

Názov projektu: Digitalizácia chemických experimentov pre zlepšenie kvality a podporu výučby chémie na stredných školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Názov: Stanovenie CHSK bichromátometricky so spektrometrickou koncovkou

Návod na prácu

Zadanie: Stanovte koncentráciu kyslíka vo vzorkách odpadových vôd.

Teória

CHSK_{Cr} je dohodnutým vyjadrením miery znečistenia vzorky vody organickými a oxidovateľnými anorganickými látkami.

Chemická spotreba kyslíka dichrómanom (vo vode) je hmotnostná koncentrácia kyslíka ekvivalentná množstvu dichrómanu spotrebovaného rozpustenými a nerozpustenými látkami vo vzorke vody, do ktorej bol tento oxidant pridaný za definovaných podmienok. Určená je predovšetkým na posudzovanie odpadovej vody.

Vzorky sa oxidujú mineralizáciou s kyselinou sírovou a dichrómanom didraselným v prítomnosti síranu strieborného a síranu ortuťnatého. Pri oxidácii ťažšie oxidovateľných organických látok sa ako katalyzátor používa striebro. Ortuť znižuje rušivé vplyvy spôsobené prítomnosťou chloridových iónov. Po ukončení mineralizácie množstvo dichrómanu použitého na oxidáciu vzorky sa stanoví meraním absorbancie vzniknutých iónov Cr (III) pri vlnovej dĺžke 620 nm ± 20 nm v rozsahu do 2000 mg/l. Na znížený kalibračný rozsah do 150 mg/l sa môže použiť alternatívna vlnová dĺžka 420 nm ± 20 nm.

Tento dokument popisuje postup stanovenia CHSK_{Cr} vo vodách spektrofotometrickou metódou.

Pracovný rozsah pre výkon skúšky podľa tohto dokumentu je v intervale: (5 – 50) mg/l s rozšírenou neistotou U ($k = 2$) 20 %; (50 – 10 000) mg/l s rozšírenou neistotou U ($k = 2$) 9,2 %.

Pomôcky:

Ohrievací blok

Schopný udržiavať teplotu na 150 °C ± 5 °C bez lokálneho prehrievania obsahov skúšobných skúmaviek. Ohrievací blok by mal mať kapacitu najmenej 10 skúmaviek. Otvory v ohrievacom bloku by mali mať taký priemer, aby sklenená stena skúmavky bola v tesnom kontakte s kovovým blokom. Obsahy skúmaviek musia začať mierne vriieť do 10 minút od ich vloženia do predhriateho bloku.

Názov projektu: Digitalizácia chemických experimentov pre zlepšenie kvality a podporu výučby chémie na stredných školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Fotometer

Schopný merať pri vlnovej dĺžke 600 nm \pm 20 nm. Odporúča sa použiť fotometer, ktorý je schopný merať absorbanciu mineralizovanej vzorky priamo v uzavretej skúmavke.

Centrifúga

Vhodná na mineralizačné skúmavky.

Chemikálie: kyselina sírová ($c = 4 \text{ mol/l}$), hydrogénftalan draselný – štandardný referenčný roztok ($c_{\text{KHP}} = 10\,000 \text{ mg/l}$), komerčne dostupné skúmavky s činidlami (síran ortuťnatý, kyselina sírová, dichróman didraselný, síran strieborný)

Postup

Vzorka vody

1. Analýza sa vykonáva čo najskôr po odbere vzorky. Ak sa vzorka skladuje, je dôležité pred analýzou pridať 10 ml 4 M H_2SO_4 na liter vzorky, aby sa zabezpečilo, že pH vzorky bude menšie ako 2. Takáto vzorka je stabilná 5 dní. Po zmrazení na teplotu $-20 \text{ }^\circ\text{C}$ sú vzorky stabilné 1 mesiac.
2. Vzorky odpadovej vody môžu obsahovať nerozpustné častice. Tieto vzorky by sa mali zhomogenizovať pred analýzou, aby sa zvýšila presnosť a reprodukovateľnosť výsledkov.

Skúmavky s činidlami

1. Používajú sa uzavreté, komerčne dostupné skúmavky, ktoré obsahujú síran ortuťnatý, koncentrovanú kyselinu sírovú, dichróman didraselný a síran strieborný. Vyžaduje sa mimoriadna opatrnosť pri manipulácii s roztokmi, ktoré obsahujú síran ortuťnatý a síran strieborný rozpustený v koncentrovanej kyseline sírovej. Obidva tieto roztoky sú toxické a vysoko korozívne.
2. Reagencie sú citlivé na svetlo. Skúmavky sa uchovávajú v pôvodnom balení, balenie sa udržiava uzavreté v chlade a v suchom prostredí až do použitia. Mineralizačné skúmavky sú počas ohrievania a ihneď po ňom vystavené tlaku. Skúmavky by sa mali pred použitím pozorne skontrolovať. Neotvárať skúmavky počas, resp. okamžite po ukončení rozkladu!

Vlastné stanovenie

1. Termoblok sa vyhreje na teplotu $150 \text{ }^\circ\text{C}$.
2. Skúmavky s činidlom sa pretrepú, aby sa rozpustil sediment.
3. Pridajú sa 2 ml vzorky, deionizovanej vody, resp. štandardu. Po uzavretí skúmavky sa obsah opatrne premieša tak, aby v nej nezostal žiaden nerozpustený precipitát.
4. Vzorky sa podrobia dvojhodinovému rozkladu, po ukončení ktorého sa termoblok vypne.

Názov projektu: Digitalizácia chemických experimentov pre zlepšenie kvality a podporu výučby chémie na stredných školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



5. Skúmavky sa opatrne odstránia, jemne sa prevrátia, aby sa premiešal ich obsah a opatrne sa umiestnia na stojan.
6. Ochladia sa na laboratórnu teplotu a zmeria sa absorbanca roztoku za stanovených podmienok. Výsledky sa vyjadrujú v mg/l O₂.
7. Slepý pokus (Blank): Slepý pokus sa pripraví pridaním deionizovanej vody do reagenčnej skúmavky, ktorá sa následne podrobí rozkladu rovnakým spôsobom ako vzorky. Slepý pokus nie je potrebné pripraviť pred každým meraním. Stačí ho pripraviť raz za týždeň a opakovane ho použiť so všetkými vzorkami pripravenými s danou šaržou skúmaviek. Blank sa medzi jednotlivými meraniami uchováva v tme, napr. v originálnom balení.

Interferencie

1. Najväčším potencionálnym rizikom vzniku interferencií je prítomnosť chloridov vo vzorke. Vysoký obsah chloridov môže viesť ku falošne pozitívnym výsledkom CHSK. Prítomnosť chloridov vo vzorke do 100 mg/l neovplyvní výsledok Palintestu COD/150 a COD/2000. Vzorky s vyšším obsahom chloridov by sa mali riediť.
2. Pokiaľ riedenie vzorky nie je možné, odporúča sa potlačiť interferencie z chloridov. Na tento účel sa používa prídavok síranu ortuťnatého. Palintest COD/150 M a COD/2000 M obsahuje 0,04 g síranu ortuťnatého, ktorý je schopný potlačiť interferencie až do 2000 mg/l chloridov vo vzorkách s obsahom CHSK 50 – 2000 mg/l. Palintest COD/150 2M a COD/2000 2M obsahuje 0,08 g síranu ortuťnatého a potláča chloridy do 4000 mg/l v prípade vzoriek s obsahom CHSK 50 – 2000 mg/l.
3. Vo vzorkách, ktoré majú po mineralizácii atypické sfarbenie alebo zákal, CHSK sa stanovuje titračnou metódou. Zakalené vzorky je možné odstrediť a následne spektrofotometricky analyzovať, avšak ak po odstredení zákal pretrváva, je potrebné stanoviť CHSK titračne.

Skúška na zistenie vysokých obsahov chloridov vo vzorke

1. Použijú sa komerčne dostupné testovacie papieriky alebo sa prevedie kvantitatívna skúška. Touto skúškou sa detegujú chloridy s koncentráciou nad 1000 mg/l Cl. Ak je podozrenie, že vzorka obsahuje viac ako 1000 mg/l Cl, použije sa tento postup: K 2,0 ml skúšobnej vzorky v uzavretej nádobe sa pridajú 2 kvapky chrómanu draselného (5 % obj.).
2. Zátka sa odstráni, pridá sa 0,5 ml dusičnanu strieborného s koncentráciou 0,1 mol/l a roztok sa dôkladne premieša. Ak sa roztok sfarbí do červena, koncentrácia chloridov je nižšia ako 1000 mg/l. Ak roztok ostane žltý, koncentrácia chloridov je vyššia ako 1000 mg/l. Ak je koncentrácia chloridov vyššia ako 1000 mg/l, vzorka sa musí riediť, až kým bude koncentrácia chloridov nižšia ako 1000 mg/l.

Nakladanie s chemickými látkami

Chemikália	Forma	H-vety	P-vety
H ₂ SO ₄	4 mol/l roztok	H314	P280, P305, P351, P338, P301, P330, P331, P310
Hydrogénftalan draselný (KHP)	Tuhá	---	---
AgNO ₃	Tuhá	H272, H290, H314, H410	P273, P280, P303, P361, P353, P305, P351, P338, P310
HgSO ₄	Tuhá	H300, H373, H410	P280, P302, P352, P304, P340, P310, P405
KCrO ₄	Tuhá	H315, H317, H319, H335, H340, H350, H410	P261, P273, P280, P302, P352, P305, P351, P338, P308, P313
K ₂ Cr ₂ O ₄	Tuhá	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 vyhodnotenie závažnosti rizika

Pri dodržaní všetkých zásad pre prácu s chemikáliami a používaní osobných ochranných pracovných prostriedkov (rukavice, okuliare, plášť) nehrozí žiadne riziko.

Spôsob nakladania s odpadmi

Vzniknuté odpady likvidujeme do vopred na to určených nádob. Väčšina chemikálií je veľmi nebezpečná, preto s nimi pracujeme opatrne s použitím všetkých pravidiel pre prácu s nebezpečnými látkami.

Opatrenia k obmedzeniu rizika

Používanie osobných ochranných prostriedkov (respirátor, okuliare, rukavice, plášť).

Názov projektu: Digitalizácia chemických experimentov pre zlepšenie kvality a podporu výučby chémie na stredných školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Literatúra

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

Pracovný list

Experimentálne údaje

1. Podrobne si preštudujte pracovný postup a zaznamenajte najdôležitejšie pracovné parametre metódy.
2. Zaznamenajte výsledky meraní.

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

Výpočty

1. Vypočítajte množstvo CHSK vo vzorke.

Parameter/číslo vzorky	1	2	3
c(O ₂) mg/l			
súradnice GPS			
počasie			
zdroje kontaminácie			
iné			

Otázky

1. Popíšte, čo predstavuje hodnota CHSK.
2. Čo je úlohou dichrómanu draselného pri stanovení CHSK.
3. Popíšte ako by ste stanovili CHSK titračne.

Názov projektu: Digitalizácia chemických experimentov pre zlepšenie kvality a podporu výučby chémie na stredných školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



4. Uved'te zdroje chýb pri stanovené CHSK. Navrhnite možné riešenia.

5. Viete vymenovať príčiny možného znečistenia na jednotlivých odberových miestach?

Záver

Zhrňte stručne cieľ experimentu, hlavné výsledky a porovnajte ich s očakávanými hodnotami.

Názov projektu: Digitalizácia chemických experimentov pre zlepšenie kvality a podporu výučby chémie na stredných školách
Akronym: ChemIQSoc
Číslo projektu: 2021-1-SK01-KA220-VET-000027995



Vyhlasenie o vylúčení zodpovednosti

Financované Európskou úniou. Vyjadrené názory a postoje sú názormi a vyhláseniami autora(-ov) a nemusia nevyhnutne odrážať názory a stanoviská Európskej únie alebo Slovenskej akademickej asociácie pre medzinárodnú spoluprácu, Národnej agentúry programu Erasmus+ pre vzdelávanie a odbornú prípravu. Európska únia ani organizácia udeľujúca grant za ne nepreberajú žiadnu zodpovednosť.