

WODA I ŚCIEKI	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-87
	Wody lecznicze Metody badań Oznaczanie zawartości jonu jodkowego metodą redoksymetryczną	9567-18/21
		Grupa katalogowa 1485

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości jonu jodkowego w wodach leczniczych metodą redoksymetryczną w postaci jodanu.

**1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy.** Metodę stosuje się do oznaczania jonu jodkowego w zakresie stężeń  $J^-$  od  $1 \div 20$  mg/l. Zakres ten można rozszerzyć przez pobranie większej lub mniejszej objętości wody badanej..

## 2. METODA OZNACZANIA

**2.1. Zasada oznaczania.** W środowisku słabo kwaśnym utlenia się jony jodkowe za pomocą bromu do jodanu. Po związaniu nadmiaru bromu fenolem, dodaje się jodek potasowy. Wydzielony w reakcji pomiędzy jodanem i jodkiem wolny jod, miareczkuje się mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego wobec skrobi jako wskaźnika końca reakcji.

**2.2. Przygotowanie próby do badań.** Wskazane jest wykonanie oznaczania w dniu pobrania próbki do badań. W przypadku gdy to jest niemożliwe, próbkę należy przechować w ciemnym miejscu w temperaturze poniżej  $10^{\circ}C$  i wykonać oznaczanie w ciągu 48 h.

### 2.3. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a., roztwór o  $c(HCl) = 0,25$  mol/l.
- b) Woda bromowa: woda destylowana nasycona bromem, świeżo przygotowana.
- c) Fenol: roztwór  $5\%(m/m)$ .
- d) Kwas ortofosforowy cz.d.a., roztwór  $25\%(V/V)$ .
- e) Jodek potasowy cz.d.a. (wolny od jodanów), roztwór  $10\%(m/m)$ .

f) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór mianowany o  $c(Na_2S_2O_3) = 0,1$  mol/l: roztwór przechowywać w butli z ciemnego szkła.

g) Tiosiarczan sodowy, roztwór mianowany o  $c(Na_2S_2O_3) = 0,01$  mol/l; roztwór przygotować przed wykonaniem oznaczania.

h) Metylooranż, roztwór  $0,05\%(m/m)$ .

i) Skrobia; 1 g skrobi zmieszać z 5 ml wody destylowanej. Otrzymaną zawiesinę dodawać stopniowo do 50 ml wrzącej wody. Następnie dodać 50 ml gliceryny, ponownie roztwór ogrzać i utrzymywać w stanie wrzenia przez 5 min. Roztwór jest trwały przez kilka tygodni.

**2.4. Wykonanie oznaczania.** Do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem pojemności 250 ml odmierzyć pipetą 100 ml lub mniejszą objętość wody badanej tak, aby zawartość jodków w próbce mieściła się w zakresie stężeń  $0,1 \div 5,0$  mg. Próbkę zobojętnić wobec metylooranżu i dodać jeszcze 1 ml kwasu solnego wg 2.3a). Do tak przygotowanej próbki dodać 5 ml wody bromowej za pomocą cylindra pomiarowego, wymieszać, zamknąć korkiem i pozostawić na 10 min. Po upływie tego czasu dodać 5 ml fenolu, wymieszać i po zamknięciu kolby pozostawić próbkę ponownie na 10 min. Następnie dodać 5 ml kwasu fosforowego wg 3.2d) w celu skompleksowania jonów żelazowych oraz 5 ml jodku potasowego wg 2.3e). Kolbę zamknąć korkiem, pozostawić w ciemnym miejscu na 10 min, a po upływie tego czasu miareczkować wydzielony jod mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego wg 3.2f) wobec 1 ml skrobi do całkowitego odbarwienia roztworu. Równoległe wykonać ślepą próbę oznaczając 100 ml wody destylowanej w sposób wyżej opisany.

Zgłoszona przez Instytut Balneoklimatyczny  
Ustanowiona przez Ministra Zdrowia i Opieki Społecznej dnia 11 sierpnia 1987 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 26 października 1987 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 12/1987, poz. 31)

**2.5. Obliczenie wyniku.** Zawartość jonu jodkowego w litrze wody badanej w miligramach obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{(a - a_1) \cdot 0,2117 \cdot 1000}{b}$$

w którym:

$a$  — ilość mianowanego roztworu tiosiarczanu sodowego o  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$  zużyta na miareczkowanie jodu wydzielonego w próbce badanej, ml,

$a_1$  — ilość roztworu tiosiarczanu sodowego o  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$  zużyta na miareczkowanie jodu wydzielonego w ślepej próbie, ml,

$b$  — objętość próbki badanej, ml,

0,2117 — ilość jonu jodkowego odpowiadająca 1 ml mianowanego roztworu tiosiarczanu sodowego o  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$  w przebiegu utleniania jodków do jodanów, mg.

**2.6. Wynik końcowy oznaczenia.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się nie więcej niż o 5% wyniku mniejszego.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Balneoklimatyczny, Poznań.
2. Autor projektu normy — dr Teresa Latour — Zakład Balneochemii Instytutu Balneoklimatycznego.