

Kémiai oxigénigény meghatározása

A GYAKORLAT CÉLJA: A felszíni vizek vizsgálatakor a kémiai oxigénigény meghatározására vonatkozó szabványosított eljárások közül a kálium-permanganátos vizsgálat megismerése.

A MÉRÉSI MÓDSZER ELVE

Fogalmak

A természeti vizekben található rendkívül sokféle anyag az egyes komponensek kvantitatív meghatározását nehéz analitikai feladattá teszi. A teljes analízis azonban az esetek többségében nem is szükséges, a víz minőségét leírhatjuk ún. összegparaméterek segítségével. Az összegparaméterekkel való jellemzés célja, hogy meghatározzuk azokat a specifikus jegyeket, melyek az egyes anyagcsoportok koncentrációjával összefüggésben vannak. Ilyen, kísérletileg meghatározható összegparaméter pl. a pH-érték, a molekuláris oxigén oldott mennyisége, az elektromos vezetőképesség, a víz keménysége, biokémiai oxigénigény, kémiai oxigénigény, stb.

A kémiai oxigénigény (KOI) a vízben lévő oxidálható szerves anyagok mennyiségéről nyújt kvantitatív adatot. A KOI-t az 1 dm³ térfogatú vízminta által redukált oxidálószerrel egyenértékű oxigén tömegeként adják meg (dimenziója mg/dm³).

Meghatározásához ismert térfogatú vízmintát oxidálnak kálium-permanganáttal, vagy kálium-dikromáttal. Annak ellenére, hogy a KOI nem ad pontos képet a vízben lévő szerves anyagok mennyiségéről és minőségéről, gyakorlati hasznosságát bizonyítja, hogy meghatározására szabványos vízvizsgálati eljárásokat dolgoztak ki.

Módszerek

A kálium-permanganáttal történő (Kubel) meghatározást kénsavas közegben 80-90 °C-on végezzük. A szerves anyagok zavaró hatását ki kell küszöbölni. A meghatározást zavarják pl. kloridok 300 mg/dm³ koncentráció feletti mennyiségben, szulfidok, nitritek és a Fe(II). Ezen anyagoknak megfelelő oxigénfogyasztást az eredmény kiszámításakor a mért értékből le kell vonni.

SZÜKSÉGES ANYAGOK ÉS ESZKÖZÖK

1:2 hígítású kénsav oldat (egy térfogat rész koncentrált kénsavat keverés közben hozzáadunk két térfogatrész desztillált vízhez)

0,002 M (0,01 N) KMnO₄ mérőoldat

0,005 M (0,01 N) oxálsav mérőoldat
desztillált víz
forrkő

1 db 100 cm³-es mérőlombik (0,05 M oxálsav oldat készítéséhez)
1 db 50 cm³-es főzőpohár (oxálsav beméréséhez)
1 db 250 cm³-es mérőlombik (0,005 M oxálsav oldat készítéséhez)
1 db 25 cm³-es pipetta (0,005 M oxálsav készítéséhez)
1 db 250 cm³-es főzőpohár (a pipettázás segítéséhez)
4 db 300 cm³-es Erlenmeyer lombik (3 db a vízminta, egy db a vakoldat titrálásához)
2 db 25 cm³ büretta (egyik a KMnO₄, másik az oxálsav oldathoz)
1 db 500 cm³-es mérőlombik (vízmintához)
1 db 100 cm³-es pipetta (vízmintához)
1 db széles szájú hulladéktároló üvegedény

AZ ELVÉGZENDŐ FELADATOK LEÍRÁSA

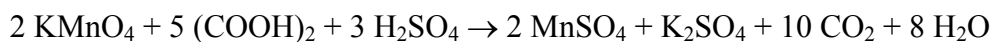
0,002 M kálium-permanganát oldat pontos koncentrációjának meghatározása.

Az oldat pontos koncentrációját 0,005 M oxálsav oldattal kell megállapítani. Az oxálsav oldat elkészítése az alábbiak szerint történik: 0,6303 g (COOH)₂ · 2 H₂O -t kimérünk, kevés hígított (1:15) kénsavban feloldjuk, kvantitatíven átmoszuk az 100 cm³-es mérőlombikba, majd jelre töltjük. Az így elkészített oldat koncentrációja közelítőleg 0,05 M, pontos koncentrációját a ténylegesen bemért tömeg alapján számolhatjuk ki. A titráláshoz használandó 0,005 M oxálsav mérőoldatot ebből az oldatból készítjük tízszeres hígítással. Az Erlenmeyer lombikba bürettából bemérünk 20,00 cm³ 0,005 M oxálsav mérőoldatot és hozzáadunk 5 cm³ 1:2 hígítású kénsavat. Az oldatot 80-90 °C-ra melegítjük és forrón titráljuk 0,002 M KMnO₄ oldattal, amíg az oldat halvány rózsaszínű lesz. Az oxálsav mérőoldat titrálásakor fogyott kálium-permanganát oldat térfogatának ismeretében kiszámítjuk annak pontos koncentrációját.

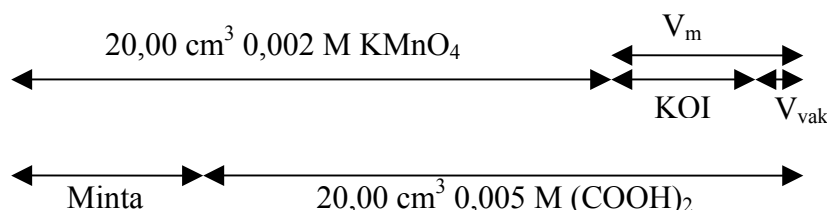
A kémiai oxigénigény meghatározása. A vízmintához 500 cm³-es mérőlombikban kapunk ismeretlen mennyiségű, általunk készített 0,05 M oxálsavat, majd jelre töltjük. A lombikot összerázzuk és 300 cm³-s Erlenmeyer lombikba kimérünk 100,00 cm³ mintát. Hozzáadunk 5 cm³ 1:2 hígítású kénsavat, néhány darab forrkövet és az oldatot forrásig melegítjük. A forró oldathoz hozzámérünk bürettából 20,00 cm³ 0,002 M kálium-permanganát mérőoldatot és pontosan 10 percig forraljuk (a forralási idő pontos betartása fontos, ezt stopperrel mérjük). A forró oldathoz hozzáadunk bürettából 20,00 cm³ 0,005 M oxálsav oldatot és a színtelenné vált keveréket forrón (80-90 °C hőmérsékleten) a 0,002 M permanganát mérőoldattal addig titráljuk, amíg éppen halvány rózsaszínű nem lesz. Három párhuzamos mérést végzünk és az így kapott fogyások átlagával számolunk. Ha az oldat forralás közben elszíntelenedik vagy barna lesz, akkor a meghatározást hígított vízmintával kell elvégezni. A vízminta analízise után vakpróbát kell végeznünk. 100,00 cm³ ioncserélt vízhez hozzáadunk 5 cm³ 1:2 H₂SO₄-at, felforraljuk és hozzáadunk 20,00 cm³ 0,002 M KMnO₄-ot a forró oldathoz. Utána tovább forraljuk pontosan 10 percig. A forró oldathoz

hozzáadunk $20,00 \text{ cm}^3$ $0,005 \text{ M}$ oxálsav oldatot, majd a színtelen oldatot halvány rózsaszínűre titráljuk $0,002 \text{ M KMnO}_4$ -tal.

A kémiai oxigénigény kiszámítása. A KOI kiszámításához ismernünk kell a kálium-permanganát és oxálsav között lejátszódó reakciót.



A meghatározás során a vízben levő anyagokat ismert mennyiségű kálium-permanganáttal eloxidáltuk, majd a feleslegben maradt oxidálószerhez ismert mennyiségű oxálsavat adtunk, amit a KMnO_4 oldattal visszatitráltunk. Így a meghatározás során az összes oxidálószer (KMnO_4) mennyiségét az általunk bemért $20,00 \text{ cm}^3$ + a visszatitrálásakor mért fogyás összege adja meg, míg az összes redukálószer ($(\text{COOH})_2$) a minta oxidálható szerves anyag tartalma + $20,00 \text{ cm}^3$ oxálsav összege. A vízminta titrálásakor kapott fogyások átlagából ki kell vonnunk a vakpróbára kapott fogyást a KOI kiszámításához (ld. az alábbi sémát).



V_m : A $0,005 \text{ M} (\text{COOH})_2$ visszatitrálásához fogyott $0,002 \text{ M KMnO}_4$ térfogata (cm^3)

V_{vak} : A „vakpróba” titrálásakor fogyott $0,002 \text{ M KMnO}_4$ térfogata (cm^3)

KOI = Ezzel a KMnO_4 térfogattal egyenértékű O tömege (mg) 1 dm^3 vízmintára vonatkoztatva.

$$KOI(\text{mg} / \text{dm}^3) = \frac{(V_m - V_{vak}) \cdot c(\text{KMnO}_4) \cdot \frac{5}{2} \cdot A(O)}{V} \cdot 1000$$

ahol

V_m : A $0,005 \text{ M} (\text{COOH})_2$ visszatitrálásához fogyott $0,002 \text{ M KMnO}_4$ térfogata (cm^3)

V_{vak} : A „vakpróba” titrálásakor fogyott $0,002 \text{ M KMnO}_4$ térfogata (cm^3)

$c(\text{KMnO}_4)$: a KMnO_4 mérőoldat pontos koncentrációja (mol/dm^3)

$A(O)$: az oxigén atomtömege ($16 \text{ g}/\text{mol}$)

V : a titrált mintatérfogat (cm^3)

BENYÚJTANDÓ EREDMÉNYEK

- Az elkészített 0,002 M KMnO_4 oldat pontos koncentrációja
- A vizsgált vízminta kémiai oxigénigénye mg/dm^3 -ben

KÉRDÉSEK AZ ÖNÁLLÓ FELKÉSZÜLÉSHEZ

- Mi a kémiai oxigénigény definíciója?
- Soroljon fel néhány (szerves és szervetlen) vegyületet, mely a KOI-t okozza!
- Ismertesse a KOI kálium-permanganátos meghatározásának alapját! (nem konkrét recept!)
- Írja fel a KOI kálium-permanganátos meghatározás egyenletét!
($\text{KMnO}_4 + (\text{COOH})_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow$)
- Soroljon fel a vizek állapotának jellemzésére szolgáló összegparamétereket!