

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

Modulární výuka jako nástroj odezvy vzdělávacího systému na potřeby praxe CZ.1.07/2.2.00/28.0029

Spektrofotometrické stanovení jednosytných fenolů ve vodě

V průmyslových vodách se vyskytují převážně nesubstituované a alkyl substituované fenoly a polyfenoly, v městských a povrchově znečištěných vodách jsou přítomny i jinak substituované fenoly. U povrchových vod lze předpokládat širokou škálu fenolických látek od jednoduchých fenolů až po vysokomolekulární látky fenolického charakteru, které vznikají rozkladnými pochody.

Jednosytné fenoly lze oddělit od vícesytných destilací s vodní parou, čímž zároveň dojde k oddělení od jiných rušivých látek s nižší tenzí par a také nečistot. Těkavost fenolů klesá v řadě: kresoly, xylenoly, fenoly, α - a β -naftol, pyrokatechin a jiné vícesytné fenoly. Průběh destilace s vodní parou je závislý na hodnotě pH, kterou lze ovlivnit přidávkem solí těžkých kovů.

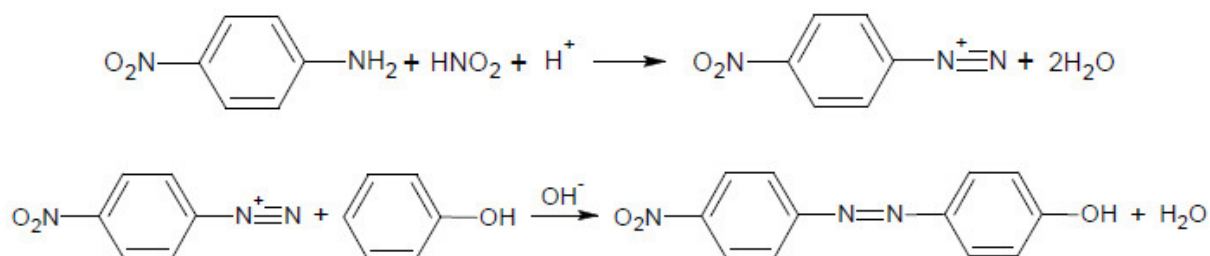
Jednoduché fenoly ve vysokých koncentracích se obvykle stanovují bromometrickou metodou, pro stanovení fenolů v nízkých koncentracích se používají metody fotometrické. Pro fenoly o koncentraci do 50 mg.l^{-1} se využívá fotometrie s 4-nitroanilinem. Pro koncentrace pod $0,05 \text{ mg.l}^{-1}$ se vytvořený barevný produkt extrahuje butanolem a následně se měří absorbance butanolového extraktu. Použit lze rovněž fotometrická metoda s 4-aminoantipyrinem a 2,6-dibromchinonchlorimidem. Pro fotometrické stanovení vícesytných fenolů, převážně pyrokatechinu, se využívá tvorba komplexu s ionty dvojmocného železa v kyselém prostředí v přítomnosti siřičitanů a vlnanů. Při selektivním stanovení jednotlivých fenolů se uplatňuje plynová a tenkovrstevná chromatografie.

Úkol:

Stanovte obsah fenolů v předloženém vzorku vody fotometrickou metodou s 4-nitroanilinem.

Princip:

Metoda využívá tvorby azobarviv kopulací fenolů s diazoniovou solí 4-nitroanilinu v alkalickém prostředí:



Fenoly se oddělují ze vzorku vody destilací z prostředí okyseleného kyselinou fosforečnou a za přítomnosti síranu měďnatého a kobaltnatého, který ruší vliv sulfidů, kyanidů a dvojmocných fenolů. Za daných podmínek přecházejí do destilátu prakticky jen jednosytné fenoly. Metoda s 4-nitroanilinem není vhodná pro stanovení homologů fenolu se substituovanou para polohou.

INVESTICE DO ROZVOJE VZDĚLÁVÁNÍ

Modulární výuka jako nástroj odezvy vzdělávacího systému na potřeby praxe CZ.1.07/2.2.00/28.0029

Přístroje a pomůcky:

Spektrofotometr – vlnová délka 470 nm, kyvety 1 cm.

Chemikálie:

CuSO_4 , (10% m/v) vodný roztok

CoSO_4 , (10% m/v) vodný roztok

H_3PO_4 , zředěná (1 díl konc. kyseliny fosforečné a 7 dílů destilované vody)

4-nitroanilin ($c = 0,005 \text{ mol.l}^{-1}$)

Na_2CO_3 , (5% m/v) vodný roztok

NaNO_3 , nasycený roztok (asi 42 g dusitanu v 50 ml destilované vody)

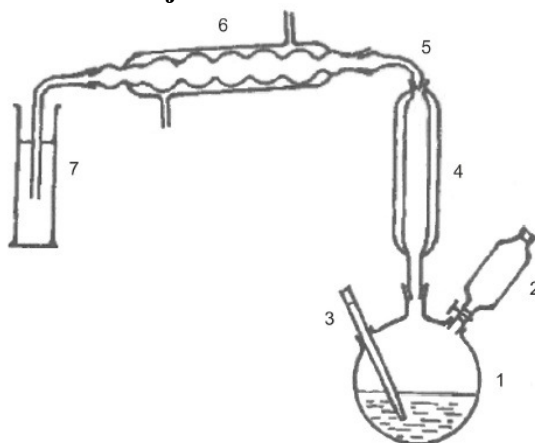
Fenol, standardní roztok (500 mg fenolu se rozpustí v destilované vodě a doplní do 1000 ml)

Pracovní postup:

Předložený vzorek vody obsahující fenoly se doplní po rysku destilovanou vodou. Do destilační baňky se odměří 100 ml vzorku, přidá se 5 ml roztoku kyseliny fosforečné, 2,5 ml síranu měďnatého a 1 ml síranu kobaltnatého. Těkavé jednosytné fenoly se destilací oddělují od netěkavých fenolů a jiných rušivých složek a jsou jímány do odměrného válce. Ke konci destilace se objem v destilační baňce udržuje přikapáváním destilované vody z nálevky asi na 30 ml, destilovaná voda se může přidat i jednorázově. Jímá se 100 ml destilátu.

V Erlenmeyerově baňce se připraví diazotovaný roztok (asi 40 ml) 4-nitroanilinu přidáním jedné kapky nasyceného roztoku dusitanu sodného na každých 5 ml roztoku 4-nitroanilinu (vzniklý roztok musí být bezbarvý). K 100 ml destilátu se přidají 2 ml roztoku uhličitanu sodného a směs se promíchá. K vzniklé směsi se následně přidají 4 ml diazotovaného roztoku 4-nitroanilinu a směs se znovu promíchá. Po 15 minutách stání od přidání diazotovaného roztoku se měří absorbance vzniklého zbarvení při 470 nm. Odečte se rovněž absorbance slepého vzorku zpracovaného stejným postupem s destilovanou vodou.

Pro sestavení kalibrace se připravují standardní roztoky o koncentraci fenolu 0,05–1 mg.l^{-1} . Standardní roztoky fenolu se **nedestilují**.



1. destilační baňka, 2. přikapávací nálevka, 3. varná kapilára, 4. přestupníková trubice, 5. destilační nástavec, 6. kuličkový chladič, 7. odměrný válec 250 ml.