

ZDROJOWNICTWO I PRODUKTY UZDROWISKOWE	N O R M A   B R A Ń Ż O W A	BN-80
	Wody lecznicze Metody badań	9567-18.18
	<b>Oznaczenie zawartości jonu manganawego metodą kolorymetryczną z formaldoksymem</b>	
		Grupa katalogowa 1485

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest oznaczanie zawartości jonu manganawego w wodach leczniczych metodą kolorymetryczną z formaldoksymem.

**1.2. Zakres stosowania metody.** Podana metoda oznaczania zawartości jonu manganawego w badanej wodzie jest dostosowana do zakresu stężeń manganu od 0,2 do 3,0 mg/dm<sup>3</sup>.

## 2. METODA OZNACZANIA

**2.1. Zasada oznaczania** polega na wykorzystaniu zdolności tworzenia się połączeń kompleksowych Mn<sup>2+</sup> i Mn<sup>4+</sup> z formaldoksymem w środowisku alkalicznym. Bezbarwny kompleks manganu dwuwartościowego łatwo przechodzi w trwały kompleks manganu czterowartościowego barwy brunatnoczerwonej. Pomiar intensywności zabarwienia roztworu proporcjonalnego do zawartości manganu wykonuje się fotometrycznie przy długości fali światła równej 450 nm.

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

**2.3. Przygotowanie próbki.** Próbkę do badań należy utrwalić przez dodanie kwasu solnego 25-procentowego w ilości równoważnej do zawartości wodorowęglanów w wodzie badanej, dodając 1 cm<sup>3</sup> nadmiaru na 1 dm<sup>3</sup> próbki. Zapobiega to współwytrącaniu się manganu z wodorotlenkiem żelazowym. Próbka przeznaczona do badania nie powinna zawierać manganu więcej niż 3,0 mg/dm<sup>3</sup> oraz jonów Mg<sup>2+</sup> i Ca<sup>2+</sup> nie więcej niż 300 mg/dm<sup>3</sup>. W przypadku wód o większej zawartości manganu próbkę należy odpowiednio rozcieńczyć, a przy zawartości manganu mniejszej niż 0,2 mg/dm<sup>3</sup> próbkę należy zagęścić. Jeżeli woda zawiera więcej jonów magnezu i wapnia niż 300 mg/dm<sup>3</sup>, próbkę do badań należy odpowiednio rozcieńczyć.

Gdy w próbce występują czynniki przeszkadzające w oznaczaniu (żelazo, kobalt, nikiel, miedź) należy je usunąć:

a) Żelazo — wytrącić z wody badanej 10-procentowym octanem sodowym. W tym celu pobrać 100 cm<sup>3</sup>

wody badanej lub taką objętość, aby zawartość manganu w próbce nie przekraczała 0,3 mg, przenieść do zlewki pojemności 250 cm<sup>3</sup>, dodać 3 cm<sup>3</sup> wody utlenionej i ogrzewać w temperaturze bliskiej wrzenia do momentu całkowitego rozłożenia nadmiaru wody utlenionej (około 30 min). Następnie po ostudzeniu doprowadzić pH do wartości 3 ÷ 4 wobec papierka wskaźnikowego uniwersalnego za pomocą 10-procentowego roztworu węglanu sodowego. Próbkę ponownie ogrzać do temperatury bliskiej wrzenia i po kropli dodawać 10 cm<sup>3</sup> 10-procentowego roztworu octanu sodowego. Wytrącony osad wodorotlenku żelazowego utrzymywać jeszcze w tej samej temperaturze przez 15 min w celu skoagulowania osadu, a następnie odsączyć przez sączek średniej twardości. Osad przemyć 3-krotnie ciepłą wodą destylowaną z dodatkiem octanu sodowego. Przesącz, który stanowi próbkę do dalszego oznaczania w niej manganu, należy zagęścić do objętości około 60 cm<sup>3</sup>.

b) Kobalt, nikiel i miedź w stężeniach większych niż 1 mg/dm<sup>3</sup> zamaskować przez dodanie do próbki badanej około 0,05 g cyjanku potasowego.

**2.4. Aparatura.** Spektrofotometr umożliwiający pomiar w zakresie widma o długości fali 450 nm.

### 2.5. Odczynniki i roztwory

a) Chlorek amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

b) Cyjanek potasowy cz.d.a.

c) Cytrynian amonowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy.

d) Formaldoksym — roztwór: rozpuścić 4 g chlorowodoru hydroksyloaminy cz.d.a. i 4 cm<sup>3</sup> 40-procentowej formaliny w 100 cm<sup>3</sup> wody. Roztwór jest trwały w ciągu kilku miesięcy.

e) Kwas solny cz.d.a. — roztwór 25-procentowy.

f) Octan sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

g) Roztwór wzorcowy podstawowy Mn<sup>2+</sup>: rozpuścić 0,4061 g MnSO<sub>4</sub> · 4H<sub>2</sub>O cz.d.a. w wodzie destylowanej z dodatkiem 1 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego (1,84) i rozcieńczyć w kolbie pomiarowej do objętości 1 dm<sup>3</sup>. 1 cm<sup>3</sup> tak przygotowanego roztworu zawiera 0,1 mg Mn.

Zgłoszona przez Instytut Balneoklimatyczny  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia UZDROWISKA POLSKIE dnia 12 listopada 1980 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1981 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 1/1981 poz. 3)

Roztwór należy przygotować bezpośrednio przed użyciem.

h) Roztwór wzorcowy roboczy  $Mn^{2+}$ : pobrać pipetą 100 cm<sup>3</sup> roztworu podstawowego, przenieść go do kolby pomiarowej pojemności 1 dm<sup>3</sup> i dopełnić wodą do kreski. 1 cm<sup>3</sup> tak przygotowanego roztworu zawiera 0,01 mg Mn.

Roztwór należy przygotować bezpośrednio przed użyciem.

i) Węglan sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

j) Woda utleniona cz.d.a., roztwór 3-procentowy.

k) Wodorotlenek amonowy cz.d.a., roztwór 27 ÷ 28-procentowy.

l) Wodorotlenek amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

**2.6. Wykonanie krzywej wzorcowej.** Do zlewek pojemności 100 cm<sup>3</sup> odmierzyć kolejno: 2; 6; 10; 14; 18; 24; 30 cm<sup>3</sup> roboczego roztworu wzorcowego manganu. Rozcieńczyć każdorazowo wodą destylowaną do objętości 50 cm<sup>3</sup>. Następnie badane roztwory wzorcowe lekko zalkalizować 10-procentowym roztworem wodorotlenku amonowego (pH 9) wobec papierka uniwersalnego wskaźnikowego. Tak przygotowane próbki przemieścić ilościowo do kolbek pomiarowych pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dodać 1 cm<sup>3</sup> formaldoksymu, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać. Pomiar absorbancji dla poszczególnych roztworów wzorcowych wykonać po 20 min na spektrofotometrze przy długości fali 450 nm, stosując jako odnośnik wodę destylowaną. Wykreślić krzywą wzorcową odkładając na osi odcień-

tych stężenie manganu w mg, a na osi rzędnych wartości absorbancji.

**2.7. Wykonanie oznaczania.** Do próbki przygotowanej wg 2.2 w zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup> dodać 5 cm<sup>3</sup> 20-procentowego roztworu cytrynianu amonowego oraz 5 cm<sup>3</sup> 20-procentowego roztworu chlorku amonowego. Następnie roztwory lekko zalkalizować 10-procentowym roztworem wodorotlenku amonowego (pH 9) wobec papierka uniwersalnego wskaźnikowego. Roztwory przenieść ilościowo do kolbek pomiarowych pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dodać 1 cm<sup>3</sup> formaldoksymu. Po 20 min zmierzyć absorbancję roztworów na spektrofotometrze przy długości fali 450 nm, stosując wodę destylowaną jako odnośnik.

Odczytać zawartość manganu w próbce z krzywej wzorcowej wykreślonej wg 2.5.

Zawartość manganu w mg/dm<sup>3</sup> obliczyć wg wzoru

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

w którym:

*a* — zawartość manganu w badanej próbce wody odczytana z krzywej wzorcowej, mg.

*b* — ilość cm<sup>3</sup> próbki badanej pobranej do oznaczania.

**2.8. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych 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 Balneoklimatyczny.

2. Normy związane

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

3. Autor projektu normy — mgr inż. Maria Glinka — Instytut Balneoklimatyczny, Zakład Balneochemii w Poznaniu.