

1 Stanovení neutralizačních kapacit a forem oxidu uhličitého

1.1 Úvod

U neporušených přírodních vod jsou jejich acidobazické vlastnosti určovány především přítomností rozpustných forem CO_2 :

CO_2 (ve vodě fyzikálně rozpuštěný) – $\text{CO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ (hydratovaný) – H_2CO_3 – HCO_3^- – CO_3^{2-}

Ve vodě všechny tyto formy (společně s CaCO_3) koexistují v určité rovnováze, určující pH vody (viz rovnice vápenato-uhličitanové rovnováhy, Modul 1, 5.33).

Vzhledem k distribuci rozpuštěných forem CO_2 v rozmezí pH 4,5 až 8,3 a k reakcím, které probíhají při titracích $\text{KNK}_{4,5}$ a $\text{ZNK}_{8,3}$ (viz Modul 1, rovnice 5.34 a 5.36), platí v přírodních vodách, ve kterých je pH určováno rovnováhou forem oxidu uhličitého:

- $c(\text{CO}_2) = \text{ZNK}_{8,3}$ v mmol/l
- $c(\text{HCO}_3^-) = \text{KNK}_{4,5}$ v mmol/l

Jak bylo uvedeno výše, oxid uhličitý je plyn rozpuštěný ve vodě. Proto při manipulaci s vodami, které ho obsahují zejména ve vyšších koncentracích, dochází k jeho těkání, a tedy ztrátám. K tomu může docházet i při stanovení CO_2 jako $\text{ZNK}_{8,3}$ podle pracovního postupu A, a to zejména při vypouštění vzorku z pipety do titrační baňky a při míchání vzorku v průběhu titrace. Proto byl vyvinut alternativní postup (B), který uvedené ztráty eliminuje tím, že zkoušená voda se vypouští pod hladinu hydroxidu sodného, kde okamžitě dojde k reakci



Vzniklý hydrogenuhličitan netěká. Nezreagovaný NaOH se stanoví zpětnou titrací jako $\text{KNK}_{4,5}$, při které dochází k reakci



1.2 Použité metody

1.2.1 Stanovení $\text{KNK}_{4,5}$

Činidla

odměrný roztok HCl, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

indikátor: roztok methyloranže

Postup

Odpipetujte 50 ml vzorku (V_0) do titrační baňky. Přidejte pár kapek methyloranže a titrujte odměrným roztokem HCl do cibulového zbarvení. Spotřeba HCl je V_e ml. Přesnost odečtu z byrety na desetiny ml.

Výpočet

$$\text{KNK}_{4,5} (\text{mmol} / \text{l}) = \frac{V_e \cdot c(\text{HCl}) \cdot 1000}{V_0} \quad [1.3]$$

1.2.2 Stanovení ZNK_{8,3}

Činidla

odměrný roztok NaOH, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol.l}^{-1}$

odměrný roztok HCl, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol.l}^{-1}$

indikátor: roztok fenolftaleinu

Postup A

Odpipetujte do titrační baňky 100 ml vzorku vody (V_0). Po přidavku pár kapek fenolftaleinu titrujte do trvale růžového zbarvení odměrným roztokem NaOH. Spotřeba V_e ml.

Výpočet A

$$\text{ZNK}_{8,3}(\text{mmol/l}) = \frac{V_e \cdot c(\text{NaOH}) \cdot 1000}{V_0} \quad [1.4]$$

Postup B

Z byřety odměřte do titrační baňky N ml odměrného roztoku NaOH a doplňte na cca 50 ml destilovanou vodou. Pak přidejte pipetou V_0 ml analyzovaného vzorku (jeho odběr musí být proveden opatrně tak, aby nedošlo k jeho aeraci, např. přelíváním). Během přidavku vzorku musí být špička pipety ponořena do roztoku NaOH. Po přidavku pár kapek fenolftaleinu titrujte KNK_{8,3} do odbarvení roztoku odměrným roztokem HCl. Spotřeba V_K ml.

Množství roztoku NaOH N (ml) zvolte podle spotřeby NaOH při titraci dle postupu A tak, že N (ml) = $V_e + 20$ (zaokrouhlí se na celé číslo).

Poznámka: pokud se roztok NaOH po přidavku vzorku vody a fenolftaleinu nezbarví, je nutno stanovení opakovat s větším množstvím NaOH.

Výpočet B

$$\text{ZNK}_{8,3}(\text{mmol/l}) = \frac{[N \cdot c(\text{NaOH}) - c(\text{HCl}) \cdot V_K] \cdot 1000}{V_0} \quad [1.5]$$

1.3 Úkoly

Ke všem pokusům použijte modelovou hlubinnou, proplyněnou vodu.

1.3.1 Stanovení pH

Stanovte pH vody pH-metrem.

1.3.2 Stanovení obsahu HCO₃⁻

Stanovte KNK_{4,5} ve vzorku vody výše uvedeným postupem. Vypočtěte hmotnostní koncentraci hydrogenuhličitanů, jestliže $M_r(\text{HCO}_3^-) = 61$.

1.3.3 Stanovení obsahu CO₂

Stanovte ZNK_{8,3} ve vzorku vody výše uvedenými postupy A i B. Pro oba postupy vypočtěte hmotnostní koncentraci oxidu uhličitého, jestliže $M_r(\text{CO}_2) = 44$. Porovnejte oba výsledky a zdůvodněte rozdíl.

2 Fosfor ve vodách, stanovení ortofosforečnanů

2.1 Úvod

Fosfor je významnou součástí přírodních vod, protože jeho koncentrace bývá limitující pro rozvoj fytoplanktonu a rozvinutí dalších příznaků eutrofizace. Forma fosforu, využitelná řasami pro stavbu biomasy, jsou jednoduché ortofosforečnany PO_4^{3-} .

Ortofosforečnany se ve vodách obvykle stanovují fotometrickou metodou uvedenou níže. Principem je tvorba barevného komplexu, absorbujícího světelné záření o $\lambda = 690 \text{ nm}$. Intenzita zbarvení se měří fotometricky. Jak vyplývá z Lambert-Beerova zákona, intenzita zbarvení je úměrná koncentraci PO_4^{3-} . V oblasti nízkých koncentrací je tato závislost lineární. Tato oblast se využívá pro stanovení.

Před vlastním stanovením je třeba nejdříve sestavit kalibrační křivku, tedy závislost $A = f(c)$, kde A je měřená absorpance a c je koncentrace P- PO_4 . To se provádí změřením absorpance řady roztoků zkoumané látky o známé koncentraci a grafickým znázorněním této závislosti. Graf se potom používá pro odečet koncentrace látky v neznámém vzorku. Závislost lze zpracovat též matematicky a počítat koncentraci látky ze směrnice rovnice přímky kalibračního grafu. Toho využívají fotometry, které v sobě mají uloženy kalibrační křivky pro jednotlivé zkoumané látky. Ze změřené absorpance počítají koncentraci a tento výsledek zobrazují na displeji.

2.2 Použité metody

2.2.1 Fotometrické stanovení fosforečnanů

Princip metody

Ortofosforečnany reagují v prostředí H_2SO_4 za katalýzy antimonitých iontů s molybdenanem amonným za vzniku žlutého komplexu kyseliny molybdátosfosforečné, která po redukcí kyselinou askorbovou přechází na molybdátosfosforečnou modř. Měří se intenzita modrého zbarvení při $\lambda = 690 \text{ nm}$.

Činidla

kyselina askorbová, roztok 10 g kys. askorbové ve 100 ml vody

směsné činidlo: kyselina sírová + molybdenan amonný + vinan antimonylodrasselný

Postup

Naplňte vzorkem 50 ml odměrnou baňku. Přidejte 1,0 ml roztoku kyseliny askorbové, 4,0 ml směsného činidla a roztok promíchejte. Po 10 minutách od přídatku činidel změřte absorpanci (A) při $\lambda = 690 \text{ nm}$ proti destilované vodě.

2.3 Úkoly

2.3.1 Sestrojení kalibrační křivky

Zásobní roztok KH_2PO_4 o koncentraci 200 mg/l P- PO_4 zředíte ve 100 ml odměrné baňce na koncentraci 4 mg/l (roztok I). Z tohoto standardního roztoku připravte řadu ředění tak, že do 50 ml odměrných baněk nadávkuje objem roztoku I (standardu) podle následující tabulky a doplníte destilovanou vodou po rysku.

ml roztoku I/50 ml	2	5	10	15	20
$c(\text{P-PO}_4)$, mg/l					
absorbance					

Vzorky zpracujte postupem pro fotometrické stanovení fosforečnanů.

Sestrojte kalibrační křivku jako závislost $A = f(c)$.

2.3.2 Stanovení obsahu P- PO_4 v neznámém vzorku

Neznámý vzorek vody zpracujte postupem pro fotometrické stanovení fosforečnanů. Koncentraci P- PO_4 odečtěte z kalibrační křivky.

Výsledek $c(\text{P-PO}_4)$ vyjádřete rovněž jako $c(\text{PO}_4)$. $A_r(\text{P}) = 30,94$, $M_r(\text{PO}_4) = 94,94$

3 Dusík ve vodách, stanovení dusičnanů

3.1 Úvod

Dusík se vyskytuje ve vodách vázaný ve formě amoniaku (N-NH₄), dusitanů (N-NO₂), dusičnanů (N-NO₃), organických látek N_{org} a jako rozpuštěný plyn N₂, který ale má ve vodách malý význam, a proto se běžně nestanovuje.

Koncentraci dusíkatých látek lze vyjadřovat buď jako koncentraci celé molekuly nebo iontu (např. NO₃⁻) nebo jako koncentraci dusíku, v této částici vázaného (označení N-NO₃). Vztah mezi oběma způsoby vyjádření je pak

$$c(\text{NO}_3^-) = c(\text{N} - \text{NO}_3) \cdot \frac{M_r(\text{NO}_3^-)}{A_r(\text{N})} \quad [3.1]$$

První způsob má tradici v některých zákonných ustanoveních. Např. právě koncentrace dusičnanů v pitné vodě je limitována hodnotou 50 mg/l NO₃⁻. Tento způsob vyjadřování i limitní hodnota jsou zakořeněny v povědomí veřejnosti, proto by bylo komplikované je měnit. Druhý způsob má ovšem výhodu v tom, že výsledky jsou názornější a koncentrace dusíku, vázaného v jednotlivých látkách, se dají sčítat, což u prvního způsobu nelze.

V souvislosti s analýzou dusíkatých látek a prezentací naměřených výsledků je důležitá zejména definice jednotlivých skupin dusíkatých látek:

- Anorganický dusík – součet všech anorganických forem dusíku:

$$N_{\text{anorg}} = \text{N-NH}_4 + \text{N-NO}_2 + \text{N-NO}_3 \quad [3.2]$$

- Oxidované formy dusíku:

$$N_{\text{ox}} = \text{N-NO}_2 + \text{N-NO}_3 \quad [3.3]$$

- Kjeldahlův dusík – součet amoniakálního a organického dusíku. Název je odvozen od metody kjeldahlizace (zavedené v 2. polovině 19. století dánským chemikem Johanem Kjeldahlem), při které je vzorek mineralizován za uvolnění dusíku vázaného v organických látkách ve formě amoniaku. Metoda je zakončena stanovením amoniakálního dusíku. Výsledek je součtem N-NH₄, původně přítomného ve vzorku, a N-NH₄, uvolněného z organických látek:

$$N_{\text{KJ}} = \text{N-NH}_4 + N_{\text{org}} \quad [3.4]$$

- Celkový dusík – součet všech forem dusíku ve vodě s výjimkou rozpuštěného N₂:

$$N_{\text{c}} = \text{N-NH}_4 + \text{N-NO}_2 + \text{N-NO}_3 + N_{\text{org}} \quad [3.5]$$

3.2 Použité metody

3.2.1 Fotometrické stanovení dusičnanů

Princip metody

Kyselina dusičná (uvolněná kyselinou sírovou z dusičnanů obsažených ve vzorku vody) nitruje kyselinu salicylovou. Po zalkalizování roztoku přídavkem NaOH (tj. po ionizaci

karboxylové skupiny) se tyto nitroderiváty žlutě vybarví. Měří se intenzita žlutého zbarvení při $\lambda = 415$ nm.

Činidla

salicylan sodný, 1 % vodný roztok

kyselina sírová, koncentrovaná

hydroxid sodný, 30 % roztok

Postup

Odpipetujte 10 ml vzorku do odpařovací misky. Přidejte 0,2 ml roztoku NaOH a 1,0 ml salicylanu sodného. Po promíchání (krouživým pohybem misky) odpařte na plotýnce dosucha. K odparu přidejte 1,0 ml H_2SO_4 a pokračujte v zahřívání ještě 2-3 minuty. Po mírném ochlazení přidejte asi 20 ml destilované vody, a dále 7,0 ml roztoku NaOH. Promíchejte obsah misky pomalým krouživým pohybem a potom jej kvantitativně převedte do odměrné baňky o objemu 50 ml. Vyčkejte ochlazení na laboratorní teplotu a potom doplňte destilovanou vodou po rysku. Změřte absorbanci (A) při $\lambda = 415$ nm proti destilované vodě.

3.3 Úkoly

3.3.1 Stanovení obsahu N- NO_3 v neznámém vzorku

Neznámý vzorek vody zpracujte výše uvedeným postupem. Koncentraci N- NO_3 odečtěte z kalibrační křivky.

Výsledek $c(N-NO_3)$ vyjádřete rovněž jako $c(NO_3)$. $A_r(N) = 14,01$, $M_r(NO_3) = 62,01$.

Výsledek porovnejte s Nařízením vlády 61/2003 Sb. ve znění Nařízení vlády 229/2007 Sb., které stanoví pro povrchové vody limitní koncentraci 7 mg/l N- NO_3 .

3.3.2 Výpočty

S použitím rovnic 3.1 až 3.5 proveďte následující výpočty:

1. Vyhovuje Nařízením vlády 61/2003 Sb. voda, obsahující 25,8 mg/l NO_3^- ?
2. Voda obsahuje 2,3 mg/l N- NO_2 . Jaký je obsah NO_2^- ?
3. Jaký je obsah N_{org} ve vodě, obsahující 5,8 mg/l N_{KJ} a 4,2 mg/l NH_4^+ ?
4. Voda obsahuje 35 mg/l NO_3^- , 1,2 mg/l NO_2^- a 4,5 mg/l NH_4^+ . Jaká je koncentrace N_{anorg} ?
5. Voda obsahuje 20 mg/l NO_3^- a 1,8 mg/l NO_2^- . Jaká je koncentrace N_{ox} ?
6. Voda obsahuje 100 mg/l N_{KJ} , 3,8 mg/l N_{org} , 0,2 mg/l NO_2^- a 5 mg/l NO_3^- . Kolik obsahuje N_{anorg} ?
7. Voda obsahuje následující koncentrace dusíkatých látek. $NH_4 - 82,5$ mg/l, $NO_2 - 2,8$ mg/l, $NO_3 - 18,7$ mg/l, $N_{org} - 6,4$ mg/l. Vypočtěte koncentraci N_c , N_{ox} , N_{anorg} a N_{KJ} .

4 Aktivní chlor

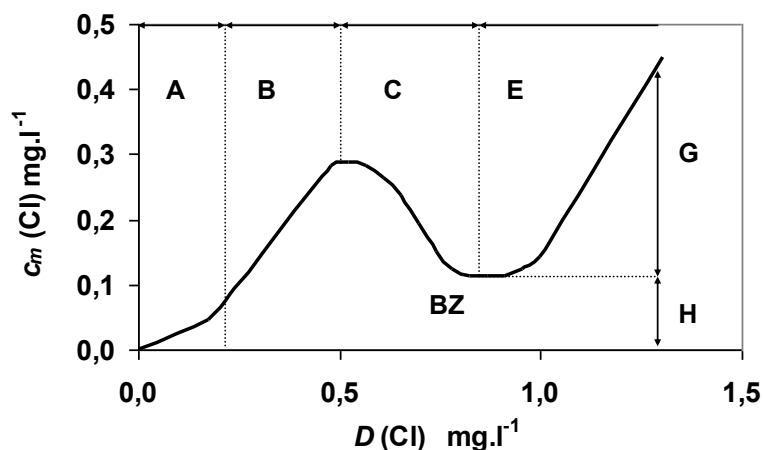
4.1 Úvod

Oxidační účinek chloru a jeho sloučenin se hodnotí podle působení těchto látek na o-tolidin, který je jimi oxidován na žlutě zbarvenou sloučeninu, čehož lze využít i pro kvantitativní fotometrické stanovení chloru. Jako aktivní chlor je označován chlor vázaný v těchto sloučeninách, které takto s o-tolidinem reagují.

Chlor (Cl_2) oxiduje anorganické i organické sloučeniny. Reakce s anorganickými látkami (Fe^{2+} , NO_2^-) je zpravidla rychlá, reakce s organickými látkami probíhá obvykle pomaleji (někdy trvá i hodiny).

Vedle oxidačních účinků má chlor i další účinky. K nejvýznamnějším patří oxidačně chlorační účinek. Při této reakci se uplatňují oba uvedené děje, tj. oxidace i chlorace. Příkladem je reakce chloru s NH_4^+ .

Při chlorování vody s obsahem NH_4^+ vypadá závislost koncentrace aktivního chloru $c_m(\text{Cl})$ na dávce chloru $D(\text{Cl})$ tak, jak znázorňuje obr. 4.1.



Obr. 4.1: Chlorační křivka v přítomnosti amonných iontů

Na chlorační křivce lze rozlišit čtyři úseky:

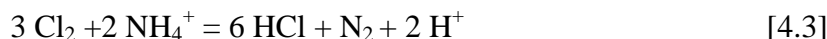
- A) V tomto úseku dochází k oxidaci a chloraci látek obsažených ve vodě. V přítomnosti NH_4^+ se tato prodleva na chlorační křivce projevuje jen tehdy, když je rychlost oxidace či chlorace větší než rychlost tvorby chloraminů.

- B) V této oblasti se tvoří chloraminy, příp. organické chloraminové komplexy, které označujeme jako vázaný aktivní chlor:



Vrchol na křivce odpovídá stavu, kdy jsou veškeré NH_4^+ přeměněny na chloraminy.

- C) V tomto úseku dochází při vysokém poměru Cl_2 : NH_4^+ k reakci mezi chlorem a NH_4^+ :



Minimum na křivce se nazývá bod zlomu, či zvratu (BZ). Ve vodě existuje v tomto úseku jen vázaný aktivní chlor.

- D) Za bodem BZ zůstává určité množství vázaného aktivního chloru (H) z nerozložených chloraminů, příp. některých chlorovaných organických sloučenin. Úměrně s množstvím přidaného chloru vzrůstá za bodem zlomu zbytková koncentrace volného aktivního chloru (G).

4.2 Použité metody

4.2.1 Titrační metoda stanovení koncentrace aktivního chloru

Princip

Aktivní chlor reaguje s jodidem za vzniku volného jodu. Vyloučený jod se titruje roztokem thiosíranu, přičemž se redukuje zpět na jodid:



Činidla

jodid draselný, pevný

odměrný roztok $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,05 \text{ mol.l}^{-1}$

indikátor: škrobový maz

HCl , $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol.l}^{-1}$

Postup

K objemu vzorku V_0 (případně ředěného destilovanou vodou) v titrační baňce přidejte 1 ml zředěné kyseliny chlorovodíkové a nadbytek KI (cca 0,2 g). Po minimálně 3 minutách vyloučený jod titrujte odměrným roztokem thiosíranu ze žluté do bezbarvé. Před koncem titrace (až je titrovaný roztok slabě žlutý) přidejte několik kapek škrobového mazu (škrob reaguje s jodem za vzniku modrého zbarvení). Konec titrace je indikován přechodem z modré do bezbarvé. Spotřeba thiosíranu je V_e ml.

Výpočet

$$c(\text{Cl}) = \frac{V_e \cdot c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot 1000}{V_0} \quad (\text{mmol/l}) \quad [4.6]$$

4.3 Úkoly

4.3.1 Stanovení koncentrace aktivního chloru v roztoku chlornanu

Stanovte koncentraci aktivního chloru $c_0(Cl)$ v roztoku chlornanu výše uvedenou titrační metodou. K rozboru berte $V_0 = 5,0$ ml, tento objem nařed'te na cca 50 ml destilovanou vodou. Vypoč'tete $c_m(Cl)$, jestliže $A_r(Cl) = 35,45$.

4.3.2 Působení chloru na amoniak při různých poměrech $NH_3 : Cl$

Do titrační baňky odpipetujte 5,0 ml roztoku chlornanu. Přidejte y ml roztoku NH_4Cl a nechte reagovat alespoň 10 minut. Pak přidejte cca 50 ml destilované vody. V celém objemu vzorku titračně stanovte zbytkovou koncentraci aktivního chloru $c_1(Cl)$.

Poznámka: Roztok NH_4Cl byl připraven podle koncentrace aktivního chloru v ředěném chlornanu tak, aby $c(NH_4Cl) = cca 0,5 c(Cl)$.

Výsledky vyplňte do tabulky 4.1 (symbol n v tabulce 4.1 označuje počet molů).

Tab. 4.1: Výsledky

1	2	3	4	5	6	7	8
$n_0(Cl)$ v 5 ml roztoku chlornanu	y ml roztoku NH_4Cl	$n(NH_3)$ v y ml roztoku NH_4Cl	$n_0(Cl)/n(NH_3)$	$c_1(Cl)$, mmol/l	zbylý $n_1(Cl)$ v 5 ml roztoku	rozložený $n_2(Cl) = n_0(Cl) - n_1(Cl)$ v 5 ml roztoku	$n_2(Cl)/n(NH_3)$
	0 *)						
	1,0						
	2,0						
	5,0						
	10,0						

*) viz bod 1 pracovního postupu

Sestrojte graf: na osu x vyneste $n_0(Cl)/n(NH_3)$ (sloupec 4), na osu y vyneste $n_2(Cl)/n(NH_3)$ (sloupec 8).

5 Biochemická spotřeba kyslíku

5.1 Úvod

Biochemická spotřeba kyslíku (BSK) je množství molekulárního (vzdušného) kyslíku, který spotřebují mikroorganismy pro biochemický rozklad organických látek.

V přítomnosti amonných solí a nitrifikačních bakterií dochází k biochemické oxidaci NH_4^+ vzdušným kyslíkem na dusitany a dusičnany. Tento biochemický proces je provázen vysokou spotřebou kyslíku. Při stanovení BSK je nežádoucí, a proto se k jeho potlačení přidává allylthiomocovina, což je látka toxická vůči nitrifikačním bakteriím.

Při stanovení biochemické spotřeby kyslíku se volí standardní teplota 20 °C a doba inkubace 5 dnů, kdy však ještě není veškerá biologicky rozložitelná hmota rozložena. Označení je BSK_5 a vyjádření výsledku v mg/l.

5.1.1 Kinetika procesu

Rychlost spotřeby kyslíku je v přítomnosti bakteriální mikroflóry (pokud není ve vzorku, přidává se jako inokulum) úměrná rychlosti rozkladu organické hmoty. Okamžitá rychlost rozkladu organické hmoty je přímo úměrná koncentraci nerozložené biologicky rozložitelné organické hmoty (kinetika 1. řádu):

$$\frac{d\text{BSK}_t}{dt} = k_1 (\text{BSK}_c - \text{BSK}_t)$$

BSK_t je biochemická spotřeba kyslíku v čase t ,

BSK_c je celková biochemická spotřeba kyslíku,

k_1 je rychlostní konstanta.

Položme $\text{BSK}_c - \text{BSK}_t = x$ a $d\text{BSK}_t = -dx$:

$$\frac{dx}{x} = -k_1 \cdot dt$$

$$\int_{\text{BSK}_c}^{\text{BSK}_c - \text{BSK}_t} \frac{dx}{x} = -k_1 \int_0^t dt$$

$$\ln (\text{BSK}_c - \text{BSK}_t) - \ln \text{BSK}_c = -k_1 \cdot t$$

$$\ln \frac{(\text{BSK}_c - \text{BSK}_t)}{\text{BSK}_c} = -k_1 \cdot t$$

převedením přirozeného logaritmu na dekadický se mění hodnota konstanty: $k = k_1/2,302$.

$$\text{BSK}_c - \text{BSK}_t = \text{BSK}_c \cdot 10^{-k \cdot t}$$

$$\text{BSK}_t = \text{BSK}_c (1 - 10^{-k \cdot t})$$

5.2 Stanovení BSK₅

Princip

Organické látky ve vzorku jsou rozkládány činností aerobních mikroorganismů po dobu 5 dní, při teplotě 20 °C a ve tmě. Proces je provázen úbytkem kyslíku, velikost tohoto úbytku se měří.

Materiál

1. Destilovaná voda. Provzdušňuje se cca 24 hodin a uchovává se ve tmě.
2. Fosforečnanový pufr o pH= 7,2
3. Roztok síranu hořečnatého
4. Roztok chloridu vápenatého
5. Roztok chloridu železitého

Příprava zřed'ovací vody

Do 1 litru destilované provzdušněné vody (1) přidejte po 1 ml roztoků 2. až 5..

Vzorky analyzované vody zřed'te zřed'ovací vodou podle následující tabulky:

x = objem vzorku v 1 litru směsi ml	rozsah stanovitelné BSK ₅ mg/l	zaokrouhlení výsledku mg/l
neředěno	0 – 6	0,1
500	4 – 12	0,2
200	10 – 20	0,5
100	20 – 60	1
50	40 – 120	2
20	100 – 300	5
10	200 – 600	10
5	400 – 1200	20
2	1000 – 3000	50
1	2000 - 6000	100

Zředěný vzorek nalijte do kyslíkovky a změřte koncentraci rozpuštěného kyslíku kyslíkovou sondou (c_0). Potom kyslíkovku uzavřete tak, aby pod zátkou nezůstala vzduchová bublina. Po inkubaci 5 x 24 hodiny ve tmě a při teplotě 20 °C (v termostatu) opět změřte koncentraci rozpuštěného kyslíku (c_5).

Paralelně změřte koncentraci kyslíku ve zřed'ovací vodě nalité do kyslíkovky (c_{sl-0}) a totéž po 5denní inkubaci za stejných podmínek jako ředěný vzorek (c_{sl-5}).

Výpočet

$$\Delta c = c_0 - c_5$$

$$\Delta c_{sl} = c_{sl-0} - c_{sl-5}$$

BSK_5 = biochemická spotřeba vzorku vody (mg/l):

$$BSK_5 = \frac{1000 \cdot \Delta c - (1000 - x) \cdot \Delta c_{sl}}{x}$$

x množství vzorku v 1litru ředěné směsi (ml)

5.3 Úkoly

5.3.1 Stanovení BSK_5 neznámého vzorku vody

Stanovte BSK_5 neznámého vzorku vody podle výše uvedeného návodu.

5.3.2 Výpočet průběhu BSK

Vypočtete průběh BSK pro $k = 0,1 \text{ d}^{-1}$ a $0,2 \text{ d}^{-1}$. Sestrojte graf závislosti poměru BSK_t/BSK_c na čase pro čas v intervalu 0 až 20 dní.

6 Organoleptické vlastnosti vody

6.1 Úvod

Standardní roztoky chuťových látek

Zkoumaná chuť	Standardní látka
Sladká	sacharóza
Kyselá	kyselina citrónová
Slaná	chlorid sodný
Hořká	kofein
Trpká	tannin
Kovová	síran železnatý

Poznámky k provedení

Seznamte se s chutí destilované vody stejným způsobem, jako je uveden níže.

Odlijte si ze zásobní láhve do kelímku cca 30 ml vzorku. Aby bylo možné chuť spolehlivě rozlišit, ochutnávejte pokaždé dostatečné a stále stejné množství (cca 10 ml). Ochutnávaný vzorek podržte v ústech dostatečnou dobu a jazykem ho posunujte tak, aby smočil i kořen jazyka, který je citlivý na hořkou chuť. Poté vzorek vyplivněte do výlevky.

Vypláchněte si ústa pitnou vodou a vyčkejte asi 60 – 90 sekund, až se zregeneruje citlivost chuťových receptorů. Kelímek řádně vypláchněte destilovanou vodou.

6.2 Úkoly

6.2.1 Zkouška schopnosti rozlišovat základní chutě

Zkouška slouží ke zjištění, zda má posuzovatel schopnost rozlišit šest základních chutí: sladkou, kyselou, slanou, hořkou, trpkou a kovovou.

Ochutnejte předložené vzorky A až M a určete, která ze základních chutí je přítomna. Zapište označení vzorku do příslušné rubriky. Později již není povoleno se vracet k ochutnávání tohoto vzorku a chuť opravovat. Jednotlivé chutě se mohou několikrát opakovat.

Přítomná chuť	Označení vzorku	Správnost výsledku
Sladká		
Kyselá		
Slaná		
Hořká		
Trpká		
Kovová		

Celkový počet výsledků:,správných,nesprávných.

6.2.2 Zkouška na určení prahové citlivosti k některé ze základních chutí

Zkouška slouží k určení nejnižší koncentrace, při níž je zkoušená osoba schopna postřehnout rozdíl intenzity chuti roztoku zkoumané látky od chuti destilované vody (podnětový práh) a při níž je schopna správně předloženou základní chuť určit (práh rozpoznání).

Ochutnejte destilovanou vodu a následně vzorky 1 až 7 o stoupající intenzitě chuti. Další vzorek ochutnávejte teprve tehdy, když ochutnáte předešlý vzorek, určíte jeho chuť a výsledek zapíšete do tabulky. Prahová koncentrace se označí jako koncentrace prvního ochutnaného vzorku v řadě, u něhož byla odlišnost od vody bezpečně prokázána. Jako práh rozpoznání se uvede ta koncentrace, při níž byla příslušná chuť správně určena.

Označení vzorku	Přítomná chuť	Správnost výsledku
1		
2		
3		
4		
5		
6		
7		

Prahová koncentrace:

Práh rozpoznání:

7 Terénní měření

7.1 Úvod

Při odběru environmentálních vzorků, např. z vodních nádrží nebo vodotečí, je v první řadě důležitý výběr odběrného profilu. Odběru vzorku proto předchází průzkum terénu, jehož cílem je zjištění zdrojů znečištění. Jako odběrná místa se pak obvykle volí profily nad a pod zdrojem znečištění.

Ke stanovení parametrů na místě se obvykle používají sondy, vybavené elektrodami pro elektrochemické měření příslušných parametrů, případně optickými čidly. Mezi čidla, která se běžně používají, patří zejména elektrody na stanovení pH, teploty, elektrolytické konduktivity a rozpuštěného kyslíku. Některé sondy jsou vybaveny čidly na stanovení vybraných iontů.

V terénu se často využívají i jednoduché kolorimetrické testy. Dodávají se v sadách, obsahujících veškerý materiál i činidla. Jsou založeny na reakcích, kdy analyzovaná látka poskytuje barevnou sloučeninu s příslušným činidlem. Intenzita vzniklého zbarvení se hodnotí buď vizuálně porovnáním s barevnou škálou, která je součástí setu, nebo pomocí jednoduchého kolorimetru, napájeného bateriemi. Velká výhoda kolorimetrických testů je v tom, že umožňují rychlé získání požadované informace již v terénu. To má velký význam např. v situaci, kdy na tom závisí nápravné kroky, které je třeba podniknout. Kolorimetrické testy však nejsou tak přesné jako standardní testy, prováděné v laboratoři, a nemohou je nahradit.

7.2 Úkol

Stanovte níže uvedené parametry ve vodě potoka Leskava. První měření proveďte nad obcí Bosonohy, druhé pod ní. Naměřené hodnoty srovnajte s NV 61/2003 Sb. ve znění 29/2011 Sb. Srovnajte hodnoty naměřené na obou profilech a na základě vlastního průzkumu toku mezi profily zdůvodněte rozdíl.

7.2.1 Amoniakální dusík

Použijte kolorimetrický Aquamerck® Amonium-Test (0,5 až 10 mg/l).

Postup: Měřicí nádobku vymyjte zkoušenou vodou a naplňte ji po rysku (5 ml). Přidejte 3 kapky činidel 1, 2 a 3 (v tomto pořadí). Po každém přidavku zamíchejte. Nádobku umístěte na bílý střední pruh barevné škály. Dívejte se do ní kolmo shora dolů. Na barevné škále odečtěte koncentraci NH_4^+ v mg/l.

Stanovte obsah volného N- NH_3 podle tabulky 7.1:

Tab. 7.1: Závislost podílu volného $N-NH_3$ z celkového $N-NH_4$ na pH

pH	volný $N-NH_3$
6	0 %
7	1 %
8	4 %
9	25 %
10	78 %

7.2.2 Dusitanový dusík

Použijte kolorimetrický test Hach Lange NITRITE, Low Range (0 až 0,35 mg/l $N-NO_2$), metoda 8507. Postupujte podle návodu, který je součástí testu.

7.2.3 Dusičnanový dusík

Použijte kolorimetrický test Hach Lange NITRATE, High Range (0 až 30 mg/l $N-NO_3$), metoda 8039. Postupujte podle návodu, který je součástí testu.

7.2.4 Orthofosforečnany

Použijte kolorimetrický test Hach Lange PHOSPHORUS, REACTIVE (0 až 2,5 mg/l PO_4^{3-}), metoda 8048. Postupujte podle návodu, který je součástí testu.

7.2.5 Měření multiparametrickou sondou HQD

Stanovte

- pH
- konduktivitu
- koncentraci rozpuštěného kyslíku
- procento nasycení vody kyslíkem
- teplotu

Tab. 7.2 Vybrané NEK-RP ukazatelů přípustného znečištění povrchových vod (NV 61/2003 Sb. ve znění NV č. 23/2011 Sb.)

Ukazatel	Zkratka	Jednotka	Hodnota
rozpuštěný kyslík	O_2	mg/l	> 9
celkový fosfor	P_c	mg/l	0,15
dusík amoniakální	$N-NH_4$	mg/l	0,23
dusík dusičnanový	$N-NO_3$	mg/l	5,4
reakce vody	pH	–	6–9