

Felszíni vizek vizsgálata **Kémiai oxigénigény meghatározása**

Az MSZ 12750/21-71 és az MSZ ISO 6060:1991 szabvány alapján

A kémiai oxigénigény (KOI) a vízben lévő oxidálható szerves anyagok mennyiségéről nyújt kvantitatív adatot. A KOI-t az 1 dm³ térfogatú vízminta által redukált oxidálószerrel egyenértékű oxigén tömegeként adják meg (dimenziója mg/dm³).

Meghatározásához ismert térfogatú vízmintát oxidálnak kálium-permanganáttal, vagy kálium-dikromáttal. Annak ellenére, hogy a KOI nem ad pontos képet a vízben lévő szerves anyagok mennyiségéről és minőségéről, gyakorlati hasznosságát bizonyítja, hogy meghatározására szabványos vízvizsgálati eljárásokat dolgoztak ki.

Kálium-permanganátos módszer (KOI_p)

A kálium-permanganáttal történő meghatározást kénsavas közegben 80-90 °C-on végezzük. A szerves anyagok zavaró hatását ki kell küszöbölni. A meghatározást zavarják pl. kloridok 300 mg/dm³ koncentráció feletti mennyiségben, szulfidok, nitritek és a Fe(II). Ezen anyagoknak megfelelő oxigénfogyasztást az eredmény kiszámításakor a mért értékből le kell vonni.

A meghatározás menete

0,002 M kálium-permanganát oldat pontos koncentrációjának meghatározása. Az oldat pontos koncentrációját 0,005 M nátrium-oxalát oldattal kell megállapítani. Egy Erlenmeyer lombikba bemérünk 100 cm³ ioncserélt vizet, majd bürettából hozzáadunk 20,00 cm³ 0,005 M nátrium-oxalát mérőoldatot és 5 cm³ 1:2 hígítású kénsavat, valamint forrkövet. Az oldatot 80-90 °C-ra melegítjük és forrón titráljuk 0,002 M KMnO₄ oldattal, amíg az oldat halvány rózsaszínű lesz. A nátrium-oxalát mérőoldat titrálásakor fogyott kálium-permanganát oldat térfogatának ismeretében kiszámítjuk annak pontos koncentrációját.

A kémiai oxigénigény meghatározása. Egy 300 cm³-es Erlenmeyer lombikba kimérünk mérőhengerrel 100,0 cm³ vízmintát. Hozzáadunk 5 cm³ 1:2 hígítású kénsavat, néhány darab forrkövet és az oldatot forrásig melegítjük. A forró oldathoz hozzámérünk bürettából 20,00 cm³ 0,002 M kálium-permanganát mérőoldatot és pontosan 10 percig forraljuk (a forralási idő pontos betartása fontos, ezt stopperrel mérjük). A forró oldathoz hozzáadunk pipettából 20,00 cm³ 0,005 M nátrium-oxalát oldatot és a színtelenné vált keveréket forrón (80-90 °C hőmérsékleten) a 0,002 M permanganát mérőoldattal addig titráljuk, amíg éppen halvány rózsaszínű nem lesz. Három párhuzamos mérést végzünk és az így kapott fogyások átlagával számolunk. Ha az oldat forralás közben elszíntelenedik vagy barna lesz, akkor a meghatározást hígított vízmintával kell elvégezni. Ugyancsak meg kell ismételni a mérést, ha a KMnO₄ mérőoldat fogyása meghaladja a 12 cm³-t, vagy hígított mintánál nem éri el az 5 cm³-t. A vízminta analízise után vakpróbát kell végeznünk 100,0 cm³ ioncserélt vízzel.

Az oxigénfogyasztást a következő képlettel számoljuk:

$$KOI_p = (a-b) \cdot f \cdot 80/V$$

Ahol

- a a meghatározásnál fogyott összes KMnO₄ mérőoldat térfogata, cm³
- b a vakpróba titrálásakor fogyott KMnO₄ mérőoldat térfogata, cm³

f	a KMnO_4 mérőoldat faktora,
V	a meghatározáshoz felhasznált vízminta térfogata, cm^3
80	az oxigén egyenértéksúlyából és az 11-re való átszámításból adódó érték.

Kálium-dikromátos módszer (KOI_d)

A vízmintákat savas közegben kálium-dikromát jelenlétében forraljuk, miközben a kálium-dikromát a jelen lévő oldott szerves anyagokat oxidálja. A kálium-dikromát feleslegét vas(II)-ammónium-szulfát oldattal titráljuk.

A meghatározás menete

250,0 cm^3 csiszolatos gömblombikba 10,0 cm^3 vízmintát pipetázunk, majd 5,00 cm^3 kálium-dikromát oldatot adunk hozzá. Néhány forrkő hozzáadása után lassan hozzáadagolunk 15 cm^3 ezüst-szulfát-kénsav oldatot és a lombikot rögtön összekötjük a légűtéssel. Az elegyet 10 percen belül felforraljuk, és 110 percig forrásban tartjuk. A reakcióelegyet 75 cm^3 -re hígítjuk desztillált vízzel a hűtőn keresztül, ezután vízcsap alatt lehűtjük kb. 60 °C-ra. A feleslegben maradt dikromátot 1-2 csepp ferroin indikátor oldat jelenlétében vas(II)-ammónium-szulfát mérőoldattal megtitráljuk. (kékeszöld → vörösesbarna)
Vakpróbaként a mintát 10,0 cm^3 desztillált vízzel helyettesítjük.

Az oxigénfogyasztást a következő képlettel számoljuk:

$$\text{KOI}_d = 8000 \cdot c \cdot (V_1 - V_2) / V_0$$

Ahol

c	a vas(II)-ammónium-szulfát mérőoldat koncentrációja,
V_0	a minta térfogata, hígított mintánál a hígítás előtti térfogat, cm^3
V_1	a vakpróba titrálására fogyott vas(II)-ammónium-szulfát mérőoldat térfogata, cm^3
V_2	a vízminta titrálására fogyott vas(II)-ammónium-szulfát mérőoldat térfogata, cm^3
8000	az $\frac{1}{2} \text{O}_2$ -nek megfelelő móltömeg, mg/l.

Az eredményeket a legközelebbi egész értékre kerekítve adjuk meg, a 30 mg/l alatti értékeket: <30 mg/l.