

WODA I ŚCIEKI	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-81
	Wody lecznicze Metody badań Oznaczanie zawartości ogólnej siarkowodoru i wodorosiarczków metodą jodometryczną	9567-18.31
		Grupa katalogowa 1485

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania ogólnej zawartości siarkowodoru i wodorosiarczków w wodach leczniczych metodą jodometryczną.

1.2. Zakres stosowania metody. Podaną metodę należy stosować do oznaczania siarkowodoru i wodorosiarczków w wodach leczniczych o stężeniu tych związków co najmniej 0,5 mg/dm³ w próbach nie zawierających innych substancji redukujących i utleniających jod.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania polega na utlenianiu siarkowodoru za pomocą mianowanego roztworu jodu dodanego w ściśle określonej ilości i odmiareczkowaniu jego niezredukowanego nadmiaru mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego wobec skrobi.

Przez wstępne zakwaszenie próby uzyskuje się przejście siarczków i wodorosiarczków współobecnych w niektórych wodach w siarkowodór. Oznaczanie należy wykonać bezpośrednio po pobraniu próbki w warunkach zabezpieczających przed możliwością oddziaływania na przebieg reakcji tlenu zawartego w powietrzu atmosferycznym.

2.2. Pobieranie próbki do badań — wg BN-74/9561-02.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Wodorowęglan sodowy cz.d.a., in subst.

c) Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1N i 0,01N.

Roztwór 0,1N: w kolbie pomiarowej pojemności 1 dm³ rozpuścić 25 g tiosiarczanu sodowego (Na₂S₂O₃ · 5H₂O) w świeżo wygotowanej wodzie destylowanej i pozostawić na 7 ÷ 10 dni. Następnie ustalić normalność roztworu za pomocą dwuchromianu potasowego. W tym celu odmierzyć do kolby stożkowej ze szlifem 10 cm³ H₂SO₄ (1+9), dodać 2 g KJ wolnego od jodanów i 20 cm³ 0,1N roztworu K₂Cr₂O₇.

Zamkniętą korkiem kolbę pozostawić na 5 ÷ 10 min w ciemnym miejscu, następnie rozcieńczyć roztwór do objętości około 150 cm³ świeżo wygotowaną wodą destylowaną i miareczkować wydzielony jod roztworem tiosiarczanu (którego miano ma być oznaczane) do uzyskania barwy słomkowej. Wówczas dodać 1 cm³ roztworu skrobi i prowadzić miareczkowanie do zmiany barwy z niebieskiej na jasnozieloną.

Normalność roztworu tiosiarczanu sodowego N obliczyć wg wzoru

$$N = \frac{20 \cdot N_1}{V} \quad (1)$$

w którym:

N₁ — normalność roztworu dwuchromianu potasowego,

V — objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego na zmiareczkowanie jodu wydzielonego w reakcji z 20 cm³ 0,1N K₂Cr₂O₇, cm³.

Roztwór należy zabezpieczyć przed dostępem tlenu i dwutlenku węgla, a jego normalność sprawdzać co 7 ÷ 10 dni.

Roztwór 0,01N przygotować przez 10-krotne rozcieńczenie roztworu 0,1N wodą destylowaną bezpośrednio przed wykonaniem oznaczania.

d) Jod cz.d.a., roztwór 0,1N i 0,01N.

Roztwór 0,1N: do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ wprowadzić przez suchy lejek 12,7 g świeżo przesublimowanego jodu, dodać 20 g jodku potasowego cz.d.a., a następnie kroplami niewielką ilość wody destylowanej przy stałym mieszaniu zawartości kolby do całkowitego rozpuszczenia się jodu. Następnie zawartość kolby uzupełnić wodą destylowaną do pojemności nominalnej kolby. Normalność tak przygotowanego roztworu sprawdzić przez zmiareczkowanie mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego wobec skrobi. W tym celu odmierzyć 20 cm³ roztworu jodu, dodać 80 cm³ wody destylowanej i miareczkować mia-

Zgłoszona przez Instytut Bańneoklimatyczny
Zatwierdzona przez Dyrektora Zjednoczenia UZDROWISKA POLSKIE dnia 31 grudnia 1981 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1982 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1982 poz. 11)

nowanym roztworem tiosiarczanu sodowego do barwy słomkowej. Następnie dodać 1 cm³ skrobi i dalej miareczkować do zaniku niebieskiego zabarwienia.

Normalność N roztworu jodu obliczyć wg wzoru

$$N = \frac{V_1 \cdot N_1}{20} \quad (2)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu 0,1N tiosiarczanu sodowego zużytego na zmiareczkowanie jodu, cm³,

N_1 — normalność użytego roztworu tiosiarczanu sodowego.

Roztwór jodu należy przechowywać w ciemnym naczyniu w niskiej temperaturze, a jego normalność sprawdzać co tydzień.

Roztwór 0,01N przygotować przez dziesięciokrotne rozcieńczenie wodą destylowaną roztworu 0,1N, bezpośrednio przed oznaczaniem.

e) Skrobia cz.d.a., roztwór 1-procentowy: 0,2 g kwasu salicylowego cz.d.a. rozpuścić na gorąco w 70 cm³ wody destylowanej i nasycić roztwór chlorkiem potasowym cz.d.a. przez wytrząsanie w cylindrze miarowym ze szlifem. 1 g skrobi rozprowadzić w małej zlewce 20 cm³ wody destylowanej i ogrzać do uzyskania klarownego roztworu.

Zmieszać roztwór skrobi z nasyconym roztworem chlorku potasowego i pozostawić na 24 h, a następnie przesączyć, jeżeli roztwór nie jest klarowny i uzupełnić do objętości 100 cm³ wodą destylowaną.

Trwałość tak przygotowanego roztworu skrobi wynosi 4 miesiące.

2.4. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej (jodowej) pojemności 300 cm³ wprowadzić 3 g wodorowęglanu sodowego i 25 cm³ 10-procentowego roztworu kwasu solnego. Burzliwe wydzielanie dwutlenku węgla usuwa powietrze z kolby. Następnie wprowadzić za po-

mocą pipety 10 cm³ 0,01N roztworu jodu oraz 50 lub 100 cm³ wody badanej w zależności od zawartości siarki oznaczalnej jodometrycznie.

W przypadku gdy roztwór odbarwi się, należy wykonać następne oznaczanie z większą objętością roztworu jodu.

Kolbę zamknąć korkiem i pozostawić w ciemnym miejscu przez co najmniej 5 min. Następnie odmiareczkować niezredukowany jód mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego. Pod koniec miareczkowania, gdy próba wykazuje już tylko słabo żółte zabarwienie, dodać 1 cm³ roztworu skrobi i miareczkować do zaniku niebieskogrnatowej barwy roztworu.

Równoległe należy wykonać próbę odniesienia stosując wodę destylowaną zamiast próby badanej.

2.5. Obliczanie wyniku. Ogólną zawartość siarkowodoru i wodorosiarczków X w przeliczeniu na H₂S mg/dm³ obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{0,1704 \cdot 1000 \cdot (a-b)}{c} = \frac{170,4 (a-b)}{c} \quad (3)$$

w którym:

a — ilość cm³ 0,01N roztworu jodu dodana do próby badanej,

b — ilość cm³ 0,01N roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta na zmiareczkowanie próby badanej,

c — objętość próbki wody użytej do oznaczania, cm³.

0,1704 stanowi ilość mg H₂S odpowiadającą 1 cm³ 0,01N roztworu tiosiarczanu sodowego. Od wyniku końcowego należy odjąć wynik otrzymany przy wykonywaniu próby odniesienia, obliczony w analogiczny sposób.

2.6. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną z co najmniej dwóch oznaczeń wykonanych równoległe i nie różniących się więcej niż o 10 procent wyniku mniejszego.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Balneoklimatyczny.

2. Normy związane

BN-74/9561-02 Wody lecznicze. Pobieranie próbek do badań

3. Autor projektu normy. Dr Krystyna Latour, Instytut Balneoklimatyczny w Poznaniu, Zakład Balneochemii.