

ZDROJOWNICTWO I PRODUKTY UZDROWISKOWE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-80
	Wody lecznicze Metody badań	9567-18.15
	Oznaczanie zawartości jonu barowego metodą spektrograficzną	Grupa katalogowa 1485

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie jonu barowego w wodach leczniczych metodą spektrograficzną.

1.2. Zakres stosowania metody. Podaną metodą oznacza się zawartość jonu barowego w badanej wodzie w zakresie stężeń od 0,5 do 500 mg/dm³.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania polega na pomiarze zaczerwienia zarejestrowanych na płycie spektrograficznej linii spektralnych o określonej długości fali, emitowanych przez wzbudzone atomy lub jony baru, po wprowadzeniu próbki do łuku prądu zmiennego.

2.2. Pobieranie próbki wg BN-74/9561-02.

2.3. Przygotowanie próbki. Próbkę wody przeznaczoną do oznaczania baru należy bezpośrednio po pobraniu utrwalić przez dodanie kwasu solnego spektr. cz. (1.19) w ilości równoważnej do zawartości wodorowęglanów w badanej wodzie, dodając 1 cm³ nadmiaru na 1 dm³ próbki.

W przypadku obecności w zakwaszonej próbce wody zawiesin należy ją przesączyć przez sączek średniej twardości. Ilość baru w próbce przeznaczony do badania powinna wynosić od 0,5 do 500 mg/dm³. W przypadku wód o większej zawartości baru próbkę należy odpowiednio rozcieńczyć wodą podwójnie destylowaną. Przy zawartości baru mniejszej niż 0,5 mg/dm³ należy próbkę wody badanej zagęścić. W tym celu pobrać odpowiednią objętość wody badanej, przenieść do kwarcowej parowniczkę i odparować na łaźni wodnej do około 8 cm³ lub więcej, zależnie od stosowanego stopnia zagęszczenia. Następnie przenieść ilościowo do kolby pomiarowej określonej objętości i uzupełnić wodą podwójnie destylowaną do kreski.

W próbce wody przed oznaczaniem baru należy określić zawartość:

- kwasu metaborowego wg PN-75/C-04563.01,
- jonu sodowego wg BN-79/9567-18.09,
- jonu wapniowego wg BN-79/9567-18.13,
- jonu magnezowego wg BN-79/9567-18.14,
- jonu żelaza ogólnego wg BN-79/9567-18.17,
- jonu siarczanowego wg BN-78/9567-18.23,
- jonu wodorowęglowego wg BN-78/9567-18.24.

2.4. Aparatura i materiały pomocnicze

- a) SpaktoGRAF kwarcowy średniej dyspersji: zakres widma 220,0÷500,0 nm.
- b) Generator łuku prądu zmiennego pozwalający pracować przy napięciu 220 V i natężeniu prądu do 10 A.
- c) Mikrofotometr do pomiaru zaczerwienia linii widmowych.
- d) Boks do suszenia elektrod.
- e) Promiennik podczerwieni.
- f) Elektrody grafitowe spektr. cz. o średnicy 5 i 6 mm, długości 25 mm, płaskościęte.
- g) Płyty spektrograficzne Blau Rapid 9×24 cm lub 6×24 cm.
- h) Parowniczkę kwarcowe.

2.5. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek barowy, roztwór podstawowy: 0,3592 g węglanu barowego spektr. cz., wysuszonego uprzednio w temperaturze 110°C do stałej masy, rozpuścić w 5 cm³ 10-procentowego roztworu kwasu solnego spektr. cz. i rozcieńczyć roztwór wodą w kolbie pomiarowej do 250 cm³. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 1 mg baru.

b) Chlorek barowy, roztwór roboczy: 10 cm³ podstawowego roztworu chlorku barowego rozcieńczyć wodą w kolbie pomiarowej do 100 cm³. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 0,1 mg baru.

Zgłoszona przez Instytut Balneoklimatyczny
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia UZDROWISKA POLSKIE dnia 12 listopada 1980 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1981 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 1/1981 poz. 3)

Roztwór należy przygotować bezpośrednio przed użyciem.

c) Kwas borowy, roztwór: 5,719 g kwasu borowego spektr. cz., wysuszonego uprzednio w temperaturze 110°C do stałej masy, rozpuścić w wodzie i rozcieńczyć roztwór wodą w kolbie pomiarowej do 100 cm³. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 10 mg boru.

d) Chlorek magnezowy, roztwór: 1,6580 g tlenku magnezowego spektr. cz., wysuszonego uprzednio do stałej masy w temperaturze 110°C, rozpuścić w 10 cm³ kwasu solnego spektr. cz. (1,19) i rozcieńczyć wodą w kolbie pomiarowej do 1 dm³. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 1 mg magnezu.

e) Chlorek magnezowy, roztwór: 16,580 g tlenku magnezowego spektr. cz., wysuszonego uprzednio do stałej masy w temperaturze 110°C, rozpuścić w 100 cm³ kwasu solnego spektr. cz. (1,19) i rozcieńczyć wodą w kolbie pomiarowej do 1 dm³. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 10 mg magnezu.

f) Polistyren nie zawierający śladowych ilości baru, roztwór 3 g polistyrenu rozpuścić w 100 cm³ benzenu cz.d.a. i dokładnie wymieszać.

g) Chlorek sodowy, roztwór: 2,5420 g chlorku sodowego spektr. cz., wysuszonego uprzednio do stałej masy w temperaturze 110°C, rozpuścić w wodzie i rozcieńczyć roztwór wodą w kolbie pomiarowej do 1 dm³. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 1 mg sodu.

h) Chlorek sodowy, roztwór: 25,420 g chlorku sodowego spektr. cz., wysuszonego uprzednio do stałej masy w temperaturze 110°C, rozpuścić w wodzie i rozcieńczyć roztwór wodą w kolbie pomiarowej do 1 dm³. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 10 mg sodu.

i) Chlorek sodowy, roztwór: 254,20 g chlorku sodowego spektr. cz., rozpuścić w wodzie i rozcieńczyć roztwór wodą w kolbie pomiarowej do 1 dm³. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 100 mg sodu.

j) Siarczan sodowy, roztwór: 14,786 g bezwodnego siarczanu sodowego p.a. Merck, wysuszonego uprzednio do stałej masy w temperaturze 110°C, rozpuścić w wodzie i rozcieńczyć roztwór wodą w kolbie pomiarowej do 1 dm³. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 10 mg siarczanów.

k) Kwas solny spektr. cz. (1,19).

l) Kwas solny, 10-procentowy roztwór: zmieszać 2,7 objętości wody z 1 objętością kwasu solnego spektr. cz. (1,19).

m) Chlorek żelazowy, roztwór: 3,574 g tlenku żelazowego spektr. cz., wysuszonego uprzednio do stałej masy w temperaturze 110°C, rozpuścić w 100 cm³ 10-procentowego roztworu kwasu solnego i rozcieńczyć roztwór wodą w kolbie pomiarowej do 250 cm³. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 10 mg żelaza.

n) Odczynniki do celów fotograficznych.

— Wywoływacz: Roztwór I: 20 g hydrochinonu, 4 g bromku potasowego, 20 g pirosiarczyny potasowego rozpuścić w 500 cm³ wody destylowanej, dodając od-

czynniki w wymienionej kolejności. Roztwór II: 50 g wodorotlenku sodowego rozpuścić w 500 cm³ wody destylowanej. Do wywoływania stosować po 35 cm³ roztworu I i II oraz 250 cm³ wody destylowanej. Roztwory mieszać bezpośrednio przed wywoływaniem płyty.

— Utrwalacz: 240 g tiosiarczynu sodowego Na₂S₂O₃ · 5H₂O oraz 35 g pirosiarczyny sodowego rozpuścić w 1 dm³ wody destylowanej w podanej kolejności.

Wszystkie odczynniki, z wyjątkiem odczynników do celów fotograficznych, należy przygotowywać na wodzie podwójnie destylowanej i przechowywać w butelkach z białego polietylenu.

2.6. Przygotowanie elektrod. W przypadku badania wód o zawartości składników stałych mniejszej niż 10 g/dm³ elektrody należy impregnować. W tym celu elektrody grafitowe spektr. cz. o średnicy 5 mm przepalić w łuku prądu zmiennego przez 20 s, ostudzić, zanurzyć na około 2 s do roztworu polistyrenu, a następnie suszyć w temperaturze 110°C przez 30 min.

W przypadku badania wód o zawartości składników stałych większej niż 10 g/dm³, należy stosować elektrody grafitowe spektr. cz. o średnicy 6 mm nie impregnowane.

2.7. Przygotowanie dwóch serii roztworów wzorcowych. Seria 1: do kolb pomiarowych pojemności 10 cm³ odmierzyć kolejno 0,05; 0,10; 0,5; 1,0; 2,0 cm³ roztworu roboczego chlorku barowego. Seria 2: do kolb pomiarowych pojemności 10 cm³ odmierzyć kolejno 0,25; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 cm³ podstawowego roztworu chlorku barowego. Następnie do każdej kolby dodać odpowiednie ilości roztworu sodowego, wapniowego i magnezowego odpowiadające zawartości jonów sodowego, wapniowego i magnezowego w próbce wody przygotowanej do oznaczania. Jeśli w badanej próbce znajdują się jony żelazowe w ilości większej niż 5 mg/dm³, jony siarczanowe w ilości większej niż 50 mg/dm³ oraz kwas metaborowy w ilości większej niż 20 mg/dm³, należy je również wprowadzić do wzorców w ilości odpowiadającej ich zawartości w badanej próbce. Do każdej kolby dodać po 0,1 cm³ kwasu solnego spektr. cz. (1,19) i dopełnić wodą podwójnie destylowaną do 10 cm³. Tak przygotowane roztwory wzorcowe zawierają w 10 cm³ seria 1: 0,005; 0,01; 0,05; 0,1; 0,2 mg baru. Seria 2: 0,25; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 mg baru.

2.8. Wykonanie oznaczania. Dla każdego wzorca i każdej próbki przygotować wg 2.6 po 3 pary elektrod i ogrzewać je pod promiennikiem podczerwieni przez 15 min. Następnie na każdą parę elektrod nakropić po 50 μl (po 25 μl na elektrodę) odpowiedniego roztworu wzorcowego lub próbki.

Jeżeli zawartość baru w próbce wynosi mniej niż 20 mg/dm³, — stosować wzorce serii pierwszej, jeżeli zawartość baru w próbce wynosi więcej niż 20 mg/dm³ — stosować wzorce serii drugiej. Elektrody z nakropionymi roztworami wysuszyć pod promiennikiem podczerwieni i wzbudzać w łuku prądu zmiennego

W przypadku elektrod impregnowanych wzbudzać w ciągu 30 s, a w przypadku elektrod nie impregnowanych wzbudzać w ciągu 45 s. Widma rejestrować na płycie spektrograficznej.

Wywoływanie płyty. Przygotować wywoływacz wg 2.5 n) i ustalić jego temperaturę na 18°C. Płyty z naświetlonymi widmami wywoływać przez 3,5 min. Następnie wypłukać pod bieżącą wodą i utrwalać przez 10 min w utrwalaczu przygotowanym wg 2.5 n). Utrwaloną płytę pozostawić pod wodą bieżącą na 30 min, opłukać dokładnie wodą destylowaną i suszyć w temperaturze pokojowej.

Wykreślenie krzywej analitycznej i obliczenie wyniku. Zmierzyć na mikrofotometrze zaczernienie linii baru dla wzorców i próbki, posługując się skalą przekształconych zaczernień Scidła. W przypadku pierwszej serii wzorców do pomiarów stosować linię baru 493,41 nm, w przypadku drugiej serii wzorców stosować linię baru 233,53 nm. Obliczyć średnie arytmetyczne trzech wyników pomiaru zaczernienia linii baru uzyskanych dla każdego wzorca. Krzywą analityczną wykreślić w układzie współrzędnych: przekształcone zaczernienie linii — logarytm stężenia. Z krzywej analitycznej odczytać stężenie baru w mg/10 cm³, odpowiadające zaczernieniu linii baru zmierzonemu dla próbki. Z odczyta-

nych trzech wartości stężeń baru obliczyć średnią arytmetyczną.

Zawartość baru (X) w badanej wodzie obliczyć w mg/dm³ wg wzoru

— gdy badana woda była zagęszczona

$$X = \frac{a \cdot 100}{k} \quad (1)$$

— gdy badana woda była rozcieńczona

$$X = a \cdot 100 \cdot k_1 \quad (2)$$

w którym:

a — średnia zawartość baru w badanej próbce, wyznaczona na podstawie krzywej analitycznej,

k — wielokrotność zagęszczenia badanej wody,

k_1 — wielokrotność rozcieńczenia badanej wody.

2.9. Precyzja. Dla oznaczonego stężenia baru 0,025 mg/10 cm³ odchylenie standardowe pojedynczego wyniku $s = 0,0028$ dla liczby oznaczeń $n = 10$.

2.10. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną trzech równoległych wyników nie różniących się o więcej niż 20% wyniku mniejszego.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Balneoklimatyczny.

2. Normy związane

PN-75/C-04563.01 Badania zawartości boru. Oznaczanie boru metodą kolorymetryczną z kwasem karminowym

BN-74/9561-02 Wody lecznicze. Pobieranie próbek do badań

BN-79/9567-18.09 Wody lecznicze. Metody badań. Oznaczanie zawartości jonu sodowego

BN-79/9567-18.13 Wody lecznicze. Metody badań. Oznaczanie zawartości jonu wapniowego

BN-79/9567-18.14 Wody lecznicze. Metody badań. Oznaczanie zawartości jonu magnezowego

BN-70/9567-18.17 Wody lecznicze. Metody badań. Oznaczanie zawartości jonu żelaza ogólnego

BN-78/9567-18.23 Wody lecznicze. Metody badań. Oznaczanie zawartości jonu siarczanowego

BN-78/9567-18.24 Wody lecznicze. Metody badań. Oznaczanie zawartości jonu wodorowęglanowego

3. Autor projektu normy — mgr Alicja Jedlewska — Biuro Projektów BALNEOPROJEKT Laboratorium Balneochemiczne w Warszawie.