

ZDROJOWNICTWO I PRODUKTY UZDROWISKOWE	N O R M A B R A N Ż O W A	
	Wody lecznicze Metody badań	
	Oznaczanie zawartości jonu strontowego metodą spektrograficzną	
	BN-80 9567-18.16	
Grupa katalogowa 1485		

1. WSTĘP

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

1.2. Zakres stosowania metody. Podaną metodą oznacza się zawartość jonu strontowego w badanej wodzie w zakresie stężeń od 2,5 do 100 mg/cm³.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania polega na pomiarze zacierzenia zarejestrowanych na płycie spektrograficznej linii spektralnych o określonej długości fali, emitowanych przez wbudzone atomy lub jony strontu 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 strontu 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 zawieszin należy ją przesączyć przez sączek średniej twardości. Ilość strontu w próbce wody przeznaczonej do badania powinna wynosić od 2,5 do 100 mg/dm³. W przypadku wód o większej zawartości strontu próbkę należy odpowiednio rozcieńczyć wodą podwójnie destylowaną. Przy zawartości strontu mniejszej niż 2,5 mg/dm³ należy zagęścić próbkę wody badanej. W tym celu pobrać odpowiednią objętość wody badanej, przenieść do kwarcowej parowniczkii 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 do oznaczania strontu 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-78/9567-18.14,
- jonu żelaza ogólnego wg BN-79/9567-18.17,
- jonu siarczanowego wg BN-78/9567-18.23,
- jonu wodorowęglanowego wg BN-78/9567-18.24.

2.4. Aparatura i materiały pomocnicze

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

2.5. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas borowy, roztwór: 5,716 g kwasu borowego spektr. cz., wysuszonego uprzednio do stałej masy w temperaturze 110°C, rozpuścić w wodzie i rozcieńczyć roztwór wodą w kolbie pomiarowej do 100 cm³. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 10 mg boru.
- b) 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.
- c) 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

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)

w kolbie pomiarowej do 1 dm³. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 10 mg magnezu.

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

e) 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.

f) 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.

g) 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.

h) 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.

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

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

k) Chlorek strontowy, roztwór podstawowy: 0,4212 g węglanu strontowego spektr. cz., wysuszonego uprzednio do stałej masy w temperaturze 110°C, rozpuścić w 5 cm³ 10-procentowego kwasu solnego i rozcieńczyć roztwór wodą w kolbie pomiarowej do 250 cm³. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 1 mg strontu.

l) Chlorek strontowy, roztwór roboczy: 10 cm³ podstawowego roztworu chlorku strontowego rozcieńczyć wodą w kolbie pomiarowej do 100 cm³. 1 cm³ tak przygotowanego roztworu zawiera 0,1 mg strontu. Roztwór należy przygotować bezpośrednio przed użyciem.

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 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 pirosiarczynu potasowego rozpuścić w 500 cm³ wody destylowanej, dodając odczynniki 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 tiosiarczanu sodowego Na₂S₂O₃ · 5H₂O oraz 35 g pirosiarczynu 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: 0,25; 0,50; 1,0; 3,0; 5,0 cm³ roztworu roboczego chlorku strontowego. Seria 2: do kolb pomiarowych pojemności 10 cm³ odmierzyć kolejno: 0,1; 0,3; 0,5; 0,8; 1,0 cm³ podstawowego roztworu chlorku strontowego. Następnie do każdej kolby dodać odpowiednie ilości roztworu chlorku 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: 0,025; 0,05; 0,1; 0,3; 0,5 mg strontu, seria 2: 0,1; 0,3; 0,5; 0,8; 1,0 mg strontu.

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 nakropić na każdą parę elektrod po 50 μl (po 25 μl na elektrodę) odpowiedniego roztworu wzorcowego lub próbki. Jeśli zawartość strontu w próbce wynosi mniej niż 30 mg/dm³ — stosować wzorce serii 1, jeśli zawartość strontu w próbce wynosi więcej niż 30 mg/dm³ — stosować wzorce serii 2. Elektrody z nakroplonymi roztworami wysuszyć pod promiennikiem i wzbudzać w łuku prądu zmiennego 6 A.

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

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

2.8.2. Wykreślenie krzywej analitycznej i obliczenie wyniku. Zmierzyć na mikrofotometrze zaczernienie linii strontu dla wzorców i próbki posługując się skalą przekształconych zaczernień Seidla. Do pomiarów stosować linię strontu 346,45 nm. Obliczyć średnie arytmetyczne trzech wyników pomiaru zaczernienia linii strontu uzyskanych dla każdego wzorca. Krzywą analityczną wykreślić w układzie współrzędnych: przekształcone zaczernienie linii — logarytm stężenia. Z krzywej analitycznej odczytać stężenie strontu w mg/10 cm³ odpowiadające zmierzonemu zaczernieniu linii strontu w próbce. Z uzyskanych trzech wartości stężeń strontu obliczyć średnią arytmetyczną. Jeśli oznaczanie prowadzono przy użyciu elektrod nie impregnowanych od natężenia linii strontu należy odjąć natężenie tła posługując się krzywą kalibracji emulsji fotograficznej i postępując zgodnie z procedurą ogólnie przyjętą w metodach spektralnych.

Zawartość strontu (X) w badanej wodzie obliczyć w mg/dm³ wg wzorów

— 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 których:

a — średnia zawartość strontu 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 strontu 0,1 mg/10 cm³ odchylenie standardowe pojedynczego wyniku $s = 0,012$ dla liczby oznaczeń $n = 10$.

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

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-79/9567-18.17 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 metodą acydymetryczną

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