

WODA I ŚCIEKI	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-87
	Wody lecznicze Metody badań	9567-18/22
	Oznaczanie zawartości jonu fluorkowego metodą kolorymetryczną z odczynnikiem cyrkonowo-ksylenolowym	
		Grupa katalogowa 1485

## 1. WSTĘP

**1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości jonu fluorkowego w wodach leczniczych.

**1.2. Zakres stosowania metody.** Metodę stosuje się do oznaczania fluorków w wodach leczniczych przy ich zawartości od 0,25 mg do 3 mg/l.

## 2. METODA OZNACZANIA

**2.1. Zasada oznaczania.** W środowisku kwaśnym jony fluorkowe tworzą kompleks z cyrkonem. Kompleks ten reaguje z czerwonomarańczowym oranżem ksylenolowym z utworzeniem nowego połączenia kompleksowego cyrkonu z oranżem ksylenolowym o barwie żółtej. Stopień odbarwienia oranżu jest proporcjonalny do stężenia jonów fluorkowych w próbce. Oznaczanie polega na pomiarze absorbancji czerwonomarańczowego roztworu oranżu, który nie przereagował z kompleksem cyrkonowo-fluorkowym.

**2.2. Przygotowanie próbki.** Próbkę wody do badań pobrać zgodnie z BN-74/9561-02. Zaleca się przechowywać i pobierać próbkę w butelce polietylenowej. W oznaczaniu przeszkadza obecność chlorków w stężeniu powyżej 135 mg/l, siarczanów powyżej 1000 mg/l oraz żelaza w stężeniu powyżej 10 mg/l.

Przy stężeniach przekraczających określone granice należy:

a) wpływ chlorków unieczynnić poprzez zastosowanie obciążenia skali wzorca maksymalnym stężeniem jonów  $\text{Cl}^-$  (odczynniki cyrkonowy przygotowany na stężonym roztworze  $\text{NaCl}$ ),

b) jony żelazowe zredukować za pomocą 1 ml 10% kwasu askorbinowego,

c) wpływ jonów siarczanowych usunąć stosując obciążenie krzywej wzorcowej oznaczoną uprzednio zawartością siarczanów.

**2.3. Aparatura.** Spektrofotometr obejmujący widmo o długości fali 550 nm. Kuwety o grubości warstwy absorbcyjnej 1 cm. Termostat lub ciepłarka.

## 2.4. Odczynniki i roztwory

a) Fluorek sodowy  $\text{NaF}$  cz.d.a. podstawowy roztwór wzorcowy o  $g(\text{F}) = 0,0001 \text{ g/ml}$ : w kolbie pomiarowej pojemności 1000 ml rozpuścić 0,2210 g fluorku sodowego, kolbę dopełnić do kreski wodą destylowaną. Roztwór przechowywać w butelce polietylenowej.

b) Fluorek sodowy  $\text{NaF}$  cz.d.a. roboczy roztwór wzorcowy o  $p(\text{F}) = 0,000005 \text{ g/ml}$ : rozcieńczyć 20-krotnie podstawowy roztwór wzorcowy wodą destylowaną bezpośrednio przed oznaczaniem.

c) Kwas askorbinowy  $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$  cz.d.a. roztwór 10%, odważyć 5 g kwasu askorbinowego, rozpuścić w 50 ml wody destylowanej.

d) Odczynnik cyrkonowy: odważyć 45 g chlorku sodowego  $\text{NaCl}$  cz.d.a., rozpuścić w 175 ml wody destylowanej, następnie dodać kroplami 37,5 ml stężonego kwasu solnego  $\text{HCl}$  (1.19). Do tego roztworu dodać 1,25 ml roztworu tlenochlorku cyrkonu  $\text{ZrOCl}_2$  cz.d.a. świeżo przygotowanego przez rozpuszczenie 15 mg tlenochlorku cyrkonu w 10 ml wody destylowanej. Całość uzupełnić wodą destylowaną do objętości 250 ml. Odczynnik jest trwały 7 dni.

e) Oranż ksylenolowy roztwór 0,2%: odważyć 50 mg oranżu ksylenolowego, rozpuścić w 25 ml wody destylowanej.

f) Siarczan sodowy  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  cz.d.a. roztwór do obciążenia o  $P(\text{SO}_4) = 0,01 \text{ g/ml}$ : odważyć 30,88 g siarczanu sodowego, rozpuścić w 1000 ml wody destylowanej.

**2.5. Przygotowanie krzywej wzorcowej.** Do kolbek pomiarowych pojemności 50 ml odmierzyć kolejno: 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 10,0; 12,0 ml roboczego roztworu wzorcowego fluorku sodowego. Do każdej kolbki dodać około 5 ml wody destylowanej oraz 20 ml roztworu odczynnika cyrkonowego. Kolbki z płynem wstawić do ciepłarki i ogrzewać w temperaturze  $60^\circ\text{C}$  przez 40 min. Po ostudzeniu roztworu do temperatury otoczenia, do kolbek pomiarowych odmierzyć w przypadku obecności w próbce jonów przeszkadzających oznaczaniu po 1 ml roztworu kwasu askorbinowego oraz określoną ilość ml roztworu siarczanu sodowego do obciążenia.

Zgłoszona przez Instytut Medycyny Uzdrawiskowej  
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)

Następnie dodać po 2 ml roztworu oranżu ksylanolowego. Całość dopełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać.

Pomiary absorbancji dla poszczególnych roztworów wzorcowych wykonać po 10 min, przy długości fali 550 nm. Punkt zerowy nastawić na najwyższe stężenie wzorca.

Wykreślić krzywą wzorcową odkładając na osi odciętych stężenie  $F$  w mg/ml, a na osi rzędnych odczytaną na spektrofotometrze absorbancję.

**2.6. Wykonanie oznaczenia.** Próbkę do badań objętości 20 ml przenieść do kolbki pomiarowej pojemności 50 ml, dodać 20 ml roztworu odczynnika cyrkonowego, wstawić do cieplarki i ogrzewać do 60°C przez 40 min.

Po ostudzeniu roztworu do temperatury otoczenia w miarę potrzeby dodać 1 ml roztworu kwasu askorbinowego, 2 ml roztworu oranżu ksylanolowego uzupełnić wodą destylowaną do kreski, wymieszać. Po 10 min

zmierzyć absorbancję roztworu przy długości fali 550 nm, nastawiając punkt zerowy na najwyższe stężenie wzorca. Wynik odczytać z krzywej wzorcowej wykreślonej dla zakresu stężeń od 0,005 do 0,06 mg F/50 ml roztworu.

Zawartość fluorków  $X$  w mg wody obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 1000}{b}$$

w którym:

- $a$  — zawartość fluorków w badanej próbce wody odczytana z krzywej wzorcowej, mg,
- $b$  — objętość wody badanej pobrana do oznaczenia, ml.

**2.7. Wynik.** Należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległe wykonanych oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż 10% wyniku mniejszego.

K O N I E C

#### INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Medycyny Uzdrawiskowej.
2. Normy związane  
BN-74/9561-02 Wody lecznicze. Pobieranie próbek do badań
3. Autor projektu normy — dr Barbara Jastrzębska — Instytut Medycyny Uzdrawiskowej, Zakład Balneochemii w Poznaniu.