

WODA I ŚCIEKI	N O R M A   B R A N Ż O W A	BN-87
	Wody lecznicze Metody badań	9567-18/29
	Oznaczanie zawartości kwasu metaborowego metodą alkacymetryczną	
		Grupa katalogowa 1485

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest oznaczanie w wodach leczniczych kwasu metaborowego metodą alkacymetryczną po oddzieleniu boru w postaci estru metylowego kwasu borowego.

**1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy.** Podaną metodą należy oznaczać kwas metaborowy w wodach leczniczych w stężeniu powyżej 100 mg/l.

## 2. METODA OZNACZANIA

**2.1. Zasada oznaczania.** Bor oddestylowuje się w postaci lotnego estru metylowego kwasu borowego, dodaje gliceryny w celu utworzenia jednozasadowego kwasu, który następnie miareczkuje się mianowanym roztworem wodorotlenku sodowego wobec fenoloftaleiny.

**2.2. Przygotowanie próbki do badań.** Próbkę do oznaczania boru należy pobrać do naczyń polietylenowych lub ze szkła, z którego bor nie ulega wyługowaniu. W takich samych naczyniach należy przechowywać wzorzec oraz inne odczynniki używane do oznaczania. W oznaczaniu przeszkadza obecność fluorków, które kompleksuje się przed destylacją za pomocą chlorku glinowego.

### 2.3. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol metylowy cz.d.a.
- b) Gliceryna cz.d.a. zobojętniona kwasem solnym (f) wobec fenoloftaleiny.
- c) Woda podwójnie destylowana.
- d) Kwas siarkowy  $H_2SO_4$  cz.d.a. (1,84).
- e) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór o  $c(NaOH) = 0,2 \text{ mol/l}$ .
- f) Kwas solny cz.d.a., roztwór o  $c(HCl) = 0,2 \text{ mol/l}$ .
- g) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór mianowany o  $c(NaOH) = 1 \text{ mol/l}$ .
- h) Czerwień metylowa, roztwór 0,1% (m/m) w alkoholu metylowym 60% (V/V).

i) Fenoloftaleina, roztwór 1% (m/m) w alkoholu etylowym 60% (V/V).

j) Chlorek glinowy  $AlCl_3 \cdot 6H_2O$  cz.d.a.

### 2.4. Aparatura i przyrządy

- a) Parownica platynowa lub kwarcowa pojemności 100 ml.
- b) Zestaw do destylacji ze szkła kwarcowego lub innego nie zawierającego boru.
- c) Łaźnia glicerynowa.

**2.5. Wykonanie oznaczania.** Do parownicy platynowej lub kwarcowej odmierzyć pipetą 50,0 ml wody badanej, doprowadzić pH do wartości około 8 wobec papierka wskaźnikowego stosując roztwór wodorotlenku sodowego (2.3e). Następnie dodać jeszcze 1 ml wodorotlenku sodowego i odparować na łaźni wodnej do postaci suchej. Do suchej pozostałości dodać 2 ml  $H_2SO_4$  (2.3d) i po kilku minutach przenieść roztwór do kolby aparatu destylacyjnego. Parownicę popłukać dwukrotnie 15 ml porcjami alkoholu metylowego (2.3a), wlać roztwór do kolby destylacyjnej i umieścić na łaźni glicerynowej<sup>1)</sup>. Połączyć poszczególne części aparatu destylacyjnego. Koniec chłodnicy zanurzyć w odbieralniku zawierającym 25 ml wody podwójnie destylowanej, wolnej od dwutlenku węgla (wygotowanej) zalkalizowanej wodorotlenkiem sodowym (2.3e) wobec czerwieni metylowej (2.3h). Po oddestylowaniu metanolu kolbę destylacyjną ostudzić i dodać ponownie 20 ml metanolu, po czym powtórnie destylować jak wyżej.

Roztwór w odbieralniku doprowadzić za pomocą kwasu solnego (2.3f) do wartości  $pH = 5 \div 6$  (przejściowe zabarwienie czerwieni metylowej), zagotować do wrzenia, w celu odpędzenia dwutlenku węgla. Po ostudzeniu dodać 20 ml gliceryny oraz 2 ÷ 3 krople fenoloftaleiny do wystąpienia lekko czerwonego zabarwienia. Miareczkować mianowanym roztworem wodorotlenku sodowego (2.3g). Miareczkowanie uważa się za zakończone, jeżeli dodatek nowej porcji gliceryny nie powoduje odbarwienia roztworu.

<sup>1)</sup> W przypadku wód fluorokowych należy dodać 0,5 g  $AlCl_3$ .

Zgłoszona przez Instytut Bałneoklimatyczny  
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)

**2.6. Obliczanie wyniku.** Zawartość kwasu metaborowego ( $X$ ) w mg/l wody badanej obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 4,382 \cdot 1000}{V}$$

w którym:

$a$  — ilość mianowanego roztworu wodorotlenku sodowego o  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$  zużyta na zmiareczkowanie próbki badanej, ml,

$V$  — objętość próbki badanej, ml,

4,382 — ilość kwasu metaborowego odpowiadająca 1 ml mianowanego roztworu wodorotlenku sodowego o  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , mg.

**2.7. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległe wykonanych oznaczeń nie różniących się więcej niż 0,5% 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 w Poznaniu.