

Název: Stanovení CHSK bichromatometricky se spektrometrickou koncovkou

Návod na práci

Zadání: Stanovte koncentraci kyslíku ve vzorcích odpadních vod.

Teorie

CHSKCr je dohodnutým vyjádřením míry znečištění vzorku vody organickými a oxidovatelnými anorganickými látkami.

Chemická spotřeba kyslíku dichromanem (ve vodě) je hmotnostní koncentrace kyslíku ekvivalentní množství dichromanu spotřebovaného rozpuštěnými a nerozpuštěnými látkami ve vzorku vody, do které byl tento oxidant přidán za definovaných podmínek. Určena je především pro posuzování odpadní vody.

Vzorky se oxidují mineralizací s kyselinou sírovou a dichromanem didraselným v přítomnosti síranu stříbrného a síranu rtuťnatého. Při oxidaci hůře oxidovatelných organických látek se jako katalyzátor používá stříbro. Rtuť zmenšuje rušivé vlivy způsobené přítomností chloridových iontů. Po ukončení mineralizace se množství dichromanu použitého k oxidaci vzorku stanoví měřením absorbance vzniklých iontů Cr (III) při vlnové délce $620 \text{ nm} \pm 20 \text{ nm}$ v rozsahu do 2000 mg/l . Pro snížený kalibrační rozsah do 150 mg/l lze použít alternativní vlnovou délku $420 \text{ nm} \pm 20 \text{ nm}$.

Tento dokument popisuje postup stanovení CHSKCr ve vodách spektrofotometrickou metodou.

Pracovní rozsah pro výkon zkoušky podle tohoto dokumentu je v intervalu: $(5 - 50) \text{ mg/l}$ s rozšířenou nejistotou $U (k = 2) 20 \%$; $(50 - 10\,000) \text{ mg/l}$ s rozšířenou nejistotou $U (k = 2) 9,2 \%$.

Pomůcky:

Ohřívací blok

Schopen udržovat teplotu na $150 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ bez lokálního přehřívání obsahů zkušebních zkumavek. Ohřívací blok by měl mít kapacitu nejméně 10 zkumavek. Otvory v ohřívacím bloku by měly mít takový průměr, aby skleněná stěna zkumavky byla v těsném kontaktu s kovovým blokem. Obsah zkumavek musí začít mírně vřít do 10 minut od jejich vložení do předehřátého bloku.

Fotometer

Schopný měřit při vlnové délce $600 \text{ nm} \pm 20 \text{ nm}$. Doporučuje se použít fotometr, který je schopen měřit absorbanci mineralizovaného vzorku přímo v uzavřené zkumavce.

Centrifuga

Vhodná na mineralizační zkumavky.

Chemikálie: kyselina sírová ($c = 4 \text{ mol/l}$), hydrogenftalan draselný – standardní referenční roztok ($\text{cKHP} = 10\,000 \text{ mg/l}$), komerčně dostupné zkumavky s činidly (síran rtuťnatý, kyselina sírová, dichroman draselný, síran stříbrný)

Postup

Vzorek vody

1. Analýza se provádí co nejdříve po odběru vzorku. Pokud je vzorek skladován, je důležité před analýzou přidat 10 ml 4 M H_2SO_4 na litr vzorku, aby se zajistilo, že pH vzorku bude menší než 2. Takový vzorek je stabilní 5 dní. Po zmrazení na teplotu -20°C jsou vzorky stabilní 1 měsíc.
2. Vzorky odpadní vody mohou obsahovat nerozpustné částice. Tyto vzorky by měly být homogenizovány před analýzou, aby se zvýšila přesnost a reprodukovatelnost výsledků.

Zkumavky s činidly

1. Používají se uzavřené, komerčně dostupné zkumavky, které obsahují síran rtuťnatý, koncentrovanou kyselinu sírovou, dichroman didraselný a síran stříbrný. Zvláštní opatrnosti je třeba při manipulaci s roztoky obsahujícími síran rtuťnatý a síran stříbrný rozpuštěný v koncentrované kyselině sírové. Oba tyto roztoky jsou toxické a vysoce korozivní.
2. Reagencie jsou citlivé na světlo. Zkumavky se uchovávají v původním balení, balení se udržuje uzavřené v chladu a v suchém prostředí až do použití. Mineralizační zkumavky jsou během ohřívání a ihned po něm vystaveny tlaku. Zkumavky by měly být před použitím pečlivě zkontrolovány. Neotevírat zkumavky během, resp. okamžitě po ukončení rozkladu!

Vlastní stanovení

1. Termoblok se vyhřeje na teplotu 150°C .
2. Zkumavky s činidlem se protřepou, aby se rozpustil sediment.
3. Přidají se 2 ml vzorku, deionizované vody, resp. standardu. Po uzavření zkumavky se obsah opatrně promíchá tak, aby v ní nezůstal žádný nerozpuštěný precipitát.
4. Vzorky se podrobí dvouhodinovému rozkladu, po jehož ukončení se termoblok vypne.
5. Zkumavky se opatrně odstraní, jemně se převrátí, aby se promíchal jejich obsah a opatrně se umístí na stojan.
6. Ochladí se na laboratorní teplotu a změří se absorbance roztoku za stanovených podmínek. Výsledky se vyjadřují v mg/l O_2 .
7. Slepý pokus (Blank): Slepý pokus se připraví přidáním deionizované vody do reagenční zkumavky, která se následně podrobí rozkladu stejným způsobem jako vzorky. Slepý

pokus není třeba připravit před každým měřením. Stačí jej připravit jednou za týden a opakovaně jej použít se všemi vzorky připravenými s danou šarží zkumavek. Blank se mezi jednotlivými měřeními uchovává ve tmě, v originálním balení.

Interference

1. Největším potencionálním rizikem vzniku interferencí je přítomnost chloridů ve vzorku. Vysoký obsah chloridů může vést k falešně pozitivním výsledkům CHSK. Přítomnost chloridů ve vzorku do 100 mg/l neovlivní výsledek Palintestu COD/150 a COD/2000. Vzorky s vyšším obsahem chloridů by se měly ředit.
2. Pokud ředění vzorku není možné, doporučuje se potlačit interference z chloridů. K tomuto účelu se používá přídatek síranu rtuťnatého. Palintest COD/150 M a COD/2000 M obsahuje 0,04 g síranu rtuťnatého, který je schopen potlačit interference až do 2000 mg/l chloridů ve vzorcích o obsahu CHSK 50 – 2000 mg/l. Palintest COD/150 2M a COD/2000 2M obsahuje 0,08 g síranu rtuťnatého a potlačuje chloridy do 4000 mg/l u vzorků s obsahem CHSK 50 – 2000 mg/l.
3. Ve vzorcích, které mají po mineralizaci atypické zbarvení nebo zákal, CHSK se stanovuje titrační metodou. Zakalené vzorky lze odstředit a následně spektrofotometricky analyzovat, avšak pokud po odstředění zákal přetrvává, je třeba stanovit CHSK titračně.

Zkouška pro zjištění vysokých obsahů chloridů ve vzorku

1. Použijí se komerčně dostupné testovací papírky nebo se provede kvantitativní zkouška. Touto zkouškou se detekují chloridy s koncentrací nad 1000 mg/l Cl₂ ml zkušebního vzorku v uzavřené nádobě se přidají 2 kapky chromanu draselného (5 % obj.).
2. Zátka se odstraní, přidá se 0,5 ml dusičnanu stříbrného o koncentraci 0,1 mol/l a roztok se důkladně promíchá. Pokud se roztok zbarví do červena, koncentrace chloridů je nižší než 1000 mg/l. vyšší než 1000 mg/l. 1000 mg/l, vzorek se musí ředit, dokud bude koncentrace chloridů nižší než 1000 mg/l.

Nakládání s chemickými látkami

Chemikálie	Forma	H-věty	P-věty
H ₂ SO ₄	Kapalná	H314	P280, P305, P351, P338, P301, P330, P331, P310
Hydrogénftalan draselný (KHP)	Pevná	---	---
AgNO ₃	Pevná	H272, H290, H314, H410	P273, P280, P303, P361, P353, P305, P351, P338, P310

Chemikálie	Forma	H-věty	P-věty
HgSO ₄	Pevná	H300, H373, H410	P280, P302, P352, P304, P340, P310, P405
KCrO ₄	Pevná	H315, H317, H319, H335, H340, H350, H410	P261, P273, P280, P302, P352, P305, P351, P338, P308, P313
K ₂ Cr ₂ O ₄	Pevná	H272, H301, H312, H314, H317, H330, H334, H335, H340, H360fd, H372, H410	P210, P220, P260, P280, P301, P330, P331, P303, P361, P353, P304, P340, P305, P351, P338, P310

Zdroje rizik a vyhodnocení závažnosti rizika

Při dodržení všech zásad pro práci s chemikáliemi a používání osobních ochranných pracovních prostředků (rukavice, brýle, plášť) nehrozí žádné riziko.

Způsob nakládání s odpady

Vzniklé odpady likvidujeme do předem k tomu určených nádob. Většina chemikálií je velmi nebezpečná, proto s nimi pracujeme opatrně s použitím všech pravidel pro práci s nebezpečnými látkami.

Opatření k omezení rizika

Používání osobních ochranných prostředků (respirátor, brýle, rukavice, plášť).

Literatura

1. Horáková M.: *Analytika vody*. VŠCHT, Praha, 2000, 283 s.
2. Ilavský J.: *Chémia vody – Laboratórne cvičenia*. STU, Bratislava, 2015, 189 s.

Pracovní list

Experimentální údaje

1. Podrobně si prostudujte pracovní postup a zaznamenejte nejdůležitější pracovní parametry metody.
2. Zaznamenejte výsledky měření.

Číslo vzorky	1	2	3	Slepý pokus 1	Slepý pokus 2	Slepý pokus 3
Plocha píku (vlnová délka)						

Výpočty

1. Vypočítejte množství CHSK ve vzorku.

Parametr/číslo vzorku	1	2	3
$c(\text{O}_2)$ mg/l			
souřadnice GPS			
počasí			
zdroje kontaminace			
jiné			

Otázky

1. Popište, co představuje hodnota CHSK.
2. Co je úkolem dichromanu draselného při stanovení CHSK.
3. Popište jak byste stanovili CHSK titračně.

Název projektu: Digitalizace chemických experimentů pro zlepšení kvality a podporu výuky chemie na středních školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



4. Uveďte zdroje chyb při stanovení CHSK. Navrhněte možná řešení.

5. Umíte jmenovat příčiny možného znečištění na jednotlivých odběrových místech?

Závěr

Shrňte stručně cíl experimentu, hlavní výsledky a porovnejte je s očekávanými hodnotami.

Název projektu: Digitalizace chemických experimentů pro zlepšení kvality a podporu výuky chemie na středních školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Prohlášení o vyloučení odpovědnosti

Financováno Evropskou unií. Vyjádřené názory a postoje jsou názory a prohlášeními autora(ů) a nemusí nutně odrážet názory a stanoviska Evropské unie nebo Slovenské akademické asociace pro mezinárodní spolupráci, Národní agentury programu Erasmus+ pro vzdělávání a odbornou přípravu. Evropská unie ani organizace udělující grant za ně nepřebírají žádnou odpovědnost.