencie*. Stav, pri ktorom je pridané látkové množstvo činidla chemicky ekvivalentné látkovému množstvu prítomnej stanovovanej zložky, sa označuje ako **bod ekvivalencie** (tiež stechiometrický bod, alebo teoretický koncový bod titrácie). Dosiahnutie bodu ekvivalencie sa pri titrácii najčastejšie stanovuje vizuálne pomocou tzv. indikátorov, ktoré reakciu práve stechiometricky prebehnutú v roztoku indikujú svojou zmenou sfarbenia, prípadne vznikom zákalu resp. zrazeniny. Bod ekvivalencie sa však dá určiť aj iným spôsobom, meraním vhodnej fyzikálnej veličiny. Napr. pri potenciometrických titráciach sa bod ekvivalencie určuje meraním potenciálu roztoku, pri konduktometrickej titrácii meraním vodivosti roztoku, pri fotometrickej titrácii meraním absorbancie a pod. Z objemu zisteného pri titrácii, známej koncentrácie odmerného roztoku a stechiometrie reakcie, môžeme na záver vypočítať množstvo, alebo koncentráciu stanovovanej zložky.

Reakcia prebiehajúca pri odmernej analýze musí zodpovedať určitým požiadavkám:

- musí byť dostatočne rýchla,
- musí prebiehať kvantitatívne a zároveň musí byť jedinou reakciou, ktorá prebieha v roztoku, ostatné látky prítomné v skúmanej vzorke nesmú s daným činidlom reagovať,
- musí existovať vhodný spôsob, ktorým stanovíme, že chemická reakcia ktorú sme použili práve prebehla, že celá stanovovaná zložka zreagovala a že je potrebné ukončiť ďalšie pridávanie titračného činidla (odmerného roztoku).

## Odmerné roztoky

Na výpočet výsledku odmerného stanovenia (titrácie) je potrebné poznať presnú koncentráciu použitého odmerného roztoku (titračného činidla). Zloženie odmerného roztoku sa časom môže meniť. Dlhším stáťím roztoku môže dôjsť k jeho rozkladu, môže pohlcovať plyny z ovzdušia, môže sa odparovať a pod. V takomto prípade sa koncentrácia titračného činidla mení a je potrebné skontrolovať a overiť jej hodnotu v procese tzv. **štandardizácie**. Titračné činidlá sa preto **štandardizujú** na vhodné základné látky, alebo roztoky z nich pripravené tzv. **štandardné roztoky**, ktoré majú presne známu a časom sa nemeniacu koncentráciu.

**Základnou látkou** sa rozumie látka, ktorú možno použiť na stanovenie presnej koncentrácie odmerných roztokov (titračných činidiel). Musí spĺňať nasledovné požiadavky:

- *definované zloženie*, množstvo nečistôt nesmie byť väčšie ako 0,1%,
- *stálosť na vzduchu*, nesmie sa samovoľne oxidovať vzdušným kyslíkom, ani reagovať so zložkami vzduchu,
- *dobrá rozpustnosť vo vode*,
- *rýchla, stechiometricky úplná reakcia s odmerným činidlom*, bez vedľajších reakcií,
- *ľahké určenie bodu ekvivalencie*,
- *neškodnosť z hľadiska bezpečnosti pri práci*,
- *väčšia molekulová hmotnosť*, táto požiadavka súvisí so znížením chýb pri navažovaní.

## Technika prípravy odmerných roztokov

Vypočítané a presne navážené množstvo chemickej látky kvantitatívne preniesieme do kadičky a rozpustíme v malom objeme destilovanej vody. Obsah kadičky opäť kvantitatívne preniesieme do odmernej banky s požadovaným objemom a doplníme destilovanou vodou po značku. Pred doplnením odmernej banky rozpúšťadlom musí byť látka úplne rozpustená. Banku uzavrieme a niekoľkokrát prevrátíme hore dnom, aby sme roztok dokonale premiešali.

## Postup pri titrácii

Zariadenie na odmernú analýzu pozostáva z odmerného skla (odmerné banky, pipety, byrety) a titračných nádobiek, ktorými sú najčastejšie širokohrdlé titračné banky, kužeľové banky, prípadne kadičky.

Byreta musí byť upevnená na stojane vo zvislej polohe, čo zaručuje presné odčítanie spotreby titračného činidla. Pred naplnením byrety skontrolujeme tesnosť vypúšťacieho kohútika. Pri plnení byrety roztokom je vhodné podložiť výtok byrety kadičkou, aby sa zabránilo prípadnému rozliatiu nalievaného roztoku. Okrem toho, prvá náplň byrety slúži na jej prepláchnutie a tým odstránenie prípadných nečistôt, preto ju vypustíme do pripravenej kadičky. Byretu opäť naplníme roztokom asi 1 cm nad nulovú hodnotu na stupnici a opatrným otvorením kohútika upravíme výšku hladiny roztoku na nulovú hodnotu stupnice byrety. Pri titrácii bezfarebným roztokom upravujeme nulovú hodnotu stupnice na dolný meniskus hladiny roztoku, pri použití farebných roztokov sa upravuje nulová hodnota stupnice na horný meniskus hladiny roztoku. Koniec byrety musí zasahovať až do titračnej banky, aby nedochádzalo k rozstrekovaniu pridávaného roztoku mimo vzorku. Pri manuálnej titrácii sa titračnou bankou počas pridávania odmerného roztoku z byrety za stáleho miešania ručne krúživo pohybuje, aby sa činidlo s titrovaným roztokom dobre premiešali. Odmerný roztok sa

pridáva najskôr v prúde a potom po kvapkách (ktoré v prípade potreby môžeme ešte čistou tyčinkou deliť). Pri posledných kvapkách treba vždy počkať na ustálenie chemickej rovnováhy, aby sme zachytili čo najpresnejšiu spotrebu odmerného roztoku, ktorá práve vyvolala trvalú zmenu farby indikátora. Na miešanie roztoku sa môžu využiť aj magnetické miešačky.

Pri vizuálnej titrácii sa farebné zmeny najlepšie pozorujú proti filtračnému papieru. Zákaly sa dobre identifikujú proti čiernemu lesklému papieru.

Výsledok titrácie (odmerného stanovenia) sa vyjadří buď ako látkové množstvo stanovovanej zložky  $n$ , hmotnosť stanovovanej zložky  $m$ , alebo ako pomerné zastúpenie stanovovanej zložky v %.

K samotnému výpočtu výsledku titrácie je potrebné poznať stechiometrickú rovnicu stanovenia, objem odmerného činidla so známou koncentráciou prípadne hmotnosť naváženej vzorky, ak sa má výsledok vyjadriť pomerným zastúpením.

### Výpočet výsledku odmerného stanovenia

Pri stanovení obsahu hľadanej zložky metódou odmernej analýzy meriame objem štandardného roztoku a pri výpočte látkového množstva použijeme stechiometrické koeficienty príslušnej chemickej rovnice. Ide o tzv. priame odmerné stanovenie (priamu titráciu).

Ak pri reakcii  $aA + bB = cC + dD$  stanovujeme obsah látky A titráciou odmerným roztokom B, pomer látkových množstiev vyjadříme:

$$\frac{n(A)}{n(B)} = \frac{a}{b}$$

Tento pomer sa nazýva titračný (prepočítavací) faktor  $f_t$ . Látkové množstvo odmerného roztoku B vypočítame z jeho koncentrácie  $c(B)$  a odmeraného objemu  $V(B)$ . Potom môžeme vypočítať látkové množstvo aj hmotnosť hľadanej zložky:

$$n(A) = \frac{a}{b} n(B) = \frac{a}{b} c(B) V(B)$$

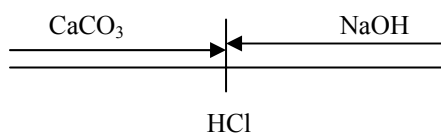
$$m(A) = n(A) M(A)$$

Pri spätnom odmernom stanovení (spätnej titrácii) pridávame ku vzorke známy prebytok štandardného roztoku a po ukončení reakcie so stanovovanou zložkou vzorky stanovíme nezreagovanú časť odmerného roztoku pomocou iného odmerného roztoku.

Obsah hľadanej zložky vypočítame z rozdielu látkových množstiev odmerného roztoku pridaného v prebytku a jeho nezreagovaného podielu.

#### Príklad výpočtu spätnej titrácie:

Návažok 0,3163 g vzorky vápenca ( $\text{CaCO}_3$ ) bol rozpustený v 50 ml odmerného roztoku  $\text{HCl}$  ( $c=0,1713 \text{ mol.l}^{-1}$ ). Po rozpustení bola prebytočná kyselina titrovaná odmerným roztokom  $\text{NaOH}$  ( $c=0,1662 \text{ mol.l}^{-1}$ ), ktorého spotreba bola 23,1 ml. Koľko g  $\text{CaCO}_3$  obsahovala vzorka vápenca.  $M_{\text{CaCO}_3} = 100,09 \text{ g.mol}^{-1}$



1. reakcia:  $\text{CaCO}_3 + \text{HCl} \rightarrow \text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{CO}_3$        $n_{\text{CaCO}_3} : n_{\text{HCl}} = 1 : 2$     potom  $n_{\text{HCl}}^1 = 2 \cdot n_{\text{CaCO}_3}$   
 2. reakcia:  $\text{HCl} + \text{NaOH} \rightarrow \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$        $n_{\text{HCl}} : n_{\text{NaOH}} = 1 : 1$     potom  $n_{\text{HCl}}^2 = n_{\text{NaOH}}$

Zo schémy vyplýva, že celkové látkové množstvo kyseliny bude dané súčtom látkového množstva kyseliny spotrebovaného pri prvej reakcii a látkového množstva kyseliny spotrebovanej pri druhej reakcii t.j.

$$n_{\text{HCl}}^{\text{celk}} = n_{\text{HCl}}^1 + n_{\text{HCl}}^2$$

$$n_{\text{HCl}}^{\text{celk}} = 2 \cdot n_{\text{CaCO}_3} + n_{\text{NaOH}}$$

$$n_{\text{CaCO}_3} = \frac{n_{\text{HCl}}^{\text{celk}} - n_{\text{NaOH}}}{2}$$

Látkové množstvo  $n$  vypočítame štandardne ako  $n = V \cdot c$  alebo  $n = m/M$ .

V tomto prípade po dosadení

$$n_{\text{CaCO}_3} = \frac{V_{\text{HCl}} \cdot c_{\text{HCl}} - V_{\text{NaOH}} \cdot c_{\text{NaOH}}}{2} = \frac{50,0,1713 - 23,1,0,1662}{2} = 2,3629 \text{ mmol}$$

$$m_{\text{CaCO}_3} = n_{\text{CaCO}_3} \cdot M_{\text{CaCO}_3} = 0,0023629 \cdot 100,09 = 0,2365 \text{ g}$$

Vzorka vápenca obsahuje 0,2365 g  $\text{CaCO}_3$ .

### Poznámka:

Koncentrácia látky  $c(B)$  (v staršej literatúre označovaná ako mólová koncentrácia), vyjadruje látkové množstvo  $n(B)$  rozpustené v jednotkovom objeme roztoku  $V(B)$ . Nazýva sa aj koncentráciou látkového množstva a jej jednotkou je  $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$  (prípadne  $\text{mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ). V minulosti sa táto jednotka označovala symbolom  $M$  (mólová koncentrácia – molarita). Preto v starších učebniciach môžete nájsť zápis napr. 0,5M NaOH, čo znamená roztok NaOH s koncentráciou  $c = 0,5 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$  ( $\text{mol} \cdot \text{l}^{-1}$ ).

## Metódy odmernej analýzy

Delíme ich podľa povahy chemických reakcií, na ktorých sú založené na:

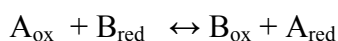
- *Acidobázické (neutralizačné) titrácie* - sú založené na protolytických reakciách medzi odmerným roztokom a skúmanou vzorkou. Ak je odmerným roztokom kyselina – hovoríme o *acidimetrii*, pretože sa pri titrácii odmeriava kyslý roztok. Ak odmerný roztok je zásada – hovoríme o *alkalimerii*, pretože odmeriavame zásaditý roztok. Kyseliny sa teda stanovujú alkalimetricky (pomocou odmerných roztokov zásad) a zásady sa stanovujú acidimetricky (pomocou roztokov kyselín).
- *Komplexotvorné titrácie* - sú založené na komplexotvorných reakciách, pri ktorých vznikajú charakteristické komplexy. Špeciálnym prípadom komplexometrie je *chelatometria*, pri ktorej vzniká tzv. chelát, t.j. komplex s cyklickými útvarmi.
- *Zrážacie titrácie* - sú založené na reakciách zrážacích, poskytujú málo rozpustné látky – zrazeniny. Napr. *argentometria*, pri ktorej sa ako odmerný roztok používa roztok soli striebra (dusičnan, chlorid).
- *Oxidačno-redukčné titrácie* - sú založené na výmene elektrónov medzi odmerným roztokom a stanovovanou látkou, pričom sa mení oxidačný stupeň látok. Ak odmerný roztok má oxidačné účinky hovoríme o *oxidimetrii*, ak redukuje stanovovanú látku hovoríme o *reduktometrii*. Niekedy nazývame tieto metódy aj podľa použitého odmerného roztoku napr. *manganometria* – na titráciu sa používa oxidačné činidlo roztok manganistanu, *titanometria* – na titráciu sa používa redukčné činidlo roztok titanitej soli, *bromátometria*, *cerimetria*, *jodometria* a pod.

Pre svoju rýchlosť, prístrojovú a finančnú nenáročnosť, pre ľahkú realizovateľnosť ale aj vyhovujúcu správnosť a presnosť, sú titračné metódy odmernej analýzy dodnes najrozšírenejšími metódami „mokrej analýzy“ – analýzy roztokov hlavne anorganických látok. Sú to bežné metódy prevádzkovej praxe a výstupnej kontroly v mnohých výrobných odvetviach.

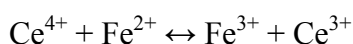
## Oxidačno-redukčné (redoxné) reakcie

Pojmom oxidácia sa pôvodne označovalo zlučovanie látok s kyslíkom a redukcia označovala dej opačný, t.j. odoberanie kyslíka. Dnes sa redoxné reakcie chápu v spojení s výmenou elektrónov medzi oxidovadlom, ktoré elektróny prijíma za súčasného zníženia oxidačného stupňa atómu a redukovadlom, ktoré elektróny odovzdáva, pričom sa zvyšuje oxidačný stupeň atómu. *Oxidáciou* sa teda rozumie strata elektrónov alebo zvyšovanie kladného oxidačného stupňa, *redukcia* je spojená s prijímaním elektrónov za súčasného znižovania oxidačného stupňa. Oba procesy prebiehajú súčasne a sú navzájom viazané, pretože elektróny nemôžu existovať samostatne ale v sústave musí byť prítomná zložka, ktorá ich viaže.

Oxidačno-redukčnú reakciu vo všeobecnom tvare:



alebo konkrétne



pri ktorej sa oxidovadlo (ceričitá soľ) redukuje a redukovadlo (železnatá soľ) oxiduje, môžeme písať v podobe čiastkových reakcií redukcie ceričitej soli



a oxidácie železnatej soli



Žiadna čiastková reakcia nemôže prebiehať samostatne, keďže nemôže samostatne existovať v roztoku elektrón, teda každá oxidácia je zviazaná súčasne s redukciami. Látky  $A_{\text{ox}}$ ,  $A_{\text{red}}$  resp.  $B_{\text{ox}}$ ,  $B_{\text{red}}$  sú oxidačno-redukčné páry. Pojmy oxidovadlo a redukovadlo sú relatívne, lebo pokým v reakcii

$\text{Sn}^{4+} + 2e^{-} = \text{Sn}^{2+}$  je cínatá soľ redukovadlom,

v reakcii

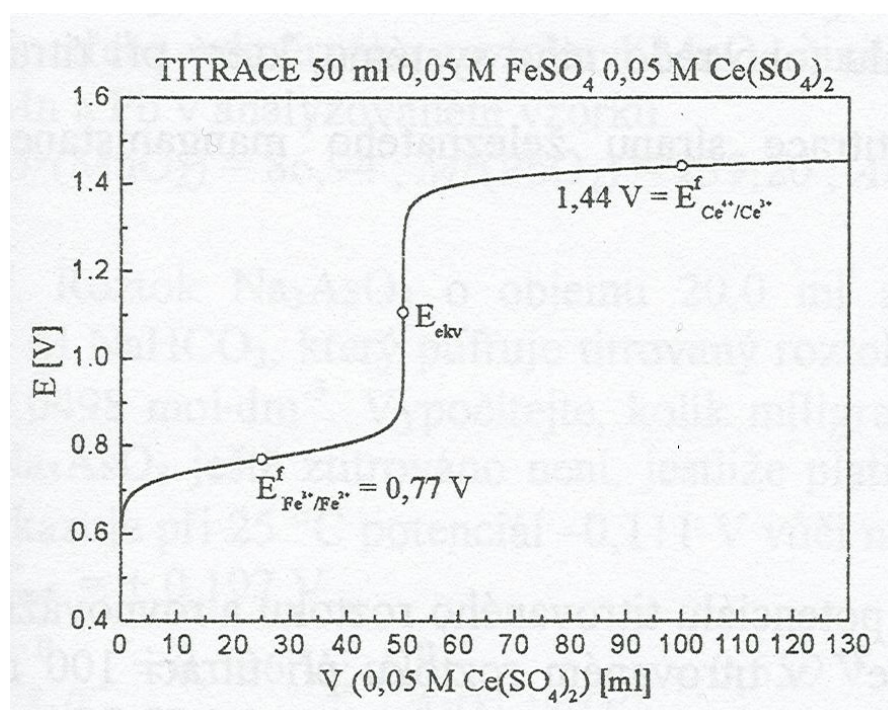
$\text{Sn}^{2+} + 2e^{-} = \text{Sn}$  je cínatá soľ oxidovadlom.

## Oxidačno – redukčný (redoxný) potenciál

Meradlom schopnosti látok viazať alebo odštepovať elektróny, t.j. meradlom sily oxidovadla resp. redukovadla je oxidačno – redukčný potenciál. Ponorením elektródy z indiferentného kovu (najčastejšie Pt) do roztoku solí vznikne medzi roztokom a kovom elektrické napätie, elektróda sa nabije na istý potenciál elektrónmi odštiepenými z látky v nižšom oxidačnom stupni. Tento potenciál je tým zápornejší, čím väčšia je schopnosť látky v nižšom oxidačnom stupni odštepovať elektróny.

## Titračná krivka redoxnej titrácie

Titračná krivka redoxnej titrácie znázorňuje závislosť redoxného potenciálu od objemu pridaného titračného činidla.



## Indikácia koncového bodu oxidačno-redukčných titrácií

Bod ekvivalencie redoxných titrácií môžeme indikovať buď priamym meraním potenciálu titrovaného roztoku (napr. platínovou elektródou), alebo pomocou oxidačno-redukčných indikátorov. Sú to poväčšine organické látky, ktorých redukovaná forma má iné sfarbenie ako forma oxidovaná. Redoxné indikátory sú *vratné*, ak jedna forma prechádza ľahko na druhú a naopak, alebo *nevratné*, ak sa prechod uskutočňuje iba jedným smerom. Oxidačno-redukčný indikátor môže byť aj komplexná zlúčenina.

Začiatok farebnej zmeny postrehneme pri premene asi 10% jednej formy indikátora na druhú a koniec zmeny zaznamenáme, keď je asi 90% indikátora premeneného. Hodnoty týchto okrajových podmienok, zodpovedajú rozmedziu potenciálov, v ktorom sa uskutoční farebná zmena indikátora t.j. dostávame *funkčnú oblasť indikátora*.

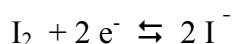
Indikátor treba zvoliť tak, aby potenciál danej titrácie ležal vo funkčnej oblasti indikátora.

Niektoré redoxné indikátory

Indikátor	Farba formy	
	redukovanej	oxidovanej
Feroin	červená	svetlomodrá
Eriogluacín	zelená	červená
Difenylamín	bezfarebná	fialová
Metylénová modrá	bezfarebná	modrá

## Jodometria

Jodometria je jednou z najpoužívanejších oxidačno-redukčných metód. Je založená na jednoduchej redukcii jódu na jodidový ión a naopak oxidovateľnosti jodidového iónu na jód:



Táto reakcia je vratná a záleží iba na charaktere látky, ktorá vstupuje do reakcie a reakčných podmienkach, či bude prebiehať zľava doprava alebo naopak. Jodometria je teda oxidimetrická aj reduktometrická metóda súčasne. Predstavuje preto dve skupiny odmerných stanovení:

- stanovenie redukujúcich látok, ktoré kvantitatívne redukujú jód na jodid,
- stanovenie oxidujúcich látok, ktoré sa kvantitatívne redukujú jodidovými iónmi pričom sa uvoľňuje ekvivalentné množstvo jódu.

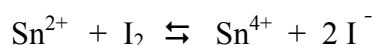
### *Stanovenie látok s redukčnými vlastnosťami*

V tejto skupine odmerných stanovení sa pri titrácii odmeriava objem odmerného roztoku jódu, ktorým sa stanovujú látky s redukčnými vlastnosťami. Jodometrické titrácie v tomto prípade môžeme rozdeliť podľa spôsobu uskutočnenia na

- priame titrácie,
- spätné titrácie.

#### *Priama titrácia*

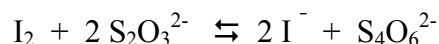
Pri priamej titrácii sa roztok redukujúcej látky (redukovadla) titruje priamo odmerným roztokom jódu napr.



#### *Spätná titrácia*

Do roztoku stanovovaného redukovadla sa pridá presne známy objem odmerného roztoku jódu v nadbytku a po prebehnutí reakcie sa nezreagovaný podiel jódu titruje odmerným

roztokom tiosíranu sodného so známou koncentráciou. Z rozdielu obsahu jódu v pôvodne pridanom odmernom roztoku a obsahu nezreagovaného jódu zistenom pri titrácii tiosíranom dostaneme množstvo jódu, ktoré zreagovalo so stanovovaným redukovačom.

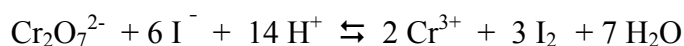


### ***Stanovenie látok s oxidačnými vlastnosťami***

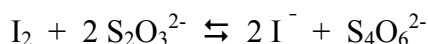
Látky s oxidačnými vlastnosťami (oxidovadlá) sa kvantitatívne redukujú jodidovými iónmi pričom sa uvoľňuje ekvivalentné množstvo jódu, ktoré sa stanoví odmerným roztokom tiosíranu sodného. Pri tejto titrácii teda odmeriavame objem odmerného roztoku tiosíranu sodného (prípadne arzenitanu trojsodného), ktorým stanovujeme jód vznikajúci oxidáciou jodidu v roztoku stanovovaného oxidovadla.

Príklad:

Pri stanovení dvojchrómanu draselného v kyslom prostredí prebieha reakcia



uvoľnený jód sa titruje odmerným roztokom tiosíranu

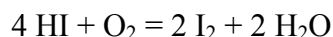


Z uvedených reakcií vyplýva, že 1 mól dvojchrómanu uvoľní 3 móly jódu a na 1 mól jódu sa spotrebujú 2 móly tiosíranu. Na 3 móly jódu t.j. na 1 mól dichrómanu sa spotrebuje 3x2 (6) mólov tiosíranu. Titračný faktor t.j. pomer látkových množstiev dvojchrómanu a tiosíranu je 1:6 ( $f_t = 1/6$ ). Výpočet sa robí bežným spôsobom, ako keby bol dvojchróman titrovaný priamo tiosíranom.

Jodometrické stanovenia sú výrazne ovplyvňované reakčnými podmienkami, hlavne koncentráciou vodíkových iónov t.j. pH prostredím. Pri vysokých hodnotách pH (>8) prebiehajú vedľajšie nežiaduce reakcie pri ktorých sa tvorí z jodidu jódnan až jodičnan,



naopak v silne kyslom prostredí dochádza k pozvoľnej vzdušnej oxidácii jodovodíka, v dôsledku čoho vylúčený jód sfarbuje jodidové roztoky dohneda.



Jodometrické titrácie sa preto musia uskutočňovať v mierne kyslom, neutrálnom alebo mierne zásaditom prostredí.

### ***Indikácia v jodometrii, jodometrické odmerné roztoky a základné látky***

Koniec titrácie možno v jodometrii indikovať vizuálne podľa žltého zafarbenia jódu, ktoré však nie je veľmi výrazné, preto sa pridáva do titrovaného roztoku špecifický indikátor



škrobový maz, ktorý sa jódom farbí intenzívne modro. V jodometrii sa používa aj potenciometrická indikácia bodu ekvivalencie.

V jodometrii sa zvyčajne používajú dva odmerné roztoky. Odmerný roztok jódu ( $I_2$ ) a odmerný roztok tiosíranu sodného najčastejšie s koncentráciou  $0,05 \text{ mol.dm}^{-3}$ .

Odmerný roztok jódu je možné pripraviť priamo, presným navážením resublimovaného jódu, pretože jód je základnou látkou. Avšak, vzhľadom na jeho malú stálosť (je prchavý) a zlú rozpustnosť vo vode ( $0,034\text{g}/100\text{g H}_2\text{O}$  pri  $25^\circ\text{C}$ ), sa zvyčajne pripravujú jeho roztoky rozpúšťaním vypočítanej návažky jódu v koncentrovanom roztoku jodidu draselného, pričom jód tvorí s jodidovým iónom trijodidový anión  $I_3^-$



Pripravený zásobný roztok jódu sa uchováva v tmavých fľašiach so zabrúsenou zátkou a uchováva podľa možnosti na tmavom mieste a v chlade.

Poznámka: Účinkom svetla vzniká v odmernom roztoku z jodidu jodovodík, ktorý sa vzdušným kyslíkom oxiduje na jód ( $2HI + O_2 = 2I_2 + 2H_2O$ ), ktorý sfarbuje odmerný roztok do hnedá.

Presnú koncentráciu takto pripraveného roztoku je potrebné občas prekontrolovať štandardizáciou na niektorú zo základných látok (oxid arzenitý) alebo pomocou štandardizovaných roztokov tiosíranu sodného a arzenitanu trisodného.

Odmerný roztok tiosíranu sodného sa pripravuje iba s približnou koncentráciou a presná koncentrácia sa stanovuje titráciou odmerným roztokom jódu, štandardizovaným roztokom manganistanu draselného alebo štandardizáciou na niektorú základnú látku (dvojchroman draselný, bromičnan draselný, jodičnan draselný).

Titráciou jódom sa stanovujú zlúčeniny arzenité, antimonité, cínaté, ortuťnaté, siričitany, tiosírany, sulfidy, formaldehyd a pod.

Titráciou tiosíranom sa stanovuje jód a látky, ktoré uvoľňujú jód z jodidov napr. chlór, bróm, chlórny, chlorečny, bromičny, jodičny, manganisty, chrómy, dvojchrómy a pod.