

wycof 1.01.91
9/90 poz 21
ob. 90/6191-89

6021

UKD 546.71732-41

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-69
	Odczynniki	6191-89
	Nadmanganian potasowy	
		Grupa katalogowa X, 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest nadmanganian potasowy - błyszczące, ciemnofioletowe kryształy rozpuszczalne w wodzie o właściwościach silnie utleniających - stosowany jako odczynnik chemiczny.

Nadmanganian potasowy ma:

- wzór chemiczny $KMnO_4$,
- masę cząsteczkową 158,04 (1961 r.).

1.2. Normy związane

- PN-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu
- PN-68/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną
- PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie
- PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń i podstawowego składnika rozróżnia się trzy gatunki nadmanganianu potasowego oznaczone:

- ch.cz. - chemicznie czysty,
- cz.d.a. - czysty do analizy,
- cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczania nadmanganianu potasowego chemicznie czystego:

NADMANGANIAN POTASOWY ch.cz. BN-69/6191-89

3. WYMAGANIA

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Nadmanganianu potasowego ($KMnO_4$), %, nie mniej niż	99,5	99,5	99,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie (łącznie z MnO_2), %, nie więcej niż	0,1	0,2	1,0
c) Nierozpuszczalne zanieczyszczenia (z wyjątkiem MnO_2), %, nie więcej niż	0,005	0,01	0,03
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,002	0,005	0,01
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,005	0,02	0,04
f) Azotu ogólnego (N), %, nie więcej niż	0,002	0,005	0,01
g) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,00002	0,00002	0,00005

4. PAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Nadmanganian potasowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z doszlifowanymi korkami, słoiki z nakrętką z tworzywa sztucznego i podkładką polietylenową albo tekturową i pergaminową lub puszki blaszane.

Masa opakowań netto: 100, 250, 500, 1000, 2500 g. Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazą, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż ww. opakowania i ma wymiary zgodnie z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 31 grudnia 1969 r.
jako norma obowiązująca w zakresie obrotu od dnia 1 lipca 1970 r.
(Mon. Pol. nr 9/1970 poz. 81)

10, -

5. BADANIA

5.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 500 g.

5.2. Rodzaje i opis badań

5.2.1. Oznaczanie zawartości nadmanganianu potasowego ($KMnO_4$)

5.2.1.1. Odczynniki i roztwory

- Jodek potasowy cz.d.a.
- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Skrobia rozpuszczalna cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

5.2.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,1500 g badanego nadmanganianu potasowego rozpuścić w 100 ml wody.

Do roztworu dodać 2 g jodku potasowego i 20 ml roztworu kwasu siarkowego. Wydzielony jod miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego, dodając pod koniec miareczkowania 2 ml roztworu skrobi jako wskaźnika.

Zawartość nadmanganianu potasowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,003161 \cdot 100}{m} = \frac{V_1 \cdot 0,3161}{m}$$

w którym:

V_1 - objętość ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do miareczkowania, ml,

m - odważka badanego nadmanganianu potasowego, g,

0,003161 - ilość nadmanganianu potasowego odpowiadająca 1 ml ściśle 0,1n roztworu tiosiarczanu sodowego, g.

W razie potrzeby do wyniku oznaczania należy wprowadzić poprawkę na zawartość jodanów w stosowanej ilości jodku potasowego oznaczoną w próbie kontrolnej.

5.2.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (łącznie z MnO_2). 2,00 g badanego nadmanganianu potasowego umieścić w kolbie stożkowej z doszlifowanym korkiem i rozpuścić w 100 ml gorącej wody.

Roztwór przesączyć przez uprzednio wysuszony do stałej masy szklany tygiel do sączenia G4.

Pozostałość na tyglu przemyć do zupełnego zniknięcia różowego zabarwienia w przemywającej wodzie (około 150 ml gorącej wody) i wysuszyć w temperaturze $105 \pm 110^\circ C$ do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (łącznie z MnO_2) w obliczyć w procentach (X_2) wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_1 \cdot 100}{2}$$

w którym a_1 - masa wysuszonej pozostałości, g.

5.2.3. Oznaczanie zawartości nierozpuszczalnych zanieczyszczeń (z wyjątkiem MnO_2).

5.2.3.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- Nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 30-procentowy.

5.2.3.2. Wykonanie oznaczania. Do 20,00 g badanego nadmanganianu potasowego dodać ostrożnie 200 ml roztworu kwasu solnego i ogrzewać do ustania burzliwej reakcji. Następnie do roztworu dodać 10 ml roztworu nadtlenku wodoru (dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. roztwór powinien mieć tylko słabo różowe zabarwienie).

Pozostały osad przesączyć przez uprzednio wysuszony do stałej masy szklany tygiel do sączenia G4, przemyć 50 ml wody i wysuszyć w temperaturze $105 \pm 110^\circ C$ do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (z wyjątkiem MnO_2) w procentach (X_3) obliczyć wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_2 \cdot 100}{20} = a_2 \cdot 5$$

w którym a_2 - masa wysuszonej pozostałości, g.

5.2.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.2.4.1. Odczynniki i roztwory

- Kwas szczawiowy cz.d.a.
- Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).
- Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- Azotan srebra cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Wzorcowy roztwór chlorków przygotowany wg PN-68/C-06500 rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cl^- .

5.2.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego nadmanganianu potasowego dla odczynnika ch.cz. i 0,50 g dla odczynnika cz.d.a. lub cz. rozpuścić w 25 ml wody.

Do roztworu dodać 2,5 g kwasu szczawiowego, 10 ml roztworu kwasu siarkowego i mieszać do odbarwienia się roztworu.

Następnie do roztworu dodać 8 ml roztworu kwasu azotowego, 1 ml roztworu azotanu srebra i powtórnie wymieszać.

Badany nadmanganian potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po upływie 20 min opalizacja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie z roztworu wzorcowego i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,02 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz.d.a. - 0,025 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. - 0,05 mg Cl^- ,

2,5 g kwasu szczawiowego, 10 ml roztworu kwasu siarkowego, 8 ml roztworu kwasu azotowego i 1 ml roztworu azotanu srebra.

5.2.5. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})5.2.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Alkohol etylowy, rektyfikowany 96-procentowy.
b) Kwas solny cz.d.a. (1,18) i roztwór 10-procentowy.

c) Skrobia rozpuszczalna cz.d.a., roztwór 1-procentowy, świeżo przygotowany i przesączony przez twardy, bezpopiołowy sącdek.

d) Chlorek barowy cz.d.a., roztwór 20-procentowy, przygotowany w następujący sposób: 20 g chlorku barowego rozpuścić w 80 ml wody. W razie potrzeby roztwór chlorku barowego przesączyć po 24 godz przez przemyty, twardy, bezpopiołowy sącdek.

e) Wzorcowy roztwór siarczanów, przygotowany wg PN-68/C-06500 rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 ml rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg SO_4^{2-} .

5.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego nadmanganianu potasowego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 150 ml, dodać 15 ml wody, 3 ml alkoholu etylowego, 3 ml kwasu solnego (1,18), ogrzać na łaźni wodnej do całkowitego rozpuszczenia się preparatu i odbarwienia roztworu.

Następnie przenieść roztwór ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, dopełnić objętość roztworu wodą do kreski dokładnie wymieszać i w razie potrzeby przesączyć przez sącdek uprzednio przemyty gorącą wodą.

Następnie pobrać pipetą 25 ml otrzymanego roztworu, umieścić w cylindrze nefelometrycznym, dodać 3 ml roztworu skrobi i 3 ml roztworu chlorku barowego, dokładnie mieszając roztwór po dodaniu każdego roztworu.

Badany nadmanganian potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 30 min opalizacja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie z roztworu wzorcowego i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,012 mg SO_4^{2-} ,
dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. - 0,10 mg SO_4^{2-}
oraz 1 ml 10-procentowego roztworu kwasu solnego, 3 ml roztworu skrobi i 3 ml roztworu chlorku barowego.

W razie potrzeby do wyniku oznaczania należy wprowadzić poprawkę na zawartość siarczanów w stosowanych ilościach odczynników, oznaczoną w próbie kontrolnej.

5.2.6. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego (N)5.2.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).
b) Kwas szczawiony cz.d.a.

Pozostałe odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04527 p. 2.4.2.

5.2.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego nadmanganianu potasowego dla odczynnika ch.cz. i cz.d.a. lub 0,50 g dla odczynnika cz. rozpuścić w 50 ml wody, dodać 10 ml kwasu siarkowego, 5 g kwasu szczawowego i wymieszać do odbarwienia się roztworu. Dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Badany nadmanganian potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółte zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie z roztworu wzorcowego i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,02 mg N,
dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg N,
dla odczynnika cz. - 0,05 mg N

i te same ilości odczynników.

5.2.7. Oznaczanie zawartości arsenu (As)5.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny cz.d.a. (1,12).

b) Nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 30-procentowy.

Pozostałe odczynniki i roztwory - wg PN-68/C-04511 p. 2.4.

5.2.7.2. Wykonanie oznaczania. Do 5,00 g badanego nadmanganianu potasowego dodać ostrożnie 30 ml roztworu kwasu solnego (pod wyciągiem). Po zakończeniu burzliwej reakcji dodać 2,5 ml roztworu nadtlenuku wodoru.

Następnie odparować roztwór do sucha (w celu wydzielenia nadmiaru nadtlenuku wodoru), pozostałość rozpuścić w 30 ml wody i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04511 p. 2.6.

Badany nadmanganian potasowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie papierka bromortęciowego wywołane przez roztwór badany nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie papierka bromortęciowego wywołanego przez roztwór wzorcowy, przygotowany równocześnie i zawierający w tej samej objętości:

dla odczynnika ch.cz. - 0,001 mg As,
dla odczynnika cz.d.a. - 0,001 mg As,
dla odczynnika cz. - 0,0025 mg As,

30 ml roztworu chlorku cynawego, 5 ml roztworu jodku potasowego i 5 g cynku.

K O N I E C

Informacje dodatkowe

1. Istotne zmiany w stosunku do PN/C-80262. Do-
stosowano badania do Zalecenia Normalizacyjnego
PC1466-68. Dotychczas obowiązująca PN/C-80262 zo-
staje unieważniona z dniem 30 czerwca 1970 r.

2. Zalecenia międzynarodowe. Norma jest wdroże-
niem Zalecenia Normalizacyjnego PC 1466-68 Реак-
тивы. Калий марганцевокислый.

3. Odpowiedniki w normach zagranicznych
CSSR ČSN 65 2531-68 Manganistan draselny

NRD TGL 6531-62 Kaliumpermanganat
WRL MMOSZ 24527-55 Kaliumpermanganat analitikai
celokra
ZSRR ГОСТ 4527-65 Реактивы. Калий марганцевокислый

4. Symbol wg SWW dla gatunku:

ch.cz. 1331-435

cz.d.a. 1331-111

cz. 1331-425