



Standardní operační postup - SOP 04

Stanovení chemické spotřeby kyslíku (CHSK) ve vodách (MERCK)

Předmět SOP

Tento SOP určuje postup metody pro stanovení chemické spotřeby kyslíku (dále jen CHSK) v povrchových a odpadních vodách pomocí zásobních roztoků spektrofotometricky.

Definice

CHSK vyjadřuje množství kyslíku uvolněného dichromanem draselným, který reaguje s oxidovatelnými látkami obsaženými v 1 litru vody za daných zkušebních podmínek.
CHSK = koncentrace biologicky rozložitelných i nerozložitelných organických látek

Princip metody

Oxidace vodného vzorku horkým roztokem dichromanu draselného v kyselině sírové se síranem stříbrným jako katalyzátorem. Chloridy jsou maskovány síranem rtuťnatým. Koncentrace přebytku žlutých iontů $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ → stanovení fotometricky (spektrofotometr Spectroquant NOVA 60).

Rozsah měření

dle zvoleného druhu zásobních roztoků a metody, viz níže
4 – 40 mg/l; 10 – 150 mg/l; 100 – 1500 mg/l; 500 – 10 000 mg/l

Bezpečnostní opatření

Při hodnocení vzorků je nutno dodržovat bezpečnostní opatření. Vzhledem k manipulaci s chemikáliemi je nezbytné použití ochranných pomůcek a rukavic, a pracovat v digestoři. (Obsahuje rtuťnaté sloučeniny, jedná se o T+, tj. vysoce toxické chemikálie.)

Příprava vzorků

- analyzovat co nejdříve po provedení odběru vzorků
- vzorky homogenizovat
- zakalené vzorky přefiltrovat

Postup metody

- k pipetování používáme nastavitelné automatické pipety s jednorázovými špičkami o objemu 5000 μl (5 ml) a 1000 μl (1 ml), případně pipety o menším objemu
- vzorky s přidanými reagenциemi energicky promícháváme pomocí el. míchadla vortex

| | | | | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------|---------------------|
| <p>Pipetujte roztoky A a B do prázdných kruhových kyvet podle požadovaného rozsahu měření a zamíchejte. Dejte pozor, abyste nepřesáhli stanovené objemy roztoků!</p> | | | | |
| Rozsah měření [mg/l CHSK] Číslo metody (NOVA60) | 4 – 40 031 | 10 – 150 014 | 100 – 1500 023 | 500 – 10 000 024 |
| Činidlo A Kat. č. Objem | 114538 0,30 ml | 114538 0,30 ml | 114538 0,30 ml | 114679 2,20 ml |
| Činidlo B Kat. č. Objem | 114681 2,85 ml | 114682 2,85 ml | 114539 2,30 ml | 114680 1,80 ml |
| Kroužením suspendujte sediment na dně kyvety. | | | | |
| Upravený vzorek | 3 ml (1 ml)* | Pipetujte opatrně do nakloněné reakční kruhové kyvety, nechejte opatrně stékat na činidlo** | | |
| Kyvetu pevně uzavřete šroubovacím uzávěrem. Při všech následujících krocích držte kyvetu pouze za víčko! Obsah kyvety intenzivně promíchejte. | | | | |
| Kyvetu zahřívejte v předehřátém termoreaktoru po dobu 120 minut při teplotě 148 °C. Poté nechejte uzavřenou kyvetu při pokojové teplotě ve stojánku vychladnout. Neochlazujte kyvetu studenou vodou! Po 10 minutách obsah kyvety protřepejte a vraťte do stojánku, nechejte vychladnout na pokojovou teplotu (minimálně 30 minut). Proveďte měření ve fotometru. | | | | |

*Takové množství vzorku přidáváme pouze v případě měření v rozsahu 500 – 10 000 mg/l CHSK.

**Používejte ochranné brýle na oči! Kyveta se zahřeje!

Poznámky k měření

- kyveta musí být vždy čistá a suchá → otřít povrch hadříkem/buničinou
- jakékoliv zakalení roztoku způsobuje vykázaní falešných hodnot
- reakční kruhovou kyvetu vložíme do spektrofotometru Spectroquant NOVA 60 → je potřeba ručně zadat zvolenou metodu dle měřeného rozsahu (viz Postup metody)
- naměřené hodnoty zůstávají stabilní po dlouhou dobu
- spektrofotometr vyhodnotí koncentraci měřené látky v jednotkách mg/l
- **obsah kyvety nevylévejte do běžného odpadu!**

