

| | | |
|------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| WODA I ŚCIEKI | N O R M A B R A N Ż O W A | BN-87 |
| | Wody lecznicze Metody badań | 9567-18/28 |
| | Oznaczenie zawartości kwasu metakrzemowego metodą kolorymetryczną ekstrakcyjną z molibdenianem amonowym | |
| | | Grupa katalogowa 1485 |

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczanie w wodach leczniczych ogólnej zawartości krzemu w przeliczeniu na kwas metakrzemowy, metodą kolorymetryczną ekstrakcyjną z molibdenianem amonowym.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Metodę stosuje się do oznaczania kwasu metakrzemowego przy użyciu próbki wody objętości 50 ml w stężeniu H_2SiO_3 od 1 do 15 mg/l wody.

Zakres ten można rozszerzyć przez użycie do oznaczania mniejszej lub większej objętości próbki.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Zjonizowane związki krzemu reagują z molibdenianem amonowym z utworzeniem żółtego kwasu krzemomolibdenowego. Kwas ten ekstrahuje się alkoholem izoamyłowym, redukuje chlorkiem cynawym do błękitu krzemomolibdenowego i mierzy absorbancję roztworu przy długości fali światła 750 nm.

2.2. Przygotowanie próbki do badań. Próbkę wody do oznaczania H_2SiO_3 należy pobrać do naczynia ze szkła odpornego chemicznie lub do naczynia polietylenowego. W takich samych naczyniach należy przechowywać inne roztwory używane do wykonania oznaczania. Zaleca się wykonać oznaczenie w ciągu 3 dni od pobrania próbki. W oznaczaniu przeszkadza obecność żelaza w stężeniu powyżej 10 mg w litrze oraz siarczków i fosforanów.

Żelazo i siarczki usuwa się przez napowietrzenie próbki i odsączenie wodorotlenku żelazowego.

Wpływ fosforanów unieczynnia się przez wprowadzenie do środowiska reakcji kwasu siarkowego o stężeniu około 2 mol/l. W tych warunkach powstający kwas fosfomolibdenowy ulega rozkładowi i nie ekstrahuje się alkoholem izoamyłowym.

2.3. Odczynniki i roztwory

- Alkohol izoamyłowy I rzędowy cz.d.a.
- Woda podwójnie destylowana.

c) Węglan sodowy cz.d.a.

d) Woda amoniakalna cz.d.a.

e) Eter etylowy.

f) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór o $c(\frac{1}{2} H_2SO_4) = 1$ mol/l.

g) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór o $c(\frac{1}{2} H_2SO_4) = 5$ mol/l.

h) Chlorek cynawy cz.d.a., roztwór 30%(m/m) w HCl cz.d.a. (1+4).

i) Molibdenian amonowy cz.d.a., roztwór w kwasie siarkowym: 5 g molibdenianu amonowego rozpuścić w 50 ml wody z dodatkiem 5 ml kwasu siarkowego (poz. g). Po ostudzeniu roztworu doprowadzić jego odczyn do wartości $pH = 7,7$ (wg pehametru), za pomocą wody amoniakalnej (poz. d) i następnie przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 100 ml uzupełniając jej zawartość do pojemności nominalnej wodą podwójnie destylowaną.

j) Wzorcowy roztwór krzemionki, 1 ml = 1 mg SiO_2 : do 0,2000 g krzemionki SiO_2 cz.d.a., uprzednio wyrażonej w tyglu platynowym w temperaturze $1100^\circ C$ dodać 2,0 g węglanu sodowego i stopić w $1100^\circ C$. Po ostudzeniu stop wyługować wodą podwójnie destylowaną, a roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 200 ml, zakwaszyć kwasem siarkowym (poz. f) do $pH = 1,5$ i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Zawartość SiO_2 w roztworze należy sprawdzić wg PN-71/C-04567/07.

k) Wzorcowy roztwór krzemionki, 1 ml = 0,1 mg. Roztwór przygotować bezpośrednio przed wykonaniem oznaczania przez dziesięciokrotne rozcieńczenie roztworu podstawowego (poz. j).

2.4. Aparatura i przyrządy

- Pehametr.
- Tygiel platynowy z przykrywką pojemności 20 ml.
- Parownica platynowa pojemności 100 ml.
- Lejek rozdzielczy do ekstrakcji pojemności 100 ml.
- Spektrofotometr umożliwiający pomiar przy długości fali światła 750 nm.
- Kuweta dla grubości warstwy roztworu 1 cm.

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. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Krzywą wzorcową należy przygotować dla serii wzorców o następującej zawartości dwutlenku krzemu: 0,00; 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50 mg SiO₂ w próbce pobierając 0,0 ÷ 5,0 ml roztworu wzorcowego (2.3k) do zlewki pojemności 100 ml i uzupełniając próbkę wodą podwójnie destylowaną do objętości około 20 ml. Do każdej kolejnej próbki należy dodać 4 ml roztworu molibdenianu amonowego (2.3i) i doprowadzić pH badanego roztworu do wartości 1,4 za pomocą kwasu siarkowego (2.3f).

Po 5 min przenieść roztwór do lejka rozdzielczego, dodać 10 ml H₂SO₄ (2.3g) i ekstrahować kwas krzemomolibdenowy trzema 15 mililitrowymi porcjami alkoholu izoamylowego. Połączone ekstrakty wytrząsnąć z 10 ml H₂SO₄ (2.3f) w celu przemycia i następnie przenieść je do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, po czym dodać 2 krople roztworu SHCl₂ (2.3h) i 2 ml eteru w celu usunięcia ewentualnego zmętnienia. Zawartość kolby uzupełnić do kreski alkoholem izoamylowym i po 5 min zmierzyć absorbancję niebieskiego roztworu przy długości fali światła 750 nm, stosując jako odnośnik alkohol izoamylowy.

Wykreślić krzywą wzorcową odkładając na osi rzędnych wartość absorbancji, na osi odciętych zawartość SiO₂ w mg.

2.6. Wykonanie oznaczania. W przypadku obecności w wodzie badanej jonów żelaza powyżej 10 mg/l oraz siarczków, wodę należy napowietrzyć przez wytrząsanie w ciągu 30 min, a następnie pozostawić do opadnięcia osadu i przesączyć przez sączek średniej twardości. Do parownicy platynowej odmierzyć odpowied-

nią ilość wody badanej, aby zawartość kwasu krzemowego nie przekraczała 0,5 mg w próbce. Do parownicy dodać 0,3 g węgla sodowego (2.3c) i ogrzewać na łaźni wodnej w ciągu 30 min. Ewentualnie wytrącony osad odsączyć przez sączek średniej twardości, przesącz odparować do objętości około 20 ml w zlewce pojemności 100 ml. Do próbki dodać 4 ml roztworu molibdenianu amonowego (2.3i), doprowadzić odczyn roztworu do wartości pH = 1,4 za pomocą kwasu siarkowego (2.3f) i po 5 min przenieść roztwór badany do lejka rozdzielczego, dodać 10 ml kwasu siarkowego (2.3f) i ekstrahować kwas krzemomolibdenowy trzema porcjami (15 ml) alkoholu izoamylowego. Połączone ekstrakty analizować następnie wg 2.5 jak przy przygotowaniu krzywej wzorcowej.

Absorbancję badanej próby porównać z krzywą wzorcową i odczytać zawartość SiO₂ w próbce.

2.7. Obliczanie wyniku. Zawartość kwasu metakrzemowego H₂SiO₃ (X) w mg/l wody badanej obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{1,3 \cdot a \cdot 100}{V}$$

w którym:

a — zawartość SiO₂ w próbce wody badanej odczytana z krzywej wzorcowej,

V — objętość próbki badanej wody, ml,

1,3 — współczynnik przeliczeniowy SiO₂ na H₂SiO₃.

2.8. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch wyników 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. Normy związane

PN-71/C-04567 Badanie zawartości krzemionki. Postanowienia ogólne

PN-71/C-04567/07 Badanie zawartości krzemionki ogólnej metodą wagową

3. Autor projektu normy — dr Teresa Latour — Zakład Balneochemii Instytutu Balneoklimatycznego w Poznaniu.