

Stanovení huminových látek a tenzidů

HUMINOVÉ LÁTKY

- **Cíl práce:**

Stanovení koncentrace huminových látek v neznámém vzorku vody pomocí extrakce při nízkém pH do amylalkoholu, zpětné extrakce z amylalkoholu hydroxidem sodným a následným změřením absorpance UV/VIS spektrofotometrem.

- **Teoretický úvod**

Huminové látky jsou komplexem vysokomolekulárních organických látek, částečně cyklického charakteru, obsahujících uhlík, kyslík, vodík, dusík případně síru. V závislosti na pH a složení vod se huminové látky ve vodách vyskytují v různém stupni disperze: jako pravé nebo jako koloidní roztoky. Ve vyšších koncentracích zbarvují vodu do žluta až hněda. Hrají důležitou roli v migraci a speciaci těžkých kovů v životním prostředí, avšak z hygienického hlediska jsou huminové látky nepříliš závadné (prahová koncentrace pro teplokrevné živočichy je 100 mg/l). Podle fyzikálních a chemických vlastností se huminové látky dělí na:

- Huminové kyseliny (nerozpustné ve vodě při $\text{pH} < 2$, silně váží těžké kovy),
- Fulvokyseliny (rozpustné v celé škále pH),
- Hymatomelanové kyseliny (část huminových kyselin rozpustných v alkoholu),
- Huminy (část huminových látek nerozpustných ve vodě, mají černé zbarvení).

Pro vyhodnocení hmotnostní koncentrace huminových látek ve vzorku se používá empirický přepočtový koeficient, který byl stanoven pro střední složení rašelinových vod v naší oblasti:

$$H = 68 \cdot A$$

kde H je koncentrace huminových látek (mg/l),
 68 je empirický koeficient,
 A je absorpance alkalického vodného extraktu při vlnové délce 420 nm.

- **Pracovní postup**

Následující body postupu proveďte jak s neznámým vzorkem, tak se slepým vzorkem (demineralizovanou vodou).

1. Do dělicí nálevky o objemu 500 ml odměřte 250 ml roztoku a přidejte 5 ml koncentrované H_2SO_4 a obsah dělicí nálevky promíchejte.
2. Přidejte 25 ml n-amylalkoholu, směs důkladně protřepejte po dobu 1 minuty a následně ji **nechte odstát 2 hodiny**.
3. Oddělte vodní vrstvu, extrakt mírně protřepejte a po opětovném rozvrstvení oddělte zbytek vodní fáze.
4. Do dělicí nálevky k extraktu přidejte 25 ml 0,5% roztoku NaOH, obsah protřepejte po dobu přibližně 10 s a následně ho nechte 10 minut odstát (do rozvrstvení).
5. Odpusťte cca 2 ml stonkem dělicí nálevky (aby se stonek vyčistil od kyselých zbytků po odpouštění okyselené vodné fáze po extrakci n-amylalkoholem).

6. Zbytek čiré vodné vrstvy odpusťte a rovnou přes kvantitativní filtr přefiltrujte do suché odměrné baňky.
7. *Pokud roztok zůstává zakalený, tak ho vyčistěte ochlazením (1 h při teplotě 4°C).*
8. Roztok převed'te do měrné křemenné kyvety o tloušťce 1 cm a změřte absorbanci pomocí UV/VIS spektrofotometru při vlnové délce 420 nm. Touto metodou lze bez ředění stanovit koncentraci huminových látek od 1 do 20 mg/l.

- **Vyhodnocení výsledků**

Výsledný protokol bude obsahovat stručný princip metody, naměřené hodnoty absorbance a výpočet hmotnostní koncentrace huminových látek.

TENZIDY

- **Cíl práce:**

Stanovení koncentrace (sulfatovaných a sulfonovaných) tenzidů v neznámém vzorku vody pomocí využití schopnosti jejich komplexace s methylenovou modří (MM) a to v poměru molekul 1 : 1. Barevný komplex MM s anionaktivním tenzidem (mající dostatečně dlouhý přímý acyklický uhlovodíkový řetězec, minimálně s deseti atomy uhlíku v alkylu) je dále možné extrahovat do trichlormethanu a oddělit ho tím od nezreagované MM. Intenzitu takto vyextrahovaného modrého komplexu (tedy obsah tenzidů) se měří pomocí UV/VIS spektrofotometru.

- **Teoretický úvod**

Tenzidy jsou hlavní aktivní složkou pracích, čistících, emulgačních, dispergačních a pěnicích prostředků. Po použití v domácnostech a průmyslu vstupují tyto látky do odpadních vod. Navzdory čištění odpadních vod se mohou dostat i do vod povrchových (septiky atd.), kde nepříznivě ovlivňují jejich kyslíkový režim (omezují přístup kyslíku do vody) a jsou toxické pro vodní organismy. Z tohoto důvodu se jejich koncentrace ve vodách sleduje, pozornost je věnována především koncentraci tenzidů anionaktivních.

Hmotnostní koncentraci anionaktivních tenzidů vyjádřenou jako hm. koncentraci n-DS odečteme z kalibrační křivky. Pro přepočet na molární koncentraci pak platí vztah:

$$c = k \cdot \frac{10^3}{288,4}$$

kde c je molární koncentrace anionaktivních tenzidů ve vzorku ($\mu\text{mol/l}$),
 k je hmotnostní koncentrace anionaktivních tenzidů ve vzorku (mg/l),
 288,4 je molární koncentrace n-DS v g/mol.

- **Pracovní postup**

Následující body postupu proved'te s:

- s neznámým vzorkem
- se slepým vzorkem (demineralizovanou vodou)
- s kalibračními roztoky o koncentracích 0,2 mg/l, 0,5 mg/l a 0,8 mg/l, které si připravte ze zásobního roztoku n-DS.

1. Do dělicí nálevky o objemu 250 ml odměřte 100 ml vzorku/roztoku a přidejte 10 ml tlumivého roztoku $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$.
2. Po promíchání přidejte 5 ml neutrálního roztoku MM a 10 ml CHCl_3 .
3. Do druhé dělicí nálevky o objemu 250 ml odměřte 100 ml destilované vody a 5 ml kyselého roztoku MM.
4. Obsah v první dělicí nálevce protřepávejte cca 1 minutu a po oddělení fází chloroformovou vrstvu vypustěte do druhé dělicí nálevky.
5. Do první dělicí nálevky přidejte 10 ml CHCl_3 a, třepejte asi 1 minutu a po oddělení fází přidejte chloroformovou fázi do druhé nálevky – tento krok opakujte ještě jednou.
6. Druhou dělicí nálevku třepejte 1 minutu a po oddělení fází vypustěte chloroformovou vrstvu do 50ml odměrné baňky přes nálevku s chomáčkem vaty.
7. Do druhé dělicí nálevky přidejte 8 ml CHCl_3 , třepejte 1 minutu a chloroformovou vrstvu vypustěte do odměrné baňky – tento krok opakujte ještě jednou.
8. Extrakt v odměrné baňce doplňte po rysku pomocí CHCl_3 .
9. Absorbanci vzorku/roztoku změřte v křemenné kyvetě o tloušťce 1 cm pomocí UV/VIS spektrofotometru při vlnové délce 650 nm proti čistému CHCl_3 .

- **Vyhodnocení výsledků**

Výsledný protokol bude obsahovat stručný princip metody, naměřené hodnoty absorbancí (kalibračních roztoků a vzorku), grafické znázornění kalibrační křivky (tzn. závislost absorbance na hmotnostní koncentraci) a výpočty (odečtení hmotnostní koncentrace vzorku z rovnice kalibrační přímky a přepočet na molární koncentraci).

- **Literatura**

Horáková, M.; Pekárková, K.; Lischko, P.; Grünwald, A. Metody chemické analýzy vod; SNTL - Nakladatelství technické literatury: Praha, 1986.

Návod zpracovala:

Zuzana Štěpánková
2021

Příloha: příprava činidel pro stanovení tenzidů

Zásobní roztok n-dodecylsírany sodného (n-DS) c = 0,1 g/l

Navažte a převed'te 0,050 g n-DS do 500ml odměrné baňky a nechte ho rozpustit v demineralizované vodě. Následně do roztoku odpipetujte 0,5 ml CHCl_3 a doplňte baňku po rysku demi. vodou.

Tlumivý boritanový roztok o pH = 10

1. Navažte a převed'te 19,1 g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ do odm. b. o objemu 1 l a doplňte ji po rysku demi. vodou.
2. Boritanový roztok smíchejte s roztokem NaOH 0,1M (4 g/l) v objemovém poměru 3:2.
3. Zkontroluje, jestli je hodnota pH = 10 (pokud ne, tak ji upravte).

Neutrální roztok methylenové modře (MM)

Navažte a převed'te 0,350 g MM do 1l odm. b. a objem doplňte po rysku demi. vodou.

Kyselý roztok methylenové modře

Navažte a převed'te 0,350 g MM do 1l odm. b., přidejte cca 500 ml destilované vody. Roztok míchejte do doby, než se MM rozpustí, přidejte 6,5 ml koncentrované H_2SO_4 a následně objem doplňte po rysku demi. vodou.