

Stanovení CHSK dichromanem draselným (CHSK_{Cr})

(modifikovaná semimikrometoda)

Princip: Metoda je založena na oxidaci organických látek obsažených ve vzorku vody dichromanem draselným v silně kyselém prostředí kyseliny sírové při dvouhodinovém varu. Oxidace organických látek je katalyzována stříbrnými ionty a probíhá v nadbytku dichromanu. Pro maskování chloridů, které by byly za podmínek stanovení oxidovány na Cl₂ a způsobovaly by při stanovení CHSK_{Cr} pozitivní chybu, se přidává síran rtuťnatý. Koncentrace chromitého iontu (vzniklého redukcí z dichromanu draselného, která je úměrná obsahu organických látek ve vzorku vody) se stanoví metodou absorpční spektrofotometrie.

Použití: Metoda je použitelná pro stanovení CHSK_{Cr} v rozsahu 5-200 mg · l⁻¹.

Činidla:

1. **Ředící (destilovaná) voda.** Používá se k přípravě všech roztoků pro dané stanovení a k ředění vzorku vody.

2. **Oxidační roztok.** Do ředící vody objemu 750 ml se přidá 4,413 g K₂Cr₂O₇, (předem sušeného 2 h při teplotě 105 °C), 167 ml koncentrované H₂SO₄, 33,33 g HgSO₄ a po dokonalém rozpuštění a ochlazení se roztok doplní ředící vodou na objem 1000 ml.

3. **Katalyzátorový roztok.** V koncentrované H₂SO₄ objemu 1 litr se rozpustí 10 g ± 0,1 g Ag₂SO₄.

4. **Hydrogenftalát draselný,** standardní zásobní roztok o CHSK_{Cr} = 500 mg l⁻¹. 0,4255 g hydrogenftalátu draselného se rozpustí v ředící vodě a touto vodou se doplní na objem 1 000 ml. (Použitý hydrogenftalát musí být předem jemně rozetřen a při teplotě 120 °C vysušen do konstantní hmotnosti.) Stálost roztoku je cca 1 týden.

Postup: Do zkumavky se šroubovým uzávěrem se odpipetuje 2,5 ml vzorku vody, 1,5 ml oxidačního roztoku a 3,5 ml katalyzátorového roztoku (pozor, aby se nepotřísnil zábrus!) zkumavka se uzavře šroubovým uzávěrem a směs se důkladně promíchá. Pozor! Zkumavka se při promíchání intenzivně zahřeje. Pak se vloží do mineralizačního boxu a zahřívá se dvě hodiny při teplotě 148 - 150 °C. Po dokonalém vychladnutí (zkumavka musí mít stejnou teplotu, při které byla zhotovena kalibrační křivka) se změří absorbance při vlnové délce λ = 600 nm.

POZOR!!!

Při zahřívání reakční směsi na teplotu 150 °C je ve zkumavkách přetlak 0,1 MPa. Proto zkumavky pro tuto práci nesmějí mít vady ve skle ani praskliny. Otvírat zkumavky po oxidaci je dovoleno až po vychladnutí obsahu, jinak by mohl horký roztok ze zkumavky "vystřelit" !

Obsah zkumavky se před měřením NESMÍ míchat. Je doporučeno měřit hodnotu CHSK minimálně třikrát.