

Wykonanie oznaczeń ChZT_{Cr} (wg PN-ISO 6060)

Ostrzeżenia !!

Wykonanie oznaczenia ChZT_{Cr} wymaga stosowania stężonego kwasu siarkowego. Oznaczenie wykonywane jest przez gotowanie próbek. Należy zachować szczególną ostrożność. Oznaczenie wykonywać pod wyciągiem. Stosować odpowiednią odzież ochronną, rękawice i okulary.

W trakcie wykonywania oznaczenia wykorzystywane są także związki rtęci i srebra zaliczane do substancji niebezpiecznych dla ludzi i środowiska. Z próbkami należy obchodzić się ze szczególną ostrożnością. Nie dopuszczać do kontaktu ze skórą.

Pozostałości po wykonaniu analiz zlewać do oznaczanego pojemnika.

Oznaczenie ChZT_{Cr} należy wykonać dla roztworów A i B oraz ścieków bytowych (po dwie próbki). Równolegle należy wykonać oznaczenie próbki kontrolnej (2x) oraz oznaczyć stężenie stosowanego roztworu soli Mohra (2x).

W czasie ćwiczeń należy tak dobierać ewentualne rozcieńczenia aby wykonywać analizę dla zakresu ChZT_{Cr} 300 ÷ 600 mg O₂/dm³.

Przebieg oznaczenia stężenie soli Mohra:

- odmierzyć 10 ml roztworu dichromianu(VI) potasu z siarczanem(VI) rtęci(II) do kolby Erlenmayera
- dodać około 90 ml roztworu kwasu siarkowego (4 mol/l)
- dodać 2-3 krople ferroiny
- miareczkować roztworem soli Mohra (siarczan(VI) amonu i żelaza(II)) ~ 0,12 mol/l do zmiany zabarwienia na kolor brązowy

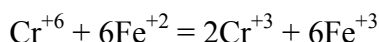
na podstawie objętości zużytego, w czasie miareczkowania, roztworu soli Mohra i użytej objętości roztworu dichromianu potasu obliczyć stężenie w val/dm³ roztworu soli Mohra (ilość gramorównoważników soli Mohra musi być równa ilości gramorównoważników dichromianu potasu).

Według obowiązującej normy stężenie roztworu dichromianu(VI) potasu podawane jest w mol/l. Reakcja utleniania węgla organicznego dichromianem potasu jest reakcją typu redox:



Procesowi utleniania węgla towarzyszy redukcja chromu który przechodzi z 6 – Cr⁺⁶ na 3 – Cr⁺³ stopień utlenienia. Reakcji, w której uczestniczą dwie cząsteczki dichromianu(VI) potasu towarzyszy wymiana 12 elektronów. Na jedną cząsteczkę dichromianu(VI) potasu przypada więc 6 elektronów. Stężenie molowe roztworu dichromianu(VI) potasu można przeliczyć na stężenie normalne mnożąc je przez 6.

W przypadku soli Mohra stężenie molowe odpowiada stężeniu normalnemu:



Reakcji, w której uczestniczy 6 cząsteczek soli Mohra (oznaczanie, w próbce po utlenieniu, pozostałego dichromianu(VI) potasu) towarzyszy wymiana 6 elektronów w reakcji typu redox.

Przebieg oznaczenia ChZT_{Cr}

- odmierzyć 10 ml badanej próbki do probówki mineralizatora
- dodać 5 ml 0,04 mol/l $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ z siarczanem(VI) rtęci(II)
- wrzucić kilka kawałeczków porcelany i dobrze wymieszać
- powoli dodać 15 ml roztworu siarczanu(VI) srebra w stężonym kwasie siarkowym i natychmiast połączyć probówkę z chłodnicą zwrotną
- ogrzewać próbkę do wrzenia w mineralizatorze, utrzymać w stanie wrzenia dokładnie 10 minut (ze względu na czas trwania zajęć czas wrzenia skrócony zostaje ze 110 minut na 10 minut)
- probówki z mineralizatora umieścić w stojaku na ok.10 minut następnie ostudzić zawartość w strumieniu wodnym
- przenieść ilościowo próbkę do kolby stożkowej za pomocą 50 ml wody destylowanej w następujący sposób:
przeplukując chłodnicę dwoma porcjami ok.10 ml wody, resztę wody w trzech porcjach wykorzystujemy do przeplukania probówki mineralizatora i przeniesieniu całej jej zawartości do kolby stożkowej
- dodać 1-2 krople ferroiny
miareczkować titrantem $\sim 0,12$ mol/l sól Mohra, do zmiany zabarwienia na kolor brunatno-brązowy

Przebieg oznaczenia próbki kontrolnej:

- odmierzyć 10 ml wody destylowanej do probówek mineralizatora
- dalej postępować w taki sam sposób jak z próbką badaną (różnica pomiędzy próbką badaną polega na tym, że próbka kontrolna zamiast badanego roztworu zawiera tę samą ilość wody destylowanej)

Zebrane wyniki dotyczące oznaczenia stężenia soli Mohra, próbki kontrolnej (zużycie tlenu do utlenienia zanieczyszczeń, które mogą być zawarte w odczynnikach) oraz próbki badanej (łącznie zużycie tlenu do utlenienia zanieczyszczeń, które mogą być zawarte w odczynnikach oraz zanieczyszczeń zawartych w badanych próbkach) pozwalają na obliczenie wartości ChZT_{Cr} badanych próbek.