

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

VOLTAMPEROMETRIE

Stanovení rozpuštěného kyslíku



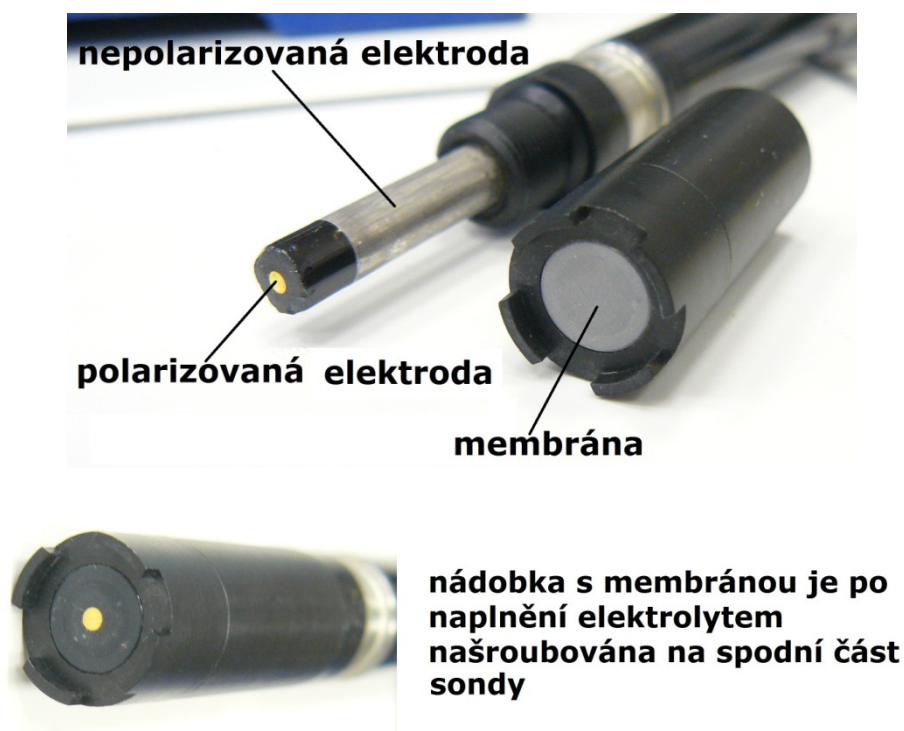
Inovace předmětu probíhá v rámci projektu
**CZ.1.07/2.2.00/28.0302 Inovace studijních programů AF a ZF MENDELU směřující k vytvoření
 mezioborové integrace.**
 Projekt je spolufinancován z Evropského sociálního fondu a státního rozpočtu České republiky

Teorie:

Voltamperometrie patří mezi klasické elektrochemické metody, při níž na elektrodě dochází k redoxní reakci, systémem protéká elektrický proud. Při voltamperometrii měříme průchod elektrického proudu mezi polarizovanou a nepolarizovanou elektrodou v závislosti na napětí (rozdíl potenciálů) na elektrodách. Pokud je polarizovanou elektrodou rtuťová kapka a nepolarizovanou hladina rtuti na dně nádoby s analytem, mluvíme o polarografii.

Polarizovaná elektroda je elektroda malého povrchu s vloženým stejnosměrným napětím. Na transport stanovované látky (depolarizátoru) k elektrodě má vliv difúze, měříme limitní difúzní proud. Nepolarizovaná elektroda má povrch výrazně větší než polarizovaná, transport látek k elektrodě není difúzí ovlivněn. Množství analytu, který se redoxní reakcí na polarizované elektrodě přemění, je zanedbatelně malé, nedojde ke změně koncentrace analytu.

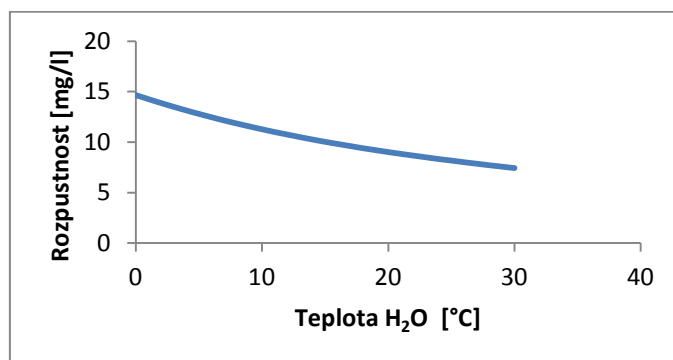
Při měření rozpuštěného kyslíku je napětí vložené na elektrody konstantní, odpovídá potenciálu, při kterém dochází k redukcí kyslíku. Elektrolyt uvnitř sondy je od roztoku měřeného oddělen membránou, propustnou pouze pro plyny. S rostoucím množstvím rozpuštěného kyslíku ve zkoumaném roztoku roste proud protékající mezi elektrodami.



Obrázek č. 1: Detail polarografické sondy

Pro rozpustnost kyslíku, stejně jako ostatních plynů, které s roztokem nereagují, platí Henryho zákon: "Rozpustnost plynu za dané teploty je přímo úměrná parciálnímu tlaku plynu nad hladinou roztoku.". Množství rozpuštěného kyslíku je ovlivněno třemi základními faktory.

Teplota - množství rozpuštěného kyslíku se se zvyšující teplotou snižuje. Pro standardizaci přístrojů je proto důležitá teplotní kompenzace. Závislost rozpustnosti kyslíku ve vodě na teplotě je patrná z následujícího grafu.



Obrázek č. 2: Závislost rozpustnosti O₂ na teplotě

Salinita (obsah rozpuštěných solí) - s rostoucí salinitou roztoku klesá množství rozpuštěného kyslíku. Přístroje jsou většinou vybaveny manuální korekcí na salinitu. Množství rozpuštěných solí se zjistí konduktometricky.

Atmosférický tlak - množství rozpuštěného kyslíku se snižuje s klesajícím atmosférickým tlakem. Přístroje jsou vybaveny automatickou korekcí atmosférického tlaku.

Obsah rozpuštěného kyslíku v roztoku je základním parametrem monitorování různých procesů:

- určování kvality vody pro životní prostředí, rybářství
- čištění odpadních vod
- bioreaktory
- produkce vína a dalších nápojů

Používáním elektrochemických detektorů můžeme nahradit velice zdoluhavé a pracné stanovování rozpuštěného kyslíku titračními metodami.

Úkoly:

- 1) Kalibrace přístroje vzduchem nasyceným vodou
- 2) Stanovení obsahu rozpuštěného kyslíku v roztocích, kompenzace na salinitu

1. Kalibrace přístroje vzduchem nasyceným vodou

Princip:

Parciální tlak kyslíku ve vzduchem nasycené vodě je v rovnovážném stavu roven parciálnímu tlaku kyslíku ve vodou nasyceném vzduchu (100% vzdušná vlhkost). Díky tomu elektroda kalibrovaná ve vodou nasyceném vzduchu je schopna správně měřit parciální tlak kyslíku ve vzorku vody. Této vlastnosti je využito při nejjednodušší a nejpřesnější kalibraci elektrody pro měření rozpuštěného kyslíku. Míra difúze kyslíku ve vodě a vzduchu se mírně liší, proto aplikují přístroje při této kalibraci korekční faktor, pro dosažení správného měření u vzduchem nasycené vody. Korekční faktor je 102,3%.

Postup:

Kalibrace vzduchem nasyceným vodou probíhá pomocí nátrubku (obrázek č. 3), který nasadíme na elektrodu. Před kalibrací odstraníme uzávěr nátrubku a vyjmeleme houbičku. Houbičku nasytíme destilovanou vodou, přebytečnou vodu z houbičky vytlačíme, vrátíme houbičku zpět do nátrubku a uzavřeme jej zátkou.



Obrázek č. 3: Nátrubek pro kalibraci vzduchem nasyceným vodou

Vložíme sondu do nátrubku, tak aby se membrána nedotýkala houbičky. Tlačítkem F1 zvolíme kalibraci, z následující nabídky potvrdíme tlačítkem F3 kalibraci vzduchem nasyceným vodou a opakovaným stlačením F3 kalibraci spustíme. Po ustálení hodnoty se nasycení 102,3% objeví na display. Kalibraci opustíme stlačením F2, přístroj zobrazí parametry kalibrace, do modu měření přejdeme stlačením F1.




Obrázek č.4: Kalibrace přístroje vzduchem nasyceným vodou

2. Stanovení obsahu rozpuštěného kyslíku v roztocích, kompenzace na salinitu

Postup:

Z připravených roztoků vzorků přelijeme asi 20 ml do 50 ml kádinek. Amperometrickou sondu vyjmeme z kalibračního nátrubku, opláchneme ji destilovanou vodou a ponoříme do roztoku vzorku asi 1 cm pod hladinu. Zkontrolujeme, zda se na

membráně sondy neutvořila bublinka. Měření spustíme stlačením tlačítka , po ustálení měřené hodnoty přestane oznámení "ready AR" na display blikat. Naměřenou hodnotu

uložíme do paměti přístroje pomocí tlačítka . Po opláchnutí sondy destilovanou vodou pokračujeme měřením dalšího vzorku.

Roztoky vzorků změříme ještě jednou s využitím funkce manuální kompenzace salinity. U jednotlivých vzorků určíme pomocí konduktometru vodivost vzorků, kterou přepočteme na salinitu (viz úloha Konduktometrie). Hodnotu salinity vložíme do přístroje. Postupným zmáčknutím tlačítka F3 zobrazíme menu základních parametrů, přejdeme na řádek "Salinity control" a opět zmáčkneme F3. Tlačítkem F2 postoupíme k zadání hodnoty salinity. Hodnotu uložíme F2 a dalším stlačením se vrátíme do módu měření. Postup je znázorněn na obrázku č. 5.



Obrázek č. 5: Vložení hodnoty salinity do měřícího přístroje

Protokol:

- 1) Tabulka s hodnotami koncentrace rozpuštěného kyslíku v mg/l bez korekce na salinitu, vodivost a salinita, hodnota koncentrace rozpuštěného kyslíku s korekcí na salinitu.