

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Odczynniki	6191-18
	Chlorek manganawy czterowodny	Zamiast BN-77/6191-18
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest chlorek manganawy stosowany jako odczynnik chemiczny. Chlorek manganawy ma:

- a) wzór chemiczny $MnCl_2 \cdot 4H_2O$,
- b) masę molową 197,92 g/mol.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. W zależności od zawartości zanieczyszczeń, rozróżnia się dwa gatunki chlorku manganawego czterowodnego, oznaczone:

cz.d.a. — czysty do analizy,
cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia chlorku manganawego czterowodnego czystego do analizy:

CHLOREK MANGANAWY CZTEROWODNY cz.d.a.
BN-88/6191-18

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chlorek manganawy czterowodny powinien być krystalicznym proszkiem barwy słabioróżowej, rozplywającym się na powietrzu, łatwo rozpuszczalnym w wodzie i alkoholu etylowym.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość chlorku manganawego czterowodnego ($MnCl_2 \cdot 4H_2O$), $\%(m/m)$, nie mniej niż	99,0	98,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Odczyn pH 5 $\%(m/m)$ roztworu, w granicach	4,0 ÷ 6,0	nie normalizuje się
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,02
e) Substancji redukujących $KMnO_4$ (jako O_2), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,001
f) Niklu (Ni^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,002	nie normalizuje się
g) Żelaza (Fe^{3+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,002
h) Ołowiu (Pb^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,001
i) Miedzi (Cu^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,0005	0,001
j) Kadmu (Cd^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	nie normalizuje się
k) Cynku (Zn^{2+}), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,005	0,02
l) Suma zawartości sodu, potasu, wapnia i magnezu ($Na^+ + K^+ + Ca^{2+} + Mg^{2+}$), $\%(m/m)$, nie więcej niż	0,02	0,06

Zgłoszona przez Przedsiębiorstwo PPH „Polskie Odczynniki Chemiczne” w Gliwicach
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 17 sierpnia 1988 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 13/1988, poz. 31)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

4.1. Wytyczne ogólne. Chlorek manganawy czterowodny należy pakować, znakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-87/C-80001.

4.2. Pakowanie

4.2.1. Opakowania jednostkowe

a) Słoje ze szkła brunatnego typu POCh wg BN-84/6833-23, zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego wg BN-73/6419-02 wyłożoną podkładką polietylenową lub inną chemicznie odporną wg BN-71/6419-03. Nakrętki dodatkowo zabezpieczone taśmą samoprzylepną wg BN-73/6419-04 lub pierścieniami termokurczliwymi.

Masa netto: 100, 250, 500, 1000 g.

b) Worki z folii polietylenowej wg BN-84/6414-06.

Masa netto: 35 i 50 kg.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania jednostkowego po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą, jeżeli zabezpiecza jakość produktu w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

4.2.2. Znakowanie opakowań jednostkowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.3.

Chlorek manganawy czterowodny nie podlega przepisom znakowania odnoszącym się do substancji niebezpiecznych.

4.2.3. Opakowania transportowe

4.2.3.1. Opakowania transportowe dla słoii stanowią skrzynki drewniane zamknięte wg BN-63/7161-06 lub palety skrzynkowe z drutu typu UJC, odporne na narażenia mechaniczne sprawdzone wg PN-86/O-79100 odpowiednio dla grupy 2, klasy A, odmiany a i rodzaju Z. Pojedyncze słoje należy zabezpieczyć przed rozbiciem materiałem amortyzującym np. folią pęcherzykową „pneumopak” lub innym podobnym i układać w pozycji stojącej w skrzynkach w jednej warstwie.

4.2.3.2. Opakowania transportowe dla worków z folii polietylenowej stanowią bębny zwijane z tektury wzmocnione obręczami metalowymi, z dnami i wiekami z tworzywa drewnianego, pojemności 35 i 50 l, wysokości 325 ± 10 mm lub 450 ± 10 mm i średnicy 397 ± 5 mm lub beczki drewniane wg PN-76/O-79351 odporne na narażenia mechaniczne sprawdzone wg PN-86/O-79100 odpowiednio dla grupy 2, klasy B, odmiany b i rodzaju x.

Dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania transportowego po uprzednim uzgodnieniu z odbiorcą i przewoźnikiem oraz jeżeli zabezpiecza jakość produktu w sposób nie gorszy od wyżej wymienionych opakowań i ma wymiary zgodne z PN-78/O-79021.

4.2.4. Znakowanie opakowań transportowych należy wykonać zgodnie z PN-87/C-80001 p. 2.8.4, umieszczając dodatkowo:

a) znaki manipulacyjne wg PN-85/O-79252 p. 2.4.1, 2.4.3, 2.4.10,

b) dopuszczalną liczbę warstw składowania i ładowania.

4.2.5. Formowanie jednostek ładunkowych. W przypadku stosowania paletyzacji, opakowania transporto-

we należy formować na paletach o wymiarach 800×1200 mm wg PN-81/M-78216. Ładunek na palecie należy zabezpieczyć przed przesuwaniem się i deformacją tak, aby tworzył wraz z paletą zwartą i stabilną jednostkę ładunkową.

4.3. Przechowywanie. Chlorek manganawy należy przechowywać w krytych, suchych i dobrze wentylowanych pomieszczeniach (temperatura nie powinna być wyższa niż 30°C , wilgotność nie wyższa niż 50%).

Dopuszczalna liczba warstw składowania dla beczek drewnianych i dla skrzynek wynosi 4, dla palet skrzynkowych z drutu — 3, dla bębnow tekturowych — 1.

Okres gwarancji wynosi 2 lata, licząc od daty produkcji.

4.4. Transport. Chlorek manganawy czterowodny nie podlega przepisom transportowym RID/ADR. Opakowany wg 4.2 można przewozić dowolnym krytym środkiem transportu, zgodnie z obowiązującymi przepisami transportowymi¹⁾.

Dopuszczalna liczba warstw ładowania dla skrzynek drewnianych wynosi 4, dla beczek drewnianych — 3, dla palet skrzynkowych z drutu — 2, dla bębnow tekturowych — 1.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- sprawdzanie wymagań ogólnych (3.1),
- oznaczanie zawartości chlorku manganawego czterowodnego (3.2a),
- oznaczenie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie odczynu pH 5%(m/m) roztworu (3.2c),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- oznaczanie zawartości substancji redukujących nadmanganian potasowy (3.2e),
- oznaczanie zawartości niklu (3.2f), kadmu (3.2j), cynku (3.2k),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2g), ołowiu (3.2h), miedzi,
- oznaczanie sumy zawartości sodu, potasu, wapnia i magnezu (3.2l).

5.2. Wielkość partii. Partię produktu opakowanego stanowi najwyżej 500 kg chlorku manganawego czterowodnego.

5.3. Pobieranie próbek. Próbkę odczynnika w gatunku cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047, natomiast próbkę odczynnika w gatunku cz. — zgodnie z PN-67/C-04500. Z przedstawionej do badań partii należy wylosować na ślepo opakowania w ilości podanej w tabl. 2. Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać co najmniej 2 próbki pierwotne. Najmniejsza wielkość próbki pierwotnej powinna wynosić 100 g, natomiast wielkość średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 500 g.

¹⁾ Patrz Informacje dodatkowe p. 3.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
ponad 160	10

5.4. Opis badań

5.4.1. Wytyczne ogólne. Podczas analizy, jeżeli nieznaczono inaczej, należy stosować wyłącznie odczynniki w gatunku cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

5.4.2. Sprawdzanie wymagań ogólnych. Ocenic wizualnie postać i barwę próbki chlorku manganawego czterowodnego wg PN-81/C-01055 p. 2.1.1 i 2.1.2, rozpuszczalność określić wg PN-81/C-01055 p. 2.2.

5.4.3. Oznaczanie zawartości chlorku manganawego czterowodnego

5.4.3.1. Zasada metody polega na kompleksometrycznym miareczkowaniu jonów Mn^{2+} wersenianem dwusodowym. Mangan reaguje z wersenianem dwusodowym w stosunku molarnym 1:1. Koniec miareczkowania oznacza się za pomocą mieszaniny wskaźnikowej czerni eriochromowej T.

5.4.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Chlorowodorek hydroksyloaminy, roztwór 10%(m/m), przygotowany wg PN-81/C-06500 p. 2.2.32,

b) Roztwór buforowy I, przygotowany wg PN-82/C-04950 p. 2.4.3,

c) Wersenian dwusodowy, roztwór mianowany o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-82/C-04950 p. 2.5b).

d) Błękit metylotymolowy, mieszanina wskaźnikowa, przygotowana wg PN-81/C-06501 p. 2.6.5 lub czerń eriochromowa T, mieszanina wskaźnikowa, przygotowana wg PN-81/C-06501 p. 2.6.9.

5.4.3.3. Wykonanie oznaczania. Odważyć około 0,3 g próbki chlorku manganawego czterowodnego z dokładnością do $\pm 0,0002 \text{ g}$, przenieść do kolby stożkowej pojemności 250 ml, rozpuścić w 50 ml wody i wykonać oznaczenie zgodnie z PN-82/C-04950 p. 2.6.12.

5.4.3.4. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość chlorku manganawego czterowodnego (X_1) obliczyć w %(m/m) wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,009895 \cdot 100}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

V_1 — objętość roztworu wersenianu dwusodowego o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,0500 \text{ mol/l}$ zużytego do miareczkowania, ml,

m_1 — masa odważki próbki chlorku manganawego czterowodnego, g,

0,009895 — ilość chlorku manganawego czterowodnego odpowiadająca 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,0500 \text{ mol/l}$, g/ml.

5.4.3.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami oznaczeń nie powinna być większa niż 0,3%.

5.4.4. Oznaczania zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. Odważyć 50 g próbki chlorku manganawego czterowodnego, z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 500 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Próbka chlorku manganawego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa nierozpuszczonej pozostałości nie przekracza:

dla gatunku cz.d.a. — 2,5 mg,

dla gatunku cz. — 5 mg.

2.4.5. Oznaczanie odczynu pH 5%(m/m) roztworu — wykonać wg PN-77/C-04963 p. 2.2.

5.4.6. Oznaczanie zawartości siarczanów

5.4.6.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-82/C-04519 p. 2.3.1.

5.4.6.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 1 g próbki chlorku manganawego czterowodnego dla gatunku cz.d.a. lub 0,5 g dla gatunku cz. z dokładnością do 0,01 g i rozpuścić w 15 ml wody. Wykonać oznaczenie wg PN-82/C-04519 p. 2.3.2. Należy wykonać dwa równoległe oznaczenia. Próbka chlorku manganawego czterowodnego odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe po 30 min w roztworze badanym jest mniejsze lub równe zmętnieniu roztworu zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg SO_4^{2-} .

5.4.7. Oznaczanie zawartości substancji redukujących nadmanganian potasowy (jako O_2)

5.4.7.1. Zasada metody. Nadmanganian potasowy ma zdolności utleniania niektórych związków w środowisku kwaśnym, redukując się do jonów Mn^{2+} .

Koniec reakcji rozpoznaje się pojawieniem różowego zabarwienia nie zanikającego przez 1 min.

5.4.7.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas ortofosforowy, $\rho(H_3PO_4) = 1,7 \text{ g/ml}$.

b) Kwas siarkowy, $\rho(H_2SO_4) = 1,84 \text{ g/ml}$.

c) Nadmanganian potasowy, roztwór mianowany o $c\left(\frac{1}{5} KMnO_4\right) = 0,1 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-81/C-04530/02 p. 2.9.

5.4.7.3. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odważyć około 16 g próbki chlorku manganawego czterowodnego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby stożkowej pojemności 500 ml, rozpuścić w 200 ml przegotowanej i ostudzonej wody, dodać 3 ml kwasu siarkowego i 3 ml kwasu ortofosforowego.

5.4.7.4. Wykonanie oznaczania. Próbkę przygotowaną wg 5.4.7.3 miareczkować mianowanym roztworem nadmanganianu potasowego do wystąpienia słabioróżowego zabarwienia roztworu nie zanikającego w ciągu 1 min. Równoległe z oznaczaniem należy wykonać ślepią próbę. Odmierzyć do kolby stożkowej pojemności 500 ml 200 ml przegotowanej i ostudzonej wody, do-

dać 3 ml kwasu siarkowego i 3 ml kwasu ortofosforowego i dalej postępować jak z próbką przygotowaną wg 5.4.7.3.

5.4.7.5. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość substancji redukujących nadmanganian potasowy w przeliczeniu na O_2 (X_2) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_3 - V_2) \cdot 0,0008 \cdot 100}{m_2} \quad (2)$$

w którym:

V_3 — objętość roztworu nadmanganianu potasowego o $c\left(\frac{1}{5} KMnO_4\right) = 0,1000$ mol/l, zużytego do miareczkowania próbki przygotowanej wg 5.4.7.3, ml,

V_2 — objętość roztworu nadmanganianu potasowego o $c\left(\frac{1}{5} KMnO_4\right) = 0,1000$ mol/l zużytego do miareczkowania próby ślepej, ml,

m_2 — masa odważki próbki chlorku manganawego czterowodnego, g,

0,0008 — ilość tlenu odpowiadająca 1 ml roztworu nadmanganianu potasowego o $c\left(\frac{1}{5} KMnO_4\right) = 0,1000$ mol/l, g/ml.

5.4.7.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami oznaczeń nie powinna przekraczać 20% wyniku niższego.

5.4.8. Oznaczanie zawartości niklu, kadmu i cynku

5.4.8.1. Zasada metody. Nikiel, kadm i cynk oznaczają się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej bezpośrednio z roztworu próbki chlorku manganawego czterowodnego.

5.4.8.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy spektralnie cz., roztwór (1+1).

b) Roztwór wzorcowy podstawowy cynku (Zn^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.23, 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego cynku zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Zn^{2+} .

c) Roztwór wzorcowy podstawowy kadmu (Cd^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.34, 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego kadmu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Cd^{2+} .

d) Roztwór wzorcowy podstawowy niklu (Ni^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.44b), 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego niklu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Ni^{2+} .

e) Roztwór wzorcowy roboczy. Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć po 1,0 ml roztworów wg 5.4.8.2b), c) i d), dopełnić do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5}$ g jonów Zn^{2+} , Cd^{2+} i Ni^{2+} .

5.4.8.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampy: cynkowa, kadmowa i niklowa z katodami wnekowymi.

5.4.8.4. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Absorbancję cynku należy mierzyć przy długości fali 213,9 nm, kadmu — 228,8 nm, niklu — 232,0 nm. Przyrząd do pomiaru należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

5.4.8.5. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odważyć około 1 g próbki chlorku manganawego czterowodnego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w wodzie, dodać 1 ml roztworu kwasu azotowego, dopełnić do kreski i wymieszać.

5.4.8.6. Przygotowanie skali wzorców i sporządzanie krzywych wzorcowych. Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 ml roztworu wzorcowego roboczego wg 5.4.8.2e), dopełnić do kreski i wymieszać. Stężenia poszczególnych jonów w przygotowanej skali wzorców wynoszą: 0; $0,5 \cdot 10^{-7}$; $1 \cdot 10^{-7}$; $2 \cdot 10^{-7}$; $4 \cdot 10^{-7}$; $6 \cdot 10^{-7}$ g/ml. Zmierzyć absorbancję kadmu, niklu i cynku w przygotowanej skali wzorców w warunkach podanych w p. 5.4.8.4, a z uzyskanych wyników sporządzić krzywe wzorcowe, odkładając na osi odciętych stężenia w g/ml, a na osi rzędnych odpowiadające im wielkości absorbancji.

5.4.8.7. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję kadmu, niklu i cynku w roztworze przygotowanym wg 5.4.8.5 w warunkach podanych w 5.4.8.4, a z krzywych wzorcowych odczytać stężenia kadmu, niklu i cynku.

5.4.8.8. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość kadmu (X_3), niklu (X_4), cynku (X_5) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_{3,4,5} = \frac{a_{1,2,3} \cdot V_4 \cdot 100}{m_3} \quad (3)$$

w którym:

$a_{1,2,3}$ — stężenie odpowiednio kadmu, niklu i cynku odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,

V_4 — objętość roztworu przygotowanego wg 5.4.8.5, ml,

m_3 — masa odważki próbki chlorku manganawego czterowodnego, g.

5.4.8.9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 20% wyniku niższego.

5.4.9. Oznaczanie zawartości żelaza, miedzi i ołowiu

5.4.9.1. Zasada metody. Oznaczanie żelaza, miedzi i ołowiu wykonuje się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej, po uprzednim oddzieleniu matrycy manganowej i zagęszczeniu śladów żelaza, miedzi i ołowiu na węglu aktywnym.

5.4.9.2. Odczynniki i roztwory

- a) Węgiel aktywny.
- b) Amoniak, roztwór o $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- c) Ksantogonian potasowy, roztwór $2,4\%(m/m)$.
- d) Kwas azotowy spektralnie cz., $\rho(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ g/ml}$.
- e) Kwas azotowy spektralnie cz., roztwór (1+3).
- f) Roztwór wzorcowy podstawowy miedzi (Cu^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.34, 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego miedzi zawiera $1 \cdot 10^{-3} \text{ g Cu}^{2+}$.
- g) Roztwór wzorcowy podstawowy ołowiu (Pb^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.46b), 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego ołowiu zawiera $1 \cdot 10^{-3} \text{ g Pb}^{2+}$.
- h) Roztwór wzorcowy podstawowy żelaza (Fe^{3+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75, 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego żelaza zawiera $1 \cdot 10^{-3} \text{ g Fe}^{3+}$.
- i) Roztwór wzorcowy roboczy. Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć po 1,0 ml roztworów 5.4.9.2f), g), h), dopełnić do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5} \text{ g}$ jonów Cu^{2+} , Pb^{2+} i Fe^{3+} .

5.4.9.3. Aparatura i przyrządy

- a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.
- b) Lampy: miedziowa, ołowiowa i żelazowa z katodami wnękowymi.
- c) Pehametr.

5.4.9.4. Warunki fotometrowania — wg 5.4.8.4. Absorbancję żelaza należy mierzyć przy długości fali 248,3 nm, miedzi — 324,7 nm, ołowiu — 217 lub 283,3 nm.

5.4.9.5. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odważyć około 5 g próbki chlorku manganawego czterowodnego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do zlewki pojemności 150 ml, rozpuścić w 80 ml wody, doprowadzić odczyn roztworu amoniakiem do pH 6,5 ÷ 7,0, sprawdzając pehametrem, następnie dodać 5 ml roztworu ksantogonianu potasowego. Zawartość zlewki wymieszać i pozostawić na około 20 min, po czym roztwór próbki przesączyć przy użyciu pompki próżniowej przez warstwę filtracyjną przygotowaną w następujący sposób: odważyć 0,5 g węgla aktywnego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić do kreski i ciągle mieszać, uniemożliwiając opadanie zawiesiny. Następnie na dno tygła do sączenia z wkładką ze szkła spiekanego P-4 średnicy 2,5 ÷ 3,0 cm położyć krążek bibuły, następnie odpipetować na ten krążek 10 ml zawiesiny węgla aktywnego i odsączyć wodę przy użyciu pompki próżniowej. Wsuszyć sączek zawierający zagęszczone pierwiastki śladowe przez 30 min w temperaturze 110°C. Następnie spłukać węgiel z sączka kwasem azotowym (5.4.9.2e) do parownicy kwarcowej pojemności 50 ml i odparować do sucha. Dodać 1 ml kwasu azotowego (5.4.9.2d) i ponownie odparować do sucha. Do suchej pozostałości dodać 10 ml kwasu azotowego (5.4.9.2e), ogrzać i od-

sączyć węgiel aktywny od roztworu. Roztwór zachować do badania.

5.4.9.6. Przygotowywanie skali wzorców i sporządzanie krzywych wzorcowych. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 ml roztworu wzorcowego roboczego (5.4.9.2i), doprowadzić odczyn roztworu amoniakiem do pH 6,5 ÷ 7,0 sprawdzając pehametrem, następnie dodać po 5 ml roztworu ksantogonianu potasowego, dopełnić do kreski i wymieszać. Dalej postępować wg 5.4.9.5. Stężenia jonów Fe^{3+} , Cu^{2+} , Pb^{2+} w przygotowanej skali wzorców wynoszą: $0,5 \cdot 10^{-6}$; $1 \cdot 10^{-6}$; $2 \cdot 10^{-6}$; $3 \cdot 10^{-6} \text{ g/ml}$. Zmierzyć absorbancję żelaza, miedzi i ołowiu w tak przygotowanych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić krzywe wzorcowe wg 5.4.8.6.

5.4.9.7. Wykonanie oznaczania. W roztworze przygotowanym wg 5.4.9.5 zmierzyć absorbancję żelaza, miedzi i ołowiu w warunkach podanych w 5.4.9.4, a z krzywych wzorcowych odczytać stężenia żelaza, miedzi i ołowiu.

5.4.9.8. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość żelaza (X_6), miedzi (X_7) i ołowiu (X_8) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_{6,7,8} = \frac{a_{4,5,6} \cdot V_5 \cdot 100}{m_4} \quad (4)$$

w którym:

- $a_{4,5,6}$ — stężenie odpowiednio żelaza, miedzi i ołowiu odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,
- V_5 — objętość roztworu przygotowanego wg 5.4.9.5, ml,
- m_4 — masa odważki próbki chlorku manganawego czterowodnego, g.

5.4.9.9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 20% wyniku niższego.

5.4.10. Oznaczanie sumy zawartości sodu, potasu, wapnia i magnezu

5.4.10.1. Zasada metody. Sód, potas, wapń i magnez oznacza się metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej bezpośrednio z roztworu próbki chlorku manganowego czterowodnego.

5.4.10.2. Odczynniki i roztwory

- a) Chlorek lantanowy spektralnie cz., roztwór $0,4\%(m/m)$, 1,33 g tlenku lantanowego odważonego z dokładnością do 0,01 g zwilżyć wodą, dodać 2 ml kwasu solnego (5.4.10.2b), dopełnić do objętości 500 ml i wymieszać.
- b) Kwas solny spektralnie cz., $\rho(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/ml}$.
- c) Nadtlenek wodoru, roztwór $30\%(m/m)$.
- d) Roztwór wzorcowy podstawowy magnezu (Mg^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.39a), 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego magnezu zawiera $1 \cdot 10^{-3} \text{ g Mg}$.

e) Roztwór wzorcowy podstawowy potasu (K^+), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.49, 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego potasu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g K^+ .

f) Roztwór wzorcowy podstawowy sodu (Na^+), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.60. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego sodu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Na^+ .

g) Roztwór wzorcowy podstawowy wapnia (Ca^{2+}), przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.70. 1 ml wzorcowego roztworu podstawowego wapnia zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Ca^{2+} .

h) Roztwór wzorcowy roboczy. Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć po 1,0 ml roztworów 5.4.10.2d), e), f) i g), dodać 10 ml roztworu chlorku lantanowego, dopełnić do kreski i wymieszać. 1 ml wzorcowego roztworu roboczego zawiera po $1 \cdot 10^{-5}$ g poszczególnych jonów.

5.4.10.3. Aparatura i przyrządy

a) Spektrometr do absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampy: sodowa, potasowa, wapniowa i magnezowa z katodami wnąkowymi.

5.4.10.4. Warunki fotometrowania — wg 5.4.8.4.

Absorbancję sodu należy mierzyć przy długości fali 589,0 nm, potasu — 766,5 nm, wapnia — 422,7 nm, magnezu — 285,2 nm.

5.4.10.5. Przygotowanie próbki do oznaczania. Odważyć około 1 g próbki chlorku manganawego czterowodnego z dokładnością do 0,01 g, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, rozpuścić w wodzie, dodać 1 ml roztworu kwasu solnego i 0,5 ml nadtlenu wodoru, następnie wymieszać i dodać 10 ml roztworu chlorku lantanowego dopełnić do kreski i wymieszać.

5.4.10.6. Przygotowanie skali wzorców i sporządzanie krzywych wzorcowych. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno: 0; 1,0; 3,0; 5,0 i 7,0 ml wzorcowego roztworu roboczego wg 5.4.10.2h), dodać 40 ÷ 50 ml wody, po 1 ml kwasu solnego i po 10 ml roztworu chlorku lantanowego, dopełnić do kreski i wymieszać. Stężenia poszczególnych jonów w przygotowanej skali wzorców wynoszą: 0, $1 \cdot 10^{-7}$; $3 \cdot 10^{-7}$; $5 \cdot 10^{-7}$ i $7 \cdot 10^{-7}$ g/ml. Zmierzyć absorbancję sodu, potasu, wapnia i magnezu w przygotowanej skali wzorców w warunkach podanych w p. 5.4.10.4,

a z uzyskanych wyników wykreślić krzywe wzorcowe wg 5.4.8.6.

5.4.10.7. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję sodu, potasu, wapnia i magnezu w roztworze przygotowanym wg 5.4.10.5 w warunkach podanych w 5.4.10.4, a z krzywych wzorcowych odczytać stężenia sodu, potasu, wapnia i magnezu.

5.4.10.8. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość sodu, (X_9), potasu (X_{10}), wapnia (X_{11}) i magnezu (X_{12}) obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_{9, 10, 11, 12} = \frac{a_{7, 8, 9, 10} \cdot V_6 \cdot 100}{m_5} \quad (5)$$

w którym:

$a_{7, 8, 9, 10}$ — stężenie odpowiednio sodu, potasu, wapnia i magnezu odczytane z krzywych wzorcowych, g/ml,

V_6 — objętość roztworu przygotowanego wg 5.4.10.5, ml,

m_5 — masa odważki próbki chlorku manganawego czterowodnego, g.

Sumę (X_{13}) zawartości sodu, potasu, wapnia i magnezu obliczyć w $\%(m/m)$ wg wzoru

$$X_{13} = X_9 + X_{10} + X_{11} + X_{12} \quad (6)$$

5.4.10.9. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. Różnica między poszczególnymi wynikami nie powinna przekraczać 20% wyniku niższego.

5.5. Ocena wyników badań. Partię chlorku manganawego czterowodnego należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki badań próbki chlorku manganawego czterowodnego pobranej wg 5.3 odpowiadają wymaganiom podanym w rozdz. 3.

5.6. Interpretacja wyników. Przy obliczaniu wyników należy stosować zasady interpretacji wg PN-70/N-02120 p. 2.3.2 (metoda Z).

5.7. Zaświadczenie o wynikach badań. Na życzenie odbiorcy do każdej partii chlorku manganawego czterowodnego producent jest obowiązany wystawić i przesłać odbiorcy zaświadczenie, w którym m.in. należy podać wyniki przeprowadzonych badań.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”, Gliwice, Zakład Odczynników Chemicznych, Lublin.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-77/6191-18

a) wprowadzono oznaczanie miedzi i ołowiu metodą absorpcji atomowej po uprzednim oddzieleniu matrycy manganowej zamiast oznaczania metali ciężkich strącanych siarkowodorem w przeliczeniu na ołów,

b) zmieniono metodę oznaczania zawartości żelaza,

c) zmieniono metodę oznaczania zawartości sodu, potasu i wapnia,

d) zmieniono metodę oznaczania zawartości niklu,

e) zaostorzono poziom wymagań dla niklu, cynku i metali alkalicznych,

f) wprowadzono oznaczanie zawartości magnezu i kadmu.

3. Normy i dokumenty związane

PN-81/C-01055 Analiza chemiczna. Wytyczne wykonywania badań

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

PN-82/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-81/C-04530/02 Analiza chemiczna. Przygotowanie titrantów (roztworów mianowanych). Roztwory stosowane w miareczkowaniach utleniająco-redukujących (redoks)

PN-82/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości kationu głównego składnika

PN-77/C-04963 Analiza chemiczna. Oznaczanie pH wodnych roztworów produktów chemicznych

PN-81/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-87/C-80001 Odczynniki i substancje specjalnie czyste. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

PN-81/M-78216 Palety ładunkowe płaskie jednopłytowe czterowieściowe bez skrzydeł drewniane 800 × 1200 — EUR

PN-70/N-02120 Zasady zaokrąglania i zapisywania liczb

PN-78/O-79021 Opakowania. System wymiarowy

PN-86/O-79100 Opakowania transportowe. Odporność na narażenia mechaniczne. Wymagania i badania

PN-85/O-79252 Opakowania transportowe z zawartością. Znaki i znakowanie. Wymagania podstawowe

PN-76/O-79351 Opakowania transportowe drewniane. Beczki

PN-84/6414-06 Opakowania transportowe z tworzyw sztucznych. Worki polietylenowe otwarte płaskie, bez fałd bocznych zgrzewane

PN-73/6419-02 Opakowania z tworzyw sztucznych. Zamknięcia. Wymagania i badania

BN-71/6419-03 Opakowania z tworzyw sztucznych. Podkładki

BN-73/6419-04 Taśmy samoprzylepne z folii wiskozowej i nieplastifikowanego polichloru winylu. Szeregi wymiarowe

BN-84/6833-23 Opakowania jednostkowe szklane. Słoje typu POCh do odczynników chemicznych

PN-63/7161-06 Skrzynki i komplety skrzynkowe z tarcicy do odczynników chemicznych

Ustawa z dnia 15 listopada 1984 r. Prawo przewozowe (Dz. U. nr 53, poz. 272 z 1984 r.)

Regulamin Przedsiębiorstwa Polskie Koleje Państwowe o ładowaniu i zabezpieczaniu przesyłek towarowych (Dz. TiZK nr 9, poz. 68 z 1985 r.)

Przepisy o ładowaniu wagonów towarowych — załącznik II do umowy o wzajemnym użytkowaniu wagonów towarowych w komunikacji międzynarodowej (RIV) (Dz. TiZK nr 15, poz. 119 z 1981 r.) wraz z późniejszymi zmianami

Zarządzenie Ministra Komunikacji z dnia 7 marca 1963 r. w sprawie ładowania samochodów ciężarowych i przyczep (Mon. Pol. nr 24, poz. 123 z 1963 r. i nr 35, poz. 250 z 1968 r.)

4. Symbole wg SWW

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.

5. Autor projektu normy — mgr Krystyna Piotrowska-Zub, Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe „Polskie Odczynniki Chemiczne”, Gliwice, Zakład Odczynników Chemicznych, Lublin.