

WODA I ŚCIEKI	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-87
	Wody lecznicze Metody badań Oznaczenie	9567-18/26
	zawartości jonu azotanowego metodą spektrofotometryczną z kwasem fenolodwusulfonowym	
		Grupa katalogowa 1485

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie jonu azotanowego metodą spektrofotometryczną z kwasem fenolodwusulfonowym.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania jonu azotanowego w wodach leczniczych i stołowych, jeżeli jego zawartość wynosi powyżej 0,01 mg/l, a zawartość chlorków nie przekracza 200 mg/l.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Jony azotanowe reagują w środowisku kwaśnym z kwasem 1-fenolo-2,4,-dwusulfonowym, tworząc kwas nitrofenolodwusulfonowy, który po zalkalizowaniu przechodzi w formę zjonizowaną, zabarwioną intensywnie żółto. Pomiar intensywności zabarwienia proporcjonalnego do stężenia azotanów wykonuje się na spektrofotometrze przy długości fali światła 410 nm.

2.2. Przygotowanie próbki do badań. Oznaczanie azotanów należy wykonać możliwie szybko po pobraniu próbki do badań (przed upływem 24 h). Jeżeli nie można wykonać oznaczania w tym czasie, próbkę należy utrwalić, dodając na każdy litr wody 2 ÷ 3 ml chloroformu lub 1 ml H₂SO₄ cz.d.a. (1,84).

a) Przed przystąpieniem do oznaczania azotanów należy oznaczyć zawartość chlorków wg BN-79/9567-18/19. Jeżeli zawartość chlorków jest równa lub większa niż 10 mg/l, a objętość próbki wynosi 100 lub mniej ml, należy próbkę ogrzać do wrzenia, a następnie dodać roztworu siarczynu srebrowego w ilości 1 ml na każdy mg Cl⁻ w próbce.

Roztwór z osadem ogrzewać w ciągu 1 h na łaźni wodnej, po czym odsączyć, sączone przemyć wodą destylowaną, a w roztworze oznaczyć azotany wg 2.6.

Roztwór siarczynu srebrowego przygotować następująco: 4,3970 g Ag₂SO₄ cz.d.a. rozpuścić w wodzie destylowanej i dopełnić w kolbie pomiarowej do 1 l. 1 ml roztworu zawiera 1 mg Cl⁻.

b) Jeżeli badana woda zawiera więcej niż 1 mg/l NO₂ oznaczonych wg BN-83/9567-18/27, a objętość próbki do oznaczania azotanów wynosi 100 ml, azotyny należy utlenić do azotanów. W tym celu próbkę badaną o odczynie wyraźnie kwaśnym (sprawdzić wobec papierka wskaźnikowego) — zadać 0,5 ml wody utlenionej cz.d.a. 30% (m/m) i ogrzewać w temperaturze wrzenia w ciągu 10 min. Przy użyciu do oznaczania azotanów próbki wody mniejszej niż 100 ml, usuwanie azotynów należy przeprowadzić dopiero przy ich odpowiednio wyższym stężeniu.

Każdorazowo oznaczoną zawartość azotynów uwzględnić w obliczaniu wyników.

c) Jeżeli badana woda zawiera jony Fe³⁺ w stężeniu powyżej 1 mg/l, konieczne jest ich usunięcie przez wytrącenie w postaci wodorotlenku żelazowego. W tym celu próbkę badaną lub próbkę, w której przeprowadzono utlenianie azotynów wg 2.2b) ogrzewa się i alkalinizuje niewielkim nadmiarem roztworu wodorotlenku sodowego o c(NaOH) = 12 mol/l. Roztwór z wytrąconym osadem wodorotlenku żelazowego należy lekko ogrzewać w celu skoagulowania osadu. Następnie osad odsączyć przez miękki sączonek, przemyć wodą destylowaną, a w roztworze wykonać oznaczanie zawartości azotanów wg 2.6.

2.3. Aparatura

a) Spektrofotometr o zakresie obejmującym długość fali 410 nm.

b) Kuwety o grubości warstwy absorbującej 1 cm.

2.4. Odczynniki

a) Kwas fenolodwusulfonowy. W kolbie kulistej pojemności 500 ml umieścić 25 g fenolu cz.d.a., 150 ml kwasu siarkowego cz.d.a. (1,84) oraz 75 ml kwasu siarkowego oleum cz.d.a. i całość dobrze wymieszać. Następnie połączyć kolbę z chłodnicą zwrotną i ogrzewać na łaźni wodnej w ciągu 2 h. W przypadku braku oleum można zwiększyć ilość kwasu siarkowego do 175 ml i przedłużyć ogrzewanie do 6 h. Odczynnik należy przechowywać w butelce z ciemnego szkła z doszlifowanym korkiem.

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)

b) Wersenian dwusodowy. W kolbie pojemności 200 ml rozpuścić 50 g wersenianu dwusodowego w około 20 ml wody destylowanej, dodać 60 ml wody amoniakalnej cz.d.a. i mieszać do rozpuszczenia się soli, a następnie uzupełnić zawartość kolby wodą destylowaną do kreski.

c) Wodorotlenek sodowy cz.d.a. roztwór $c(\text{NaOH}) = 12 \text{ mol/l}$.

d) Azotan potasowy wzorcowy roztwór podstawowy o zawartości $\text{NO}_3^- = 0,1 \text{ mg/l}$. W kolbie pomiarowej pojemności 1 l rozpuścić w wodzie destylowanej 0,1631 g azotanu potasowego cz.d.a. wysuszonego uprzednio w temperaturze 105°C do stałej masy. Zawartość kolby uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

e) Azotan potasowy roztwór wzorcowy roboczy o zawartości $\text{NO}_3^- = 0,01 \text{ mg/l}$. W parownicy porcelanowej odparować do sucha na łaźni wodnej 50 ml roztworu podstawowego. Do suchej pozostałości dodać 1 ml kwasu fenolodwusulfonowego: osad rozetrzeć przecikiem szklanym. Po 10 min dodać 10 ml wody destylowanej, wymieszać i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, a następnie uzupełnić zawartość kolby wodą destylowaną do kreski, 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera $0,01 \text{ mg NO}_3^-$. Roztwór przechowywany w butelce z ciemnego szkła z doszlifowanym korkiem w temperaturze 4°C jest trwały przez kilka miesięcy.

2.5. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do kolb pomiarowych pojemności 50 ml odmierzyć kolejno: 0,0; 0,5; 0,7; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 ml wzorcowego roztworu roboczego wg 2.4e). Tak przygotowane roztwory zawierające kolejno: 0,0; 0,005; 0,007; 0,010; 0,02; 0,030 i 0,050 mg NO_3^- . Do każdej kolby dodać 1 ml kwasu fenolodwusulfonowego, rozcieńczyć wodą destylowaną do około 40 ml i dodać 3,5 ml roztworu wodorotlenku sodowego wg 2.4c). Całość wymieszać, uzupełnić do pojemności nominalnej zawartość kolb i po 10 min zmierzyć absorbancję przy 410 nm, stosując jako odnośnik pierwszą próbkę. Wykreślić krzywą wzorcową odkładając na osi odciętych zawartość azotanów w mg, a na osi rzędnych odczytane wartości absorbancji.

2.6. Wykonanie oznaczania. Do parownicy porcelanowej odmierzyć taką objętość wody badanej przygotowanej wg 2.2, aby zawartość w niej azotanów mieściła się w granicach $0,010 \div 0,050 \text{ mg NO}_3^-$. Próbkę odparować do sucha na łaźni wodnej. Do suchej pozostałości dodać 1 ml roztworu kwasu fenolodwusulfonowego, osad rozetrzeć przecikiem szklanym, a po 5 min dodać około 10 ml wody destylowanej i całość przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 50 ml. Następnie dodać około 30 ml wody destylowanej i 3,5 ml roztworu wodorotlenku sodowego wg 2.4c). Jeżeli wystąpi zmętnienie roztworu (zwłaszcza w próbkach nie odżelazionych ze znaczną zawartością wapnia i magnezu) należy dodawać roztworu wersenianu sodowego wg 2.4b) do całkowitego rozpuszczenia się osadu. Zawartość kolby wymieszać i uzupełnić wodą destylowaną do kreski, po czym ponownie wymieszać. Zmierzyć absorbancję przy długości fali światła 410 nm, stosując jako odnośnik próbkę przygotowaną z wody destylowanej opracowaną analogicznie jak próbki badane. Zawartość azotanów odczytać z krzywej wzorcowej.

2.7. Obliczanie wyników. Zawartość jonów azotanowych (X) w mg/l wody obliczyć wg wzoru

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

w którym:

a — zawartość jonów azotanowych w próbce badanej odczytana z krzywej wzorcowej, mg,
 V — objętość próbki, ml.

W przypadku gdy zawartość azotanów w badanej próbce wynosiła powyżej 1 mg/l (oznaczona zgodnie z 2.2d) należy ją odjąć od obliczonego wyniku azotanów.

2.8. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch oznaczeń różniących się przy:

- stężeniu NO_3^- poniżej $0,2 \text{ mg/l}$ nie więcej niż 20% wyniku mniejszego,
- stężeniu NO_3^- powyżej $0,2 \text{ mg/l}$ nie więcej niż 10% wyniku mniejszego.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Balneoklimatyczny, Poznań.

2. Normy związane

BN-79/9567-18/19 Wody lecznicze. Metody badań. Oznaczanie zawartości jonu chlorkowego

BN-83/9567-18/27 Wody lecznicze. Metody badań. Oznaczanie jonu azotynowego metodą fotokolorymetryczną z kwasem sulfanilowym i 1-naftyloaminą

3. Autor projektu normy — dr Teresa Latour — Instytut Balneoklimatyczny w Poznaniu, Zakład Balneochemii.