

Testovacia súprava na stanovenie rozpusteného kyslíka vo vode

Winklerova metóda

Obsah testovacej súpravy (*náhradná náplň):

Postačuje na 100 testov s priemerným obsahom kyslíka 9 mg/l O₂

30 ml Oxygen 1*	100 ml TL SA 10*	1 titračná striekačka 0–10 mg/l O ₂
30 ml Oxygen 2*	1 reakčná banka	(1 gradačná značka \triangle 0,2 mg/l)
2 x 30 ml Oxygen 3*	1 skúmavka	2 kvapkacie hroty
10 ml Oxygen 4*	s kruhovou značkou	

Bezpečnostné upozornenia:

Oxygen-1 obsahuje 25–83 % chlorid manganatý, Oxygen-2 obsahuje 20–55 % roztok hydroxidů sodného, Oxygen-3 obsahuje 51–80 % kyseliny sírovej.

H314 spôsobuje vážne popáleniny kože a poškodzuje oči.

P260, P280, P301+330+331, P303+361+353, P304+340, P305+351+338 Nevdychujte výpary. Používajte ochranné rukavice / ochranu očí. V PRÍPADE POŽITIA: Vypláchnite si ústa vodou. NEVYVOLÁVAJTE dávenie. PRI KONTAKTE S POKOŽKOU (alebo s vlasmi): Okamžite si vyzlečte všetok kontaminovaný odev. Opláchnite pokožku vodou / pod prúdom vody. PO VDÝCHNUTÍ: Vyvedte osobu na čerstvý vzduch a zabezpečte jej pokoj v polohe pohodlnej pred dýchanie. PRI KONTAKTE S OČAMI: Niekoľko minút opatrne oplachujte vodou. Ak má osoba kontaktné šošovky, vyberte ich, ak je to možné. Pokračujte v oplachovaní. Pre ďalšie informácie si vyžiadajte kartu bezpečnostných údajov.

Úvodná pripomienka: Pre zabezpečenie presnosti pri vykonávaní tohto analytického stanovenia je nutné pridať prvé činidlo, až kým reakčná banka nepreteká. Pretekánie sa zintenzívni po vložení zátky. Odporúča sa teda zakryť pracovnú plochu filtrovým papierom s polyetylénovým povrchom (napr. MN 210 PE).

Postup:

1. Niekoľko krát opláchnite reakčnú banku vodou zo vzorky a naplňte ju, až kým nepreteká.
2. Pridajte 4 kvapky prípravku Oxygen 1.
3. Pridajte 4 kvapky prípravku Oxygen 2.
4. Zatvorte banku zátkou a pretrepávajte.
5. Po 2 minútach pridajte 12 kvapiek prípravku Oxygen 3, banku zatvorte a pretrepávajte, až kým sa usadenina nerozpuští.
6. Opláchnite skúmavku roztokom od bodu "5", potom skúmavku naplňte až po kruhovú značku.
7. Pridajte 1 kvapku prípravku Oxygen 4. Roztok sa zafarbí na modro-sivo až svetlomodro. V prípade potreby pridajte viac činidla, až kým sa neobjaví zafarbenie.
8. Nasadte kvapkací hrot na titračnú striekačku. Piest zatlačte dolu, hrot ponorte do titračného roztoku TL SA 10 a pomaly vytlačte piest naspäť, až kým spodný okraj čierneho uzáveru piestu nedosiahne úroveň hodnoty 0 na stupnici. Malý vzduchový vačok pod piestom nemá vplyv na stanovenie hodnoty.

9. **Pridanie titračného roztoku:** Odporúčame držať striekačku v ľavej ruke a skúmavku v pravej ruke (viď náčrt), potom pomaly pridávať titračný roztok po kvapkách za mierného krúženia skúmavkou, až kým testovací roztok nie je úplne bezfarebný. Tesne pred ukončením titrácie sa farba roztoku zmení na svetlomodrú. Posledná zmena na **bezfarebný roztok** je dobre viditeľná na bielom pozadí. Odčítajte obsah kyslíka v mg/l na valci striekačky (spodný okraj čierneho kruhového prúžku na pieste). Titrácia sa nesmie vykonávať príliš pomaly. Po skončení titrácie ignorujte ďalšiu zmenu farby späť na modrú.
10. Ak obsah jednej striekačky nie je dostatočný na dosiahnutie poslednej zmeny farby na bezfarebný roztok (t.j. koncentrácia vyššia ako 10 mg/l O₂), v tom prípade opätovne naplňte striekačku roztokom TL SA 10 a pokračujte v titrácii, až kým testovací roztok nie je bezfarebný. Odčítajte výsledok podľa vyššie uvedeného postupu a na každé naplnenie striekačky pripočítajte 10 mg/l O₂.

Túto techniku je možné použiť aj na analýzu morskej vody.

Likvidácia vzoriek: Vzorky použité na analýzu je možné spláchnuť vo výlevke vodou z vodovodu s odvodom do miestnej čističky odpadových vôd.

Interferencie: Oxidačné a redukčné látky interferujú, ako napríklad aktívny chlór, siričitan, sulfid a vyššie zlúčeniny manganu. Organické zlúčeniny interferujú, ak hladina manganistanu draselného prevyšuje 60 mg/l. Túto interferenciu je možné prekonať následným pridaním 3 ml roztoku hydrogén uhličitý amónneho (20 g v 100 ml destilovanej vody).

Lóny železa (II) tiež interferujú:

1 mg/l Fe²⁺ \triangle 0,14 mg/l O₂



MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG · Neumann-Neander-Str. 6–8 · 52355 Düren · Nemecko

Tel.: +49 24 21 969-0 · Fax: +49 24 21 969-199 · info@mn-net.com · www.mn-net.com