

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-76
	Odczynniki	6191-59
	Siarczan manganawy	Zamiast BN-66/6191-59
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest siarczan manganawy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Siarczan manganawy ma:

- a) wzór chemiczny $\text{MnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$,
- b) masę cząsteczkową 241,08.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń ustala się dwa gatunki siarczanu manganawego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu manganawego czystego do analizy:

SIARCZAN MANGANAWY cz.d.a. BN-76/6191-59

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan manganawy powinien mieć postać białoróżowych kryształów, łatwo rozpuszczalnych w wodzie i nierozpuszczalnych w alkoholu.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Siarczanu manganawego ($\text{MnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), %	97,5 ÷ 102,0	96,0 ÷ 103,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
c) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,001	0,005
d) Metali ciężkich strącalnych siarkowodorem (jako Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,0008	0,0025
e) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,0015
f) Substancji redukujących KMnO_4 (jako O), %, nie więcej niż	0,0005	0,00075
g) Odczyn 5-procentowego roztworu wodnego pH	3,0 ÷ 4,0	nie normalizuje się
h) Niklu (Ni^{2+}), %, nie więcej niż	0,02	nie normalizuje się
i) Suma sodu, potasu, wapnia ($\text{Na} + \text{K} + \text{Ca}$), %, nie więcej niż	0,2	0,4
j) Cynku (Zn^{2+}), nie więcej niż	0,01	0,05

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Siarczan manganawy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
 Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego
 Polskie Odczynniki Chemiczne
 dnia 21 stycznia 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu
 od dnia 1 października 1976 r.
 (Dz. Norm. i Miar nr 11/1976 poz. 39)

Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego.

Masa netto:

dla gatunku cz.d.a. — 100 g, 250 g, 500 g, 1 kg,
dla gatunku cz. — 500 g, 1 kg, 2 kg, 5 kg.

Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości siarczanu manganawego (3.2a),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),
- oznaczanie zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem jako Pb^{2+} (3.2d),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2e),
- oznaczanie substancji redukujących $KMnO_4$ (3.2f),
- oznaczanie odczynu 5-procentowego roztworu wodnego (3.2g),
- oznaczanie zawartości niklu (3.2h),
- oznaczanie zawartości sodu, potasu i wapnia (3.2i),
- oznaczanie zawartości cynku (3.2j).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki odczynnika cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047, próbki odczynnika cz. — zgodnie z PN-67/C-04500. Średnia próbka laboratoryjna nie powinna być mniejsza niż 300 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości siarczanu manganawego

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- Wersenian dwusodowy, 0,05 M roztwór.
- Chlorowodorek hydroksyloaminy, roztwór 10-procentowy świeżo przygotowany.
- Czerń erichromowa T, mieszanina przygotowana wg PN-68/C-04950 p. 2.4j).
- Roztwór buforowy o pH 0,5÷10 przygotowany wg PN-68/C-04950 p. 2.4.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 0,2500 g siarczanu manganawego rozpuścić w 100 cm³ wody w kolbie stożkowej pojemności 250 cm³. Do otrzymanego roztworu dodać 5 cm³ chlorowodoru hydroksyloaminy, 15 cm³ roztworu buforowego ogrzać do wrzenia, następnie ochłodzić i miareczkować 0,05 M roztworem wersenianu dwusodowego wobec 0,1 g mieszaniny czerni eriochromowej do zmiany zabarwienia czerwono-fioletowego na niebieskie.

Zawartość siarczanu manganawego $MnSO_4 \cdot 5H_2O$ w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,01205 \cdot 100}{m_1} = \frac{1,205 \cdot V_1}{m_1}$$

w którym:

- V_1 — objętość ściśle 0,05 M roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
 m_1 — odważka badanego siarczanu manganawego, g,
 0,01205 — ilość siarczanu manganawego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05 M roztworu wersenianu dwusodowego.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego siarczanu manganawego rozpuścić w 500 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Badany siarczan manganawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

- dla odczynnika cz.d.a. — 2,5 mg,
dla odczynnika cz. — 5 mg.

5.3.3. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl^-)

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518 p. 2.3.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania 2,00 g badanego siarczanu manganawego, rozpuścić w 20 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 sposobem A.

Do roztworów porównawczych dodać:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Cl^- ,
dla odczynnika cz. — 0,1 mg Cl^- .

5.3.4. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (jako Pb^{2+})

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory

a) Odczynniki i roztwory przygotowane wg PN-68/C-04515 p. 2.4.

b) Roztwór siarczanu manganawego nie zawierający metali ciężkich, przygotowany w następujący sposób: 15,00 g siarczanu manganawego rozpuścić w 30 cm³ wody w kolbie stożkowej pojemności 100 cm³, dodać 0,9 cm³ kwasu octowego. Roztwór rozcieńczyć do objętości 90 cm³, wysycić siarkowodorem i odstawić na 24 godz. Po opadnięciu osadu roztwór przesączyć.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego siarczanu manganawego rozpuścić w 30 cm³ wody w kolbie stożkowej pojemności 100 cm³ i dalej postępować zgodnie z PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany siarczan manganawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w badanym roztworze nie będzie po upływie 5 min intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego 30 cm³ roztworu siarczanu manganawego nie zawierającego metali ciężkich, te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,04 mg Pb^{2+} ,
dla odczynnika cz. — 0,125 mg Pb^{2+} .

5.3.5. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+})

5.3.5.1. Aparatura, przyrządy i materiały — wg PN-75/C-04521/02 p. 3.

5.3.5.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-75/C-04521/02 p. 4.

5.3.5.3. Pomiar i przygotowanie krzywej wzorcowej. Przygotowanie krzywej wzorcowej wykonać wg PN-75/C-04521/02. Pomiar absorbancji wykonać przy długości fali 500÷540 nm.

5.3.5.4. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego siarczanu manganawego rozpuścić w 17 cm^3 wody i 3 cm^3 kwasu solnego w zlewce pojemności 250 cm^3 . Dalej postępować zgodnie z PN-75/C-04521/02 p. 7.

Posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość żelaza w miligramach. Zawartość żelaza (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_1 \cdot 100 \cdot 100}{m_2 \cdot 1000} = \frac{a_1 \cdot 10000}{m_2 \cdot 1000} = \frac{a_1 \cdot 10}{m_2}$$

w którym:

a_1 — zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej mg/cm^3 ,

m_2 — odważka badanego produktu, g.

5.3.6. Oznaczanie zawartości substancji redukujących KMnO_4 (jako O)

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,4).

b) Kwas fosforowy cz.d.a. (1,1).

c) Nadmanganian potasowy cz.d.a., 0,1 N roztwór.

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 16,00 g badanego siarczanu manganawego rozpuścić w 200 cm^3 wody, dodać 3 cm^3 kwasu siarkowego, 3 cm^3 kwasu fosforowego oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,1 cm^3 roztworu KMnO_4 ,

dla odczynnika cz. — 0,15 cm^3 roztworu KMnO_4 .

Badany siarczan manganawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli różowe zabarwienie roztworu nie zniknie w ciągu 1 min.

Zabarwienie roztworu badanego należy porównać z zabarwieniem roztworu porównawczego przygotowanego przez: rozpuszczenie 16 g siarczanu manganawego w 200 cm^3 wody z dodatkiem tych samych ilości kwasów, lecz bez dodania nadmanganianu potasowego.

Należy również sprawdzić przydatność wody, kwasu siarkowego i kwasu fosforowego do wykonania oznaczania.

5.3.7. Oznaczanie odczynu 5-procentowego roztworu siarczanu manganawego należy wykonać pehametrem w temperaturze 20°C.

5.3.8. Oznaczanie zawartości niklu (Ni^{2+})

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Octan sodowy krystaliczny cz.d.a.

b) Kwas octowy cz.d.a. — lodowaty.

c) Woda siarkowodorowa świeżo przygotowana.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ni^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10÷990. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Ni^{2+} .

5.3.8.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego siarczanu manganawego rozpuścić w 20 cm^3 wody, dodać 2 g octanu sodowego i 10 cm^3 wody siarkowodorowej, po upływie 1 min dodać 5 cm^3 kwasu octowego i wymieszać.

Badany siarczan manganawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w roztworze badanym nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz 0,1 mg Ni^{2+} .

5.3.9. Oznaczanie zawartości sodu, potasu i wapnia ($\text{Na} + \text{K} + \text{Ca}$)

5.3.9.1. Aparatura

a) Zestaw do elektrolizy na katodzie rtęciowej.

b) Elektrolizer laboratoryjny z amperomierzem o wskaźnikach działki 0,05 A.

c) Fotometr płomieniowy firmy Zeissa z kompletnym wyposażeniem.

5.3.9.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).

b) Woda amoniakalna (0,91)

c) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a.

d) Rtęć metaliczna cz.d.a.

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

5.3.9.3. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczanu manganawego rozpuścić w 50 cm^3 wody destylowanej, dodać 1 cm^3 kwasu siarkowego, 1 g chlorowodoru hydroksyloaminy, po wymieszaniu dodać powoli 12 cm^3 wody amoniakalnej i rozcieńczyć roztwór wodą do objętości 80 cm^3 . Otrzymany roztwór przenieść ilościowo do zlewki pojemności 150 cm^3 , na której dnie znajduje się rtęć.

Połączyć obwód prądu i włączyć elektrolizer do sieci. Jedną elektrodę (katodę) połączoną z zaciskiem elektrolizera oznaczonym znakiem (—) powinna stykać się z rtęcią znajdującą się na dnie zlewki. Druga elektroda (anoda) połączona z dodatnim zaciskiem elektrolizera oznaczonym znakiem (+) powinna być zanurzona w roztworze w odległości około 1,5 cm od powierzchni rtęci.

Elektrody połączyć z zaciskami elektrolizera za pomocą izolowanych drutów miedzianych.

Prowadzić elektrolizę w ciągu 1 godz przy natężeniu prądu (I) obliczonym wg wzoru

$$I = 0,15 \cdot \pi r^2$$

w którym:

0,15 — gęstość prądu wyrażona w A/cm²,

πr^2 — powierzchnia katody (rtęci), cm².

Podczas elektrolizy należy co pewien czas kontrolować natężenie prądu oraz mieszać pręcikiem szklanym roztwór i rtęć. Po zakończonej elektrolizie roztwór z nad katody wlać do uprzednio wytrawionej kwasem solnym parownicy kwarcowej pojemności 100 cm³.

Zlewkę i powierzchnię rtęci przemyć wodą, którą należy dołączyć do roztworu po elektrolizie. Otrzymany roztwór odparować na łaźni wodnej do sucha, a następnie ostrożnie przepażyć w temperaturze 350°C, do całkowitego odpędzenia soli amonowych.

Pozostałość w parownicy zalać kilkoma kroplami kwasu solnego stężonego, odparować do sucha, a następnie rozpuścić w 100 cm³ wody i wykonać oznaczanie sodu, potasu i wapnia wg PN-68/C-04953 sposobem B, stosując następujące filtry selektywne:

dla sodu Na — 59,

dla potasu K — 77,

dla wapnia Ca — 63.

Zawartość sodu (X_3) w badanym siarczanie manganawym obliczyć w procentach ze wzoru

$$X_3 = \frac{a_2 \cdot V_2 \cdot 100}{m_3}$$

w którym:

a_2 — stężenie sodu odczytane z odpowiedniej krzywej wzorcowej, g/cm³,

m_3 — odważka badanego siarczanie manganawego g (1 g),

V_2 — objętość roztworu badanego siarczanie manganawego, cm³.

Zawartość potasu (X_4) w badanym siarczanie manganawym w procentach obliczyć ze wzoru

$$X_4 = \frac{a_3 \cdot V_3 \cdot 100}{m_3}$$

w którym:

a_3 — stężenie potasu odczytane z krzywej wzorcowej, %,

m_3 — odważka badanego siarczanie manganawego g (1 g),

V_3 — objętość roztworu badanego siarczanie manganawego cm³.

Zawartość wapnia (X_5) w badanym siarczanie manganawym w procentach obliczyć ze wzoru

$$X_5 = \frac{a_4 \cdot V_4 \cdot 100}{m_3}$$

w którym:

a_4 — stężenie wapnia odczytane z krzywej wzorcowej, %,

m_3 — odważka badanego siarczanie manganawego, g (1 g),

V_4 — objętość roztworu badanego siarczanie manganawego, cm³.

5.3.9.4. Obliczanie sumy zawartości sodu, potasu i wapnia. Sumę potasu, sodu, wapnia w badanym siarczanie manganawym obliczyć w procentach (Y) ze wzoru

$$Y = X_3 + X_4 + X_5$$

w którym:

X_3 — zawartość sodu obliczona w 5.2.9.3,

X_4 — zawartość potasu obliczona w 5.2.9.3,

X_5 — zawartość wapnia obliczona w 5.2.9.3.

5.3.10. Oznaczanie zawartości cynku (Zn^{2+})

5.3.10.1. Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej Pye Unicam typ SP 90A seria 2 lub inny.

b) Lampa cynkowa z katodą wnękową.

c) Palnik acetylenowy ze szczeliną o długości 10 cm.

5.3.10.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15) i 0,001 N roztwór.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Zn^{2+} , przygotowany w następujący sposób: 1,2446 g ZnO (złotą pieczęć) umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 1000 cm³ i rozpuścić w 10 cm³ kwasu azotowego (1,15), uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i wymieszać. Pobrać pipetą 1 cm³ roztworu i rozcieńczyć w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³ 0,001 N roztworem kwasu azotowego.

1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g Zn^{2+} .

5.3.10.3. Sporządzanie krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ wprowadzić kolejno: 2, 4, 6, 8, 10 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego cynku i uzupełnić objętość roztworów 0,001 N roztworem kwasu azotowego do kreski i wymieszać.

Otrzymane roztwory zawierają kolejno $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $6 \cdot 10^{-7}$, $8 \cdot 10^{-7}$, $10 \cdot 10^{-7}$ g Zn^{2+} /cm³.

Postępując zgodnie z instrukcją obsługi spektrofotometru absorpcji atomowej, wprowadzić kolejno do płomienia palnika przygotowane roztwory wzorcowe.

Zmierzyć absorbancję roztworów wzorcowych i wykreślić krzywą zależności absorbancji od stężenia cynku w roztworze.

Przy pracy na spektrofotometrze absorpcji atomowej Pye Unicam SP90A ustalić następujące warunki:

przepływ powietrza 5 l/min,
przepływ acetyleny 1,1 l/min,
długość fali λ 213,9 nm,
szerokość szczeliny 0,10 mm,
natężenie prądu 8 mA,
wysokość palnika 8 mm.

Wzmocnienie, ekspansję i stałą czasową ustalić na optymalne warunki zgodnie z instrukcją obsługi spektrofotometru.

Przy stosowaniu innych spektrofotometrów absorpcji atomowej należy ustalić warunki pomiaru zgodnie z instrukcją obsługi danego spektrofotometru.

5.3.10.4. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego siarczanu manganawego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i wymieszać.

Otrzymany roztwór wprowadzić do płomienia palnika w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Zmierzyć absorbancję i odczytać z krzywej wzorcowej stężenie cynku w badanym roztworze.

Zawartość cynku w badanym siarczanie manganawym obliczyć w procentach (X_6) z wzoru

$$X_6 = \frac{a_5 \cdot V_2 \cdot 100}{m_4}$$

w którym:

- a_5 — stężenie cynku w badanym roztworze odczytane z krzywej wzorcowej g/cm³,
- V_2 — objętość roztworu badanego siarczanu manganawego, cm³,
- m_4 — odważka badanego siarczanu manganawego, g (0,5).

5.3.11. Inne metody oznaczania zawartości żelaza, metali ciężkich (jako sumy ołowiu, miedzi i srebra) i niklu metodą spektralną, ze ścisłym zachowaniem ustalonych normą parametrów oznaczania

5.3.11.1. Stosowana aparatura

- a) Spektrograf siatkowy dużej dyspersji z możliwością podwójnego przebiegu promieni PGS-2.
- b) Generator prądu stałego.
- c) Spektroprojektor.
- d) Mikrofotometr firmy GII Zeissa.
- e) Waga torsyjna.

5.3.11.2. Materiały pomocnicze i roztwory

- a) Płyty fotograficzne Agfa Gevart 34 B 50.
- b) Elektrody grafitowe spektralnie czyste produkcji CSRS typ SU 305, SU 316 i SU 202.
- c) Wywoływacz ID-2 przygotowany przez rozpuszczenie w 1000 cm³ wody destylowanej kolejno następujących ilości odczynników: metolu 2,00 g, hydrochinonu 8,00 g, siarczynu sodu bezwodnego 75,00 g lub krystalicznego 150 g, węglanu

sodu bezwodnego 36,00 g lub krystalicznego 88,00 g, bromku potasu 2,00 g.

Bezpośrednio przed użyciem rozcieńczyć roztwór wodą destylowaną w stosunku 1 : 2,

d) Utrwalacz przygotowany w następujący sposób: rozpuścić w 1000 cm³ wody destylowanej kolejno 400 g tiosiarczanu sodowego oraz 25 g piro-siarczynu potasu.

5.3.11.3. Przygotowanie próbki badanej. Około 1,0000 g badanego siarczanu manganawego umieścić w uprzednio wyprażonej w temperaturze 300°C do stałej masy parownicy kwarcowej i przepażyć około 30 min w temperaturze 300°C. Po przepażeniu oziębnić w eksykatorze, zważyć i obliczyć stosunek (b) masy siarczanu manganawego przed prażeniem (G_1) do masy siarczanu manganawego po wyprażeniu (G_2):

$$b = \frac{G_1}{G_2}$$

Po zważeniu rozetrzeć w ciągu 5 min: odważyć na wadze torsyjnej 160 mg preparatu, przenieść do moździerza agatowego, dodać 40 mg tlenku galu i ucierać całość w ciągu 10 min.

5.3.11.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć po 30 mg otrzymanej w 5.3.11.3 mieszaniny i przenieść ilościowo za pomocą szpachelki platynowej do kraterka uprzednio przedpalonych w ciągu 15 s w łuku prądu stałego o natężeniu 6 A elektrod grafitowych SU 305, SU 316.

Ekspozować kolejno na jedną płytę fotograficzną widmo próbki badanej w następujących warunkach:

- łuk prądu stałego o natężeniu 9 A,
- przerwa analityczna 3 mm,
- podwójny przebieg promieni,
- kąt skreślenia siatki $\alpha = -5,6$,
- szerokość szczeliny spektrografu $S = 0,02$ mm,
- filtr trójstopniowy o przepuszczalności 10; 50 i 100%,
- elektrody z kraterkiem (dolna) — katoda,
- elektrody z zakończeniem stożkowym (górna) — anoda.

Dla oznaczenia ołowiu — czas ekspozycji 40 s z elektrod SU 305. Dla oznaczenia niklu, żelaza, miedzi, srebra — czas ekspozycji 100 s z elektrod SU 316.

W celu otrzymania dokładniejszych wyników wykonać co najmniej po trzy ekspozycje zarówno z elektrod SU 305 jak i z elektrod SU 316.

Naświetloną płytę fotograficzną wywołać w ciągu 4,5 min, utrwalić w ciągu 10 min.

Wymyć dokładnie wodą i wysuszyć w strumieniu ciepłego powietrza.

W otrzymanych widmach próbki badanej zmierzyć zaczerwienie następujących linii analitycznych oraz tła obok linii przy podanej przepuszczalności filtru.

Długość linii analitycznej, Å	Odległość tła od linii, mm	Przepuszczalność filtru, %
Pb 2833,06	0,1 w kierunku fal długich	100
Fe 3020,43	0,04 w kierunku fal krótkich	100
Ni 3003,62	0,05 w kierunku fal krótkich	100
Cu 3273,96	0,1 w kierunku fal długich	50
Ag 3382,89	0,1 w kierunku fal długich	50

Wykreślić krzywą zaczernienia płyty fotograficznej metodą filtru trójstopniowego w układzie PL/lgI, stosując linię żelaza 2831,56

gdzie:

PL — zaczernienie linii żelaza 2831,56 mierzone dla przepuszczalności filtru 10; 50 i 100%,

lgI — logarytm z przepuszczalności filtru.

Z otrzymanej krzywej zaczernienia płyty fotograficznej odczytać odpowiednie logarytmy intensywności dla zmienionych zaczernień poszczególnych linii analitycznych oznaczanych pierwiastków oraz odpowiednie logarytmy intensywności tła obok linii analitycznych.

Odczytać z tablic logarytmicznych odpowiednie cologarytmy.

5.3.11.5. Obliczanie zawartości ołowiu, miedzi, srebra, żelaza i niklu w badanym siarczanie manganawym w procentach ($X_1 \div X_5$) wg wzoru

$$X = \frac{\left(\frac{I_{L+T}}{I_T} - 1 \right) \cdot K}{b}$$

w którym:

I_{L+T} — intensywność linii i tła dla poszczegól-

nych oznaczanych pierwiastków; jest to kologarytm wartości odczytanej z krzywej zaczernienia płyty fotograficznej dla zmierzonego w 5.3.11.4 zaczernienia poszczególnych linii analitycznych,

I_T — intensywność tła obok linii,

b — stosunek mas obliczony w 5.3.11.3,

k — współczynnik obliczony wg Harveya i wynoszący dla:

Pb — $2,3 \cdot 10^{-4}$,

Cu — $2,92 \cdot 10^{-5}$,

Ag — $3,28 \cdot 10^{-5}$,

Fe — $2,7 \cdot 10^{-4}$,

Ni — $7,7 \cdot 10^{-4}$.

5.3.11.6. Obliczenie sumy metali ciężkich w badanym siarczanie manganawym. Zawartość metali ciężkich (Cu, Pb, Ag) w badanym siarczanie manganawym w procentach Y obliczyć ze wzoru

$$Y = X_1 + X_2 + X_3$$

w którym:

X_1 — zawartość ołowiu obliczona w 5.3.11.6,

X_2 — zawartość srebra obliczona w 5.3.11.6,

X_3 — zawartość miedzi obliczona w 5.3.11.6.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-66/6191-59

a) zmieniono metody oznaczania zawartości manganu, żelaza, cynku, niklu,

b) wprowadzono fotometryczne oznaczanie sumy sodu, potasu, wapnia zamiast metali alkalicznych,

c) wprowadzono, jako drugą metodę, oznaczanie zawartości żelaza, niklu, metali ciężkich (jako sumy, Pb, Ag, Cu) metodą spektralną.

3. Normy związane

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

PN-68/C-04515 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości metali ciężkich strącanych siarkowodorem

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

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-75/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza

PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości substancji podstawowej

PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu. Płomienio-fotometryczna metoda

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworu do kolorymetrii i nefelometrii

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

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

4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 3973-73 Реактивы. Марганец серноокислый