

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	
	Syntetyczny węglan wapniowy Oznaczanie zawartości manganu	
	BN-86 6016-05/10	
	Zamiast BN-69/6016-18 ¹⁾	
	Grupa katalogowa 1019	

1. Przedmiot arkusza normy. Przedmiotem arkusza normy jest oznaczanie zawartości manganu w syntetycznym węglanie wapniowym.

2. Zasada metody. Metoda polega na utlenieniu związków manganu na niższych stopniach utleniania, nadsiaczanem amonowym w środowisku silnie kwaśnym do jonów nadmanganianawych zabarwionych fioletowo.

Intensywność zabarwienia roztworu oznacza się fotokolorymetrycznie (w przypadku analiz rozjemczych) lub wizualnie.

3. Odczynniki i roztwory

- Kwas azotowy, roztwór (1+1).
- Kwas fosforowy, roztwór 25%(m/m).
- Azotan srebrowy, roztwór o $c(\text{AgNO}_3)$ około 0,1 mol/l.
- Azotan amonowy, roztwór 20%(m/m).
- Nadsiaczan amonowy, roztwór 5%(m/m), świeżo przygotowany.

f) Mangan, roztwór wzorcowy przygotowany z roztworu wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.40 przez rozcieńczenie wodą 1+9. 1 ml roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg Mn^{2+} . Roztwór wzorcowy należy przygotowywać w dniu jego użycia.

4. Aparatura. Spektrofotometr lub fotokolorymetr z filtrem o maksymalnej przepuszczalności w zakresie 528 nm z kuwetami o grubości warstwy absorpcyjnej 5 cm.

5. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do sześciu zlewek, każda pojemności 100 ml, odmierzyć biuretą kolejno: 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0 ml roztworu wzorcowego manganu, co odpowiada zawartości: 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,5 i 0,7 mg Mn^{2+} (roztwór bez manganu będzie użyty jako odnośnik), dodać 5 ml roztworu kwasu azotowego, uzupełnić wodą do objętości 25 ml, dodać 15 ml roztworu azotanu amonowego, 1 ml roztworu kwasu fosforowego i 1 ml roztworu azotanu srebrowego. Zlewki nakryć szkiełkami zegarkowymi i ich zawartość ogrzewać we wrzącej łaźni wodnej przez 5 min, a następnie dodać 5 ml roztworu

nadsiaczanu amonowego i ponownie ogrzewać we wrzącej łaźni wodnej przez 10 min. Zlewki usunąć z łaźni, ostudzić i przenieść roztwory do kolb pomiarowych pojemności 50 ml, dopełnić do kreski roztworem azotanu amonowego. Absorbancję roztworów zmierzyć względem odnośnika przy długości fali 528 nm w kuwetach o grubości warstwy absorpcyjnej 5 cm.

Na podstawie wyników pomiarów wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych — ilość manganu w miligramach.

6. Wykonanie oznaczania. Odważyć 15,00 g próbki syntetycznego węglanu wapniowego technicznego zwykłego albo równoważną ilość próbki syntetycznego węglanu wapniowego technicznego aktywowanego, przygotowanej wg BN-86/6016-05/04 p. 4, odważyć przenieść do zlewki pojemności 250 ml, rozpuścić dodając małymi porcjami 45 ml roztworu kwasu azotowego, dodać 5 ml roztworu azotanu srebrowego, zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej przez 30 min. Następnie zawartość zlewki ostudzić, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Roztwór próbki przesączyć przez sącze z bibuły o średniej gęstości, odrzucając pierwsze 10 ÷ 15 ml przesączu. Do zlewki pojemności 100 ml odmierzyć 20,0 ml przesączu, dodać 5 ml roztworu kwasu azotowego, 15 ml roztworu azotanu amonowego i dalej postępować jak przy sporządzaniu skali wzorców wg p. 5.

W przypadku analiz rozjemczych wykonać równocześnie ślepą próbę w następujący sposób: 45 ml roztworu kwasu azotowego zatężyć w zlewce pojemności 250 ml pod sprawnie działającym wyciągiem do objętości 2 ÷ 3 ml, do pozostałości dodać 50 ml wody i 5 ml roztworu azotanu srebrowego, zlewkę nakryć szkiełkiem zegarkowym i postępować dalej jak z roztworem badanym.

¹⁾ W zakresie p. 5.4.9.

Zgłoszona przez Instytut Chemii Nieorganicznej
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 25 sierpnia 1986 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1987 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1987, poz. 16)

Zawartość manganu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 20} = \frac{m_1 - m_0}{2m}$$

w którym:

- m_1 — zawartość manganu w roztworze badanym odczytana z krzywej wzorcowej, mg,
- m_0 — zawartość manganu w ślepej próbie odczytana z krzywej wzorcowej, mg,
- m — masa odważki próbki, g.

Dopuszcza się wizualne zakończenie oznaczania z użyciem cylindrów kolorymetrycznych pojemności 50 ml. W tym celu równocześnie z roztworem badanym na-

leży przygotować roztwór porównawczy jak podczas sporządzania skali wzorców, odmierzając biuretą 3,0 ml albo 6,0 ml roztworu wzorcowego manganu, co odpowiada zawartości 0,01%(m/m) albo 0,02%(m/m) manganu w próbce.

7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, między którymi różnica nie przekracza 20% wyniku niższego.

W przypadku wizualnego zakończenia oznaczania, produkt odpowiada wymaganiom normy, jeżeli intensywność zabarwienia roztworu badanego jest nie wyższa niż intensywność zabarwienia roztworu porównawczego.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucje opracowujące normę — Inowrocławskie Zakłady Chemiczne i Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-70/6016-05 i BN-69/6016-18

a) wprowadzono oznaczanie zawartości manganu metodą fotokolorymetryczną w syntetycznym węglanie wapniowym technicznym zwykłym;

b) wprowadzono oznaczanie zawartości manganu metodą fotokolorymetryczną i wizualną w syntetycznym węglanie wapniowym technicznym aktywowanym.

3. Normy związane

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

BN-86/6016-05/04 Syntetyczny węglan wapniowy. Pobieranie i przygotowanie próbek do badań

4. Normy zagraniczne

CSRS ČSN 653397-62 Uhličitan vápenatý sražený technický Jugoslavia JUS HB1 102-63 Kalcijumkarbonat tehnicki (Telažena kreda)

NRD TGL 2789-1976 Grundchemikalien. Kalziumkarbonat gefällt Rumunia STAS 1083-76 Carbonat de calcium precipitat, tehnic Węgry MSZ 2692-74 Kalciumkarbonat. Precipitát, ipari

Wielka Brytania BS 6463/2-84 Quicklime, hydrated lime and natural calcium carbonate. Part 2. Methods of chemical analysis ZSRR ГОСТ 8253-79 Мел химически осаждённый. Технические условия

5. Autorzy projektu normy — inż. Helena Marciniak-Nowak, mgr Romuald Czerwiński, Teresa Olejniczak — Inowrocławskie Zakłady Chemiczne; mgr inż. Anna Milińska — Instytut Chemii Nieorganicznej, Gliwice.