

ZDROJOWNICTWO I PRODUKTY UZDROWISKOWE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-81
	Wody lecznicze Metody badań	9567-18.12
	Oznaczanie zawartości jonu amonowego metodą kolorymetryczną, indofenolową	
		Grupa katalogowa 1485

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości jonu amonowego w wodach leczniczych metodą kolorymetryczną indofenolową.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania zawartości jonu amonowego w próbach zawierających od 0,005 do 0,080 mg amoniaku.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania polega na wydzielaniu amoniaku poprzez destylację z zalkalizowanej ługiem sodowym próbki wody i następnie jego absorpcję w roztworze kwasu siarkowego. W całości lub części destylatu zawierającej nie więcej niż 0,080 mg amoniaku wywołuje się reakcję barwną. Amoniak z podchlorynem i fenolem tworzą indofenol występujący w środowisku alkalicznym w formie zdysocjowanej o niebieskim zabarwieniu. Intensywność zabarwienia jest proporcjonalna do stężenia amoniaku w próbce.

2.2. Pobieranie próbki — wg BN-75/9561-02.

2.3. Utrwalenie próbki. Próbkę przeznaczoną do oznaczania jonu amonowego należy bezpośrednio po pobraniu utrwalić przez dodanie kwasu siarkowego do pH około 4 wobec uniwersalnego papierka wskaźnikowego.

2.4. Aparatura

a) Spektrofotometr umożliwiający pomiar w zakresie widma o długości fali 625 nm.

b) Zestaw do destylacji złożony z kolby destylacyjnej (z wkraplaczem umożliwiającym wprowadzenie wodorotlenku sodowego), chłodnicy i odbieralnika.

c) Palnik gazowy.

2.5. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 2N.

b) Kwas solny cz.d.a., stężony (1,19).

c) Alkohol etylowy cz.d.a.

d) Aceton cz.d.a.

e) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., in subst.

f) Nadmanganian potasowy, in subst.

g) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

h) Jodek potasowy cz.d.a., in subst.

i) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N.

j) Skrobia, roztwór 1-procentowy.

k) Chlorek amonowy cz.d.a., in subst.

l) Fenol cz., roztwór bezbarwny 70-procentowy: 70 g fenolu (w razie potrzeby przedestylowanego w temperaturze 182°C) rozpuścić w 15 cm³ alkoholu etylowego, dodać 20 cm³ acetonu i uzupełnić do objętości 100 cm³ alkoholem etylowym. Przechowywać w ciemnym miejscu.

m) Podchloryn sodowy, roztwór zawierający co najmniej 1% czynnego chloru: 500 g wodorotlenku sodowego cz.d.a. (roztworu 10-procentowego) wysycić chlorem do uzyskania zawartości około 1% czynnego chloru co odpowiada wzrostowi ciężaru o około 5 g. Zawartość czynnego chloru sprawdzić jodometrycznie. Otrzymanie wolnego chloru: W kolbie destylacyjnej umieścić nadmanganian potasowy in subst, wkraplać z rozdzielacza kwas solny stężony. Wydzielający się wolny chlor po przejściu przez płuczkę z wodą pochłaniać w roztworze wodorotlenku sodowego. Sprawdzanie zawartości czynnego chloru w roztworze podchlorynu sodowego. Pobrać 5 cm³ roztworu, rozcieńczyć wodą do około 20 cm³, dodać 1,5 g jodku potasowego, zakwaszyć 30 kroplami kwasu solnego stężonego. Wydzielony jod odmierzać tiosiarczanem sodu wobec skrobi. 1 cm³ — 0,1N tiosiarczanu sodu odpowiada 3,55 mg chloru.

n) Chlorek amonowy cz.d.a., podstawowy roztwór wzorcowy: Rozpuścić 3,1410 g chlorku amonowego cz.d.a. w wodzie, uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej do objętości 1 dm³. 1 cm³ zawiera 1 mg amoniaku.

o) Chlorek amonowy, roboczy roztwór wzorcowy: Rozcieńczyć 100 razy podstawowy roztwór wzorcowy w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³. Do rozcieńczenia pobrać pipetą 10 cm³ roztworu podstawowego. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 0,01 mg amoniaku.

2.6. Wykonanie krzywej wzorcowej. Do kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć kolejno: 0,5, 1, 3, 5, 8 cm³ roboczego roztworu wzorcowego chlorku amonowego. Do każdej kolbki dodać wody do objętości około 20 cm³, następnie dodać 2 cm³ roztworu fenolu, wymieszać, dodać 3 cm³ roztworu podchlorynu sodowego, wymieszać, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Po upływie 1,5 h zmierzyć absorbancję poszczególnych roztworów wobec próby złożonej z samych odczynników przy długości fali 625 nm. Wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi odciętych stężenie amoniaku w mg/50 cm³, a na osi rzędnych absorbancję.

Zgłoszona przez Instytut Balneoklimatyczny
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia UZDROWISKA POLSKIE dnia 15 stycznia 1981 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1981 r. (Dz. Norm. i Miar nr 5/1981 poz. 26)

2.7. Wykonanie oznaczenia

2.7.1. Przygotowanie próbki do pomiaru. Destylacji należy poddać taką objętość wody badanej, aby zawartość w niej jonu amonowego wynosiła od 0,005 do 0,08 mg amoniaku.

a) Gdy stężenie jonów amonowych w wodzie jest rzędu $0,1 \div 1,0$ mg/dm³, do destylacji pobrać 50 cm³, prowadzić destylację do całkowitego wydzielenia amoniaku.

b) Gdy stężenie jonów amonowych w badanej wodzie jest rzędu 10 mg/dm³, do destylacji pobrać 50 cm³, prowadzić destylację do całkowitego wydzielenia amoniaku. Destylat uzupełnić wodą do objętości 100 cm³. Do pomiaru pobrać 10 cm³ destylatu.

c) Gdy stężenie jonów amonowych w badanej wodzie jest rzędu 100 mg/dm³, do destylacji pobrać 50 cm³ wody, prowadzić destylację do całkowitego wydzielenia amoniaku. Destylat uzupełnić wodą do objętości 100 cm³. Pobrać 10 cm³ destylatu, rozcieńczyć w kolbie pojemności 100 cm³. Do pomiaru pobrać 10 cm³ rozcieńczonego destylatu.

2.7.2. Wykonanie oznaczania. Odpowiednią objętość wody przenieść do kolby aparatu destylacyjnego, zakwalizować 40-procentowym roztworem wodorotlenku sodowego w proporcji 1:5 w stosunku do objętości badanej wody. Połączyć kolbą aparatu przez chłodnicę z odbieralnikiem zawierającym 5 cm³ wody z dodatkiem 0,5 cm³ roztworu kwasu siarkowego 2N.

Proces destylacji prowadzić do całkowitego wydzielenia amoniaku, to znaczy do zaniku odczynu alkalicznego wydzielających się par wobec wilgotnego uniwersalnego papierka wskaźnikowego. Destylat przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³,

uzupełnić do koła 20 cm³, dodać 2 cm³ roztworu fenolu, wymieszać, dodać 3 cm³ roztworu podchlorynu, dopełnić wodą do kreski i zmieszać. Po upływie 1,5 h przeprowadzić pomiar absorbancji przy długości fali 625 nm wobec próby złożonej z samych odczynników. Odczytać zawartość amoniaku z krzywej wzorcowej.

2.7.3. Obliczanie jonu amonowego. Zawartość jonu amonowego (x) obliczyć w mg wg wzoru dla zakresu stężeń $0,1 \div 1$ mg NH₄/dm³

$$x = a \cdot \frac{1000 \cdot M}{50} = a \cdot 20 \cdot M \quad (1)$$

dla zakresu stężeń $1 \div 10$ mg NH₄/dm³

$$x = a \cdot \frac{1000 \cdot 10 \cdot M}{50} = a \cdot 200 \cdot M \quad (2)$$

dla zakresu stężeń powyżej 10 mg NH₄/dm³

$$x = \frac{1000 \cdot 10 \cdot 10 \cdot M}{50} = a \cdot 2000 \cdot M \quad (3)$$

w którym:

a — zawartość NH₃ w próbce odczytana z krzywej wzorcowej w mg/50 cm³,

M — mnożnik analityczny $\frac{\text{NH}_4}{\text{NH}_3} = 1,0508$.

2.8. Wyniki. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych wykonanych oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 10% wyniku mniejszego.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Balneoklimatyczny, Poznań.

2. Normy związane:

BN-74/9561-01 Wody lecznicze. Pobieranie próbek do badań

3. Autor projektu normy — dr Barbara Jastrzębska — Zakład Balneochemii, Instytutu Balneoklimatycznego w Poznaniu.