

## Stanovení koncentrace rozpuštěného kyslíku ve vodě

Podstata stanovení: Podstatou Winklerovy metody je oxidace hydroxidu manganatého na manganitý kyslíkem rozpuštěným ve vodě. Po okyselení vzorku se sraženina hydroxidu rozpustí a za přítomnosti přebytku jodidu (KI) se uvolní takové množství jódu, které je ekvivalentní množství rozpuštěného kyslíku obsaženého ve vodě. Uvolněný jód se titruje odměrným roztokem thiosíranu sodného.

### Činidla :

- (1) **Síran manganatý, srážecí roztok:** 48 g  $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  nebo 42,5 g  $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  se rozpustí v destilované vodě, doplní na 100 ml a zfiltruje.
- (2) **Hydroxid s KI, srážecí roztok:** 40 g NaOH nebo 57 g KOH se rozpustí spolu s 31,5 g KI v destilované vodě a doplní na 100 ml.
- (3) **Kyselina sírová**  $\text{H}_2\text{SO}_4$ : zředěná 1 + 4 (lze použít i koncentrovanou kyselinu)
- (4) **Indikátor:** 0,5 g rozpustného škrobu (škrob pro jodometrii) se rozmíchá s malým množstvím studené destilované vody a vleje do 100 ml vroucí destilované vody. Několik minut se povaří a nechá přes noc stát. Čirý roztok se používá jako indikátor
- (5) **Thiosíran sodný**, odměrný roztok: 0,02 M nebo 0,01 M. Naváží se 4,964 g (resp. 2,482 g)  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , rozpustí v destilované vodě a doplní v odměrné baňce na 1 litr. Faktor roztoku je nutno kontrolovat.
- (6) **Dichroman draselný**, standardní roztok 0,0033 M (0,02 N) nebo 0,00167 M (0,01 N): Naváží se přesně 0,9808 g (0,4904 g)  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , rozpustí v destilované vodě a doplní v odměrné baňce na 1 litr.
- (7) **Jodid draselný**, 15 % roztok: 15 g KI se rozpustí v destilované vodě, přidá se 1 ml 0,1 M NaOH a doplní do 100 ml.

### Postup stanovení:

#### a) Speciální odběr a fixace vzorku

Vzorek vody se odebírá do speciální reagenční lahvičky - kyslíkovky, přesného objemu 100 - 200 ml, se zabroušenou, šikmo seříznutou zátkou, pod hladinou. Kyslíkovka se uzavře tak, aby pod zátkou nezůstala bublina. Při odběru vzorku vody odběrákem se voda do kyslíkovky vypouští pomocí gumové hadičky, dosahující až ke dnu lahvičky. Voda se do kyslíkovky nechá proudit tak, aby se objem alespoň jednou vyměnil. Pak se lahvička zazátkuje. Znovu se zátko vyjme a přidá se 1 ml manganaté soli (činidlo 1) a 1 ml hydroxidu (činidlo 2) (POZOR: roztoky se přidávají v tomto pořadí). Kyslíkovka se uzavře, hrdlo se opláchne vodou a obsah se promíchá několikanásobným obrácením kyslíkovky. Po chvíli vzniklá sraženina začne klesat (v případě, že voda neobsahuje žádný rozpuštěný kyslík, zůstává sraženina bílá). Nechá se dobře usadit.

#### b) Vlastní stanovení

Část roztoku nad sraženinou se opatrně odlije nebo odsaje vývěvou. Přidá se 5 ml kyseliny sírové (činidlo 3) a sraženina se rozpustí krouživým pohybem kyslíkovky. Obsah se přelije do titrační baňky a pomalu titruje roztokem thiosíranu (činidlo 5). Hnědé zbarvení přechází do žluté. Přidá se několik kapek škrobu (činidlo 4) a vzorek se dotitruje do vymizení modrého zbarvení. Vrazející se modré zbarvení se již nedotitrovává.

### Výpočet:

$$\text{rozpuštěný kyslík (mg.l}^{-1}\text{)} = \frac{F \cdot a \cdot 80}{V - 2}$$

F - faktor thiosíranu

a - spotřeba thiosíranu

V - objem kyslíkovky

Vzorec platí pro 0,01M thiosíran. Při použití 0,02 M thiosíranu se nahradí číslo 80 ve vzorci číslem 160.

Nasycení vody kyslíkem se vypočte pomocí tabulek:

$$\text{nasycení v \%} = \frac{100 \cdot a}{b}$$

a - obsah kyslíku v mg.l<sup>-1</sup> stanovený titrací

b - obsah kyslíku v mg.l<sup>-1</sup> v tabulce v závislosti na teplotě

Vysoký obsah organických látek stanovení ruší. V tom případě se alkalický roztok jodidu nahradí alkalickým roztokem jodidu s azidem sodným připraveným následovně:

50 g NaOH + 15 g KJ se rozpustí v destilované vodě a doplní na 100 ml. Přidá se 1 g azidu sodného NaN<sub>3</sub> rozpuštěného ve 4 ml vody.

### Stanovení faktoru odměrného roztoku thiosíranu:

Do zabroušené Erlenmayerovy baňky se nalije 100 ml destilované vody, přidá se 10 ml 15 % roztoku KI, 5 ml zředěné H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1+4) a odpipetuje 10 ml standardního roztoku K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>. Zazátkovaná titrační baňka se nechá asi 10 min. na chladném, tmavém místě a pak titruje odměrným roztokem thiosíranu, přičemž původně hnědý roztok žlutne. Pak se přidá 1 ml indikátoru (škrobu). Intenzivně modře zbarvený roztok se dotitruje do vymizení modrého zbarvení.

$$\text{Faktor thiosíranu} = \frac{10}{\text{spotřeba thiosíranu}}$$