Stanovení chemické spotřeby kyslíku

## Teorie:

Na obsah organických látek ve vodách lze usuzovat podle množství oxidačního činidla, které je spotřebováno za stanovených podmínek. Byla navržena celá řada metod s různými oxidačními činidly (manganistanem draselným KMnO4, jodem I2, jodičnanem draselným KIO3 atd.). Jednotlivé metody mají různou účinnost oxidace jednotlivých organických látek a výsledky, které poskytují, nejsou shodné a v některých případech ani srovnatelné. Proto je při stanovení nutné dodržovat reakční podmínky (teplota, doba, koncentrace činidel atd.) tak, aby konečné výsledky byly reprodukovatelné.

CHSK – Mn byla jako laboratorní metoda navržena již roku 1866 německým hydrochemikem Kubelem. Vzorek vody se vaří s manganistanem draselným KMnO4 a a kyselinou sírovou H2SO4 po dobu 10 minut. Po této době se stanovuje nezreagovaný manganistan draselný. Při použití této metody je nezbytně nutné dodržet především teplotu varu a objemové poměry činidel. Jednou z hlavních nevýhod této metody je nízký stupeň oxidace a autoredukce manganistanu draselného při vyšších koncentracích a teplotách. Výhodou je její rychlost, jednoduchost a nízká spotřeba činidel. V současné době se v ČR této metody využívá při analýze pitných a povrchových vod. Při analýze odpadních vod je však tato metoda zcela nevhodná.

# Úkol č. 1: Příprava ředicí vody

**Chemikálie:**

destilovaná voda

kyselina sírová 98%

**Pomůcky:**

kádinka 2ks 400cm3

odměrná zkumavka

odměrný válec

**Postup:**

Připravíme 2 x 400 cm3 ředicí vody. Ředicí voda je roztok kyseliny sírové a destilované vody v poměru 1:15.

# Úkol č. 2: Příprava 0,005M roztoku kyseliny šťavelové

**Chemikálie:**

dihydrát kyseliny šťavelové

ředicí voda

**Pomůcky:**

odměrná baňka 250 cm3

střička

**Postup:**

Připravíme 250cm3 0,005 M roztoku kyseliny šťavelové. K přípravě roztoku použijeme místo destilované vody vodu ředicí.

M = 126,07 g.mol-1   ⇒   m = 0,16 g

# Úkol č. 3: Příprava 0,002M roztoku manganistanu draselného

**Chemikálie:**

manganistan draselný

destilovaná voda

**Pomůcky:**

odměrná baňka 250 cm3

střička

**Postup:**

Připravíme 250 cm3 0,002M roztoku manganistanu draselného.

M = 158,034 g.mol-1   ⇒   m = 0,08 g

# Úkol č. 4: Stanovení titru 0,002M roztoku manganistanu draselného

stanovení titru – stanovení přesné látkové koncentrace odměrného roztoku

odměrný roztok – roztok o známé přesné látkové koncentraci sloužící ke kvantitativnímu stanovení analyzované látky

Titrace patří ke kvantitativním analytickým metodám. Její princip spočívá v tom, že k roztoku látky, jejíž množství popř. koncentraci máme stanovit, přidáváme odměrný roztok. Odměrný roztok přidáváme tak dlouho, dokud nedojde ke kvantitativnímu průběhu reakce. Konec titrace poznáme nejčastěji podle barevné změny tzv. indikátoru, který přidáváme ke zkoumanému vzorku před titrací.

Při stanovení titru tomu však může být naopak – k roztoku o známém složení a koncentraci přidáváme z byrety roztok, jehož přesnou koncentraci máme stanovit.

**Chemikálie:**

roztok manganistanu draselného 0,002M

dihydrát kyseliny šťavelové

kyselina sírová 98%

destilovaná voda

**Pomůcky:**

|  |  |
| --- | --- |
| titrační baňka  odměrný válec  byreta  nálevka | pipeta 2 cm3  chemický stojan  chemické svorky a držáky |

**Postup:**

Do titrační baňky navážíme asi 0,02 g dihydrátu kyseliny šťavelové, přidáme 30 cm3 vody a 4 cm3 zředěné kyseliny sírové (1 : 1 – 2 cm3 H2O + 2 cm3 H2SO4). Po zahřátí asi na 60 oC ihned titrujeme roztokem manganistanu draselného do slabě růžového zbarvení.

Chemická rovnice:

5H2C2O4 + 2MnO4– + 6H+ → 10 CO2 + 2 Mn2+ + 8 H2O

Reakce probíhá v poměru 5 : 2

Je-li navážka např. přesně 0,02 g (1,59.10-4 mol)   ⇒   je ekvivalentní množství KMnO4 6,34.10-5 mol (0,01 g).

Známe-li objem roztoku manganistanu draselného, lze vypočítat přesnou koncentraci připraveného roztoku.

Je-li objem titrace např. 31 ml   ⇒   c = 6,34.10-5 mol : 0,031 dm3 = 2,045 M.

2,045 M – přesná koncentrace roztoku manganistanu draselného – používá se pro další výpočty

# Úkol č. 5: Stanovení chemické spotřeby kyslíku u vzorků vody

**Chemikálie:**

vzorek vody

kyselina sírová 98 %

roztok manganistanu draselného 0,002M

roztok kyseliny šťavelové 0,005M

**Pomůcky:**

|  |  |
| --- | --- |
| varná baňka  titrační baňka  odměrný válec  pipeta 5 cm3  tyčinka  byreta | nálevka  chemický stojan  chemické svorky a držáky  varný kruh  azbestová síťka |

**Postup:**

Do varné baňky se vložíme varné kaménky. Do baňky pak odměříme 100 cm3 vzorku vody, přidáme 5 cm3 kyseliny sírové naředěné v poměru 1:2 (1 díl H2SO4 + 2 díly vody) a 20 cm3 připraveného roztoku manganistanu draselného a vše promícháme.

Směs dáme vařit (musí zavřít do 5min). Var se udržuje přesně 10 minut.

K horkému roztoku se ihned přidá 20 cm3 roztoku kyseliny šťavelové (0,005M).

Odbarvený roztok se ihned titruje roztokem manganistanu draselného do fialového zbarvení. Teplota vzorku po dobu titrace nesmí klesnout pod 80 oC.

# Úkol č. 5: Slepé stanovení

**Chemikálie:**

vzorek vody

kyselina sírová 98 %

roztok manganistanu draselného 0,002M

roztok kyseliny šťavelové 0,005M

**Pomůcky:**

|  |  |
| --- | --- |
| varná baňka  titrační baňka  odměrný válec  pipeta 5 cm3  tyčinka  byreta | nálevka  chemický stojan  chemické svorky a držáky  varný kruh  azbestová síťka |

**Postup:**

Do varné baňky se vložíme varné kaménky. Do baňky pak odměříme 100 cm3 ředicí vody, přidáme 5 cm3 kyseliny sírové naředěné v poměru 1:2 (1 díl H2SO4 + 2 díly vody) a 20 cm3 připraveného roztoku manganistanu draselného a vše promícháme.

Směs dáme vařit (musí zavřít do 5min). Var se udržuje přesně 10 minut.

K horkému roztoku se ihned přidá 20 cm3 roztoku kyseliny šťavelové (0,005M).

Odbarvený roztok se ihned titruje roztokem manganistanu draselného do fialového zbarvení. Teplota vzorku po dobu titrace nesmí klesnout pod 80 oC.

Chemická spotřeba kyslíku se vypočítá jako hmotnostní koncentrace kyslíku, která je ekvivalentní množství manganistanu draselného, který byl spotřebován při titraci vzorku po oxidaci organických látek a přídavků standardního roztoku kyseliny šťavelové.

Norma pro pitnou vodu je 3 mg.dm-3.

[CHSKMn] = mg.dm-3

CHSKMn = c(KMnO4) . Vt .  . A(O) . 10 . 1 000

Vt = objem titrace vzorku vody – objem titrace ředicí vody