

WODA I ŚCIEKI	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-87
	Wody lecznicze Metody badań	9567-18/20
	Oznaczanie zawartości jonu bromkowego metodą redoksymetryczną	
		Grupa katalogowa 1485

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości jonu bromkowego w wodach leczniczych metodą redoksymetryczną, w postaci bromianu.

**1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy.** Metodę stosuje się do oznaczania jonu bromkowego w zakresie stężeń  $\text{Br}^-$  0,5 ÷ 10,0 mg/l. Zakres ten można rozszerzyć przez pobranie do oznaczania mniejszej lub większej objętości wody badanej.

## 2. METODA OZNACZANIA

**2.1. Zasada oznaczania.** Jony bromkowe utlenia się za pomocą podchlorynu sodowego do bromianu. Nadmiar chloru unieczynnia się przez dodanie kwasu mrówkowego. Po dodaniu jodku potasowego wydzieleny zostaje wolny jod, który miareczkuje się mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego wobec skrobi jako wskaźnika końca reakcji.

**2.2. Przygotowanie próbki do badań.** Oznaczanie jonów bromkowych należy wykonać w dniu pobrania próbki do badań. W przypadku gdy to jest niemożliwe, próbkę należy przechowywać w ciemnym miejscu w temperaturze poniżej 10°C i wykonać oznaczenie w ciągu 48 h. W oznaczaniu przeszkadza obecność jonów jodkowych i żelazowych. Jodki utlenia się azotynem sodowym do wolnego jodu i oddziela przez ekstrakcję czterochlorkiem węgla.

Wpływ jonów żelazowych unieczynnia się przez kompleksowanie kwasem fosforowym.

### 2.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy (1,84) cz.d.a., roztwór o  $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 2 \text{ mol/l}$ .

b) Azotyn sodowy cz.d.a. roztwór 25%(m/m).

c) Mieszanina utleniająca jodki: roztwór azotynu sodowego zmieszać z roztworem kwasu siarkowego w stosunku objętościowym 1:25 przed wykonaniem oznaczenia.

d) Czterochlorek węgla cz.d.a.

e) Roztwór buforowy: 100 g fosforanu jednosodowego  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , cz.d.a., 100 g fosforanu dwusodowego  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  cz.d.a., 100 g pyrofosforanu sodowego  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  cz.d.a., 300 g chlorku sodowego  $\text{NaCl}$  cz.d.a. — rozpuścić w 1400 ml wody destylowanej. Odczyn (pH) tak przygotowanego roztworu powinien wynosić 6.

f) Kwas solny (1,19) cz.d.a., roztwór 10%(V/V).

g) Kwas mrówkowy (1,18) cz.d.a.

h) Kwas ortofosforowy (1,7) cz., roztwór 25%(V/V).

i) Podchloryn sodowy: 20 g wapna chlorowanego (zawierającego około 30% czynnego chloru) rozetrzeć w moździerzu, a następnie przenieść do zlewki pojemności 1l. Zlewkę umieścić w naczyniu z lodem, a następnie dodać 500 ml roztworu węglanu sodowego 5%(m/m) i wymieszać zawartość zlewki pręcikiem szklanym. Po opadnięciu osadu węglanu wapniowego zlać roztwór z nad osadu i przesączyć przez sączek z porowatego szkła. Roztwór zawierający około 1% czynnego chloru przechowywać w ciemnym miejscu w temperaturze poniżej 10°C w szczelnie zamkniętym naczyniu.

j) Jodek potasowy cz.d.a. (wolny od jodanu), roztwór 10%(m/m). Roztwór przygotować przed wykonaniem oznaczenia.

k) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór o  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ . Roztwór przechowywać w butli z ciemnego szkła.

l) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór o  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$  przygotowany z roztworu wg 2.3k), przez dziesięciokrotne rozcieńczenie wodą destylowaną przed wykonaniem oznaczenia.

ł) Papierki wskaźnikowe (pH 1,0 ÷ 10,0).

m) Roztwór skrobi: zmieszać 1,0 g skrobi z 5 ml wody i otrzymaną zawiesinę dodawać stopniowo do 50 ml wrzącej wody. Następnie dodać 50 ml gliceryny, ponownie ogrzać i utrzymywać w stanie lekkiego wrzenia przez 5 min. Roztwór jest trwały przez kilka tygodni.

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)

n) Papierki jodowo-skrobiowe: paski bibuły do sączenia nasycone przed użyciem do oznaczania roztworem jodku potasowego wg 2.3j), oraz skrobi wg 2.3m).

o) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór o  $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/l}$ .

**2.4. Wykonanie oznaczania.** 20 ml wody badanej wprowadzić za pomocą pipety do lejka rozdzielczego pojemności 250 ml i zakwasić wobec papierka wskaźnikowego do pH około 4. Następnie dodać 0,5 ml mieszaniny utleniającej wg 2.3c) i ekstrahować wydzielony jod porcjami (10 ml) czterochlorku węgla do uzyskania bezbarwnego ekstraktu. Ekstrakt odrzucić, a wodną warstwę przenieść ilościowo do kolby stożkowej z doszlifowanym korkiem pojemności 250 ml, dodać wody destylowanej do objętości około 100 ml, zobojętnić wodorotlenkiem sodowym wg 2.3o), a następnie dodać 25 ml roztworu buforowego wg 2.3e) i około 6 ml podchlorynu sodowego. Próbę wymieszać i ogrzewać na małym płomieniu w ciągu 10 min. Odstawić z palnika, dodać 6 ml kwasu mrówkowego w celu rozłożenia nadmiaru podchlorynu i ponownie ogrzewać przez 5 min. Sprawdzić czy podchloryn został całkowicie rozłożony. W tym celu u wylotu kolby umieścić wilgotny papierek jodowo-skrobiowy. W przypadku zabarwienia się papierka na kolor niebieski dodać jeszcze 3 ml kwasu mrówkowego i ponownie ogrzewać zawartość kolby przez 5 min. Następnie powtórnie wykonać próbę z papierkiem jodowo-skrobiowym do uzyskania ujemnego wyniku, po czym dodać 5 ml kwasu ortofosforowego wg 2.3h), ostudzić, wymieszać oraz dodać 5 ml roztworu jodku potasowego. Kolbę zamknąć korkiem,

umieścić w ciemnym miejscu na 10 min, a następnie miareczkować mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego wg 2.3k), wobec skrobi do całkowitego odbarwienia roztworu.

Równoległe wykonać należy ślepą próbę, oznaczając 100 ml wody destylowanej sposobem analogicznym jak próbka badana.

**2.5. Obliczenie wyniku.** Zawartość jonu bromkowego ( $X$ ) w litrze wody badanej (mg) obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{(a - a_1) \cdot 0,1333 \cdot 1000}{b}$$

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 mianowanego roztworu tiosiarczanu sodowego o  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$  zużyta na zmiareczkowanie jodu wydzielonego w ślepej próbce, ml,
- $b$  — objętość próbki, ml,
- 0,1333 — ilość jonu bromkowego odpowiadająca 1 ml roztworu mianowanego tiosiarczanu sodowego o  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,01 \text{ mol/l}$  w przebiegu opisanego toku oznaczania, mg.

**2.6. Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległe wykonanych oznaczeń nie różniących się 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, Poznań.