

Oxidovatelnost - CHSK_{Mn}(Kubelova metoda)

Podstata stanovení: Varem vzorku s přebytkem roztoku manganistanu draselného v silně kyselém prostředí dochází k oxidaci organických látek ve vzorku. Nadbytek manganistanu se odstraní přidáním známého množství standardního roztoku kyseliny šťavelové, která se manganistanem zpětně titruje.

Činidla:

- (1) **Kyselina sírová:** ředěná 1+2 (1 díl kyseliny, dva díly vody). Ke 30 % kyselině se přidá několik kapek roztoku KMnO₄ do slabě růžového zbarvení.
- (2) **Manganistan draselný:** pracovní odměrný roztok 0,01N (0,002M): 0,32 g KMnO₄ se rozpustí a doplní do 1 litru destilovanou vodou. Faktor roztoku je nutno často kontrolovat. Obvykle se stanoví ve vzorku právě ztitrovaném do růžového zbarvení, a to tak, že se k němu přidá 15 ml standardního roztoku kyseliny šťavelové, zahřeje k varu a za horka titruje odměrným roztokem manganistanu draselného ke vzniku rozeznatelného růžového zbarvení. Faktor se počítá jako průměr ze tří stanovení.
- (3) **Kyselina šťavelová:** standardní roztok 0,01 N (0,005M) : 0,6302 g (COOH)₂ · 2H₂O se rozpustí a doplní do 1 litru destilovanou vodou. 1 ml roztoku odpovídá 0,08 mg CHSK_{Mn}.
- (4) **Ředící voda:** pro ředění vzorků s příliš vysokým obsahem organických látek se používá voda redestilovaná ve skleněné aparatuře v kyselém prostředí. K 1 litru destilované vody ve dvoulitrové varné baňce se přidá 0,5 g KMnO₄, 2 ml H₂SO₄ 30%, nasadí se chladič a předestiluje. První podíl destilátu (asi 150 ml) se vyleje, zbytek se může použít k ředění vzorků.

Postup stanovení:

Ke 100 ml vzorku nebo menšímu množství (50-25-10 ml) doplněném do 100 ml ředící vodou odměří se, přidá 20 ml odměrného roztoku manganistanu a 5 ml 30% kyseliny sírové. Do baňky se vloží asi 4 varné kuličky. Vzorek se ihned zahřívá tak, aby k varu došlo do 5 minut po přidání činidel. Vaří se přesně 10 minut. Pak se do baňky přidá 20 ml roztoku kyseliny šťavelové. Odbarvený roztok se ihned titruje za horka manganistanem do slabě růžového zbarvení. Spotřeba manganistanu se odečítá s přesností alespoň 0,05 ml.

Výpočet:

$$\text{oxidovatelnost CHSK}_{\text{Mn}} (\text{mg.l}^{-1}) = \frac{a \cdot f \cdot 80}{V}$$

a - spotřeba manganistanu při titraci vzorku v ml

f - faktor manganistanu

V - objem vzorku vzatý do práce

Poznámky:

- a) Spotřeba titračního roztoku manganistanu nesmí být vyšší než 12 ml. V opačném případě se musí stanovení provádět znovu se zředěným vzorkem. U ředěných vzorků nesmí být spotřeba menší než 4 ml.
- b) Varné baňky musí být předem vyvařeny bez nečistot.
- c) Výsledky jsou srovnatelné jen za pečlivého dodržení všech podmínek stanovení. Lze kontrolovat stanovením CHSK standardní látky (kyselina šťavelová), jejíž hodnota CHSK_{Mn} je známa.