

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-76
	Odczynniki Węglan manganawy	6191-16
		Zamiast BN-64/6191-16
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest węglan manganawy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Węglan manganawy ma:

- a) wzór $MnCO_3$,
- b) masę cząsteczkową — 114,94.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki węglanu manganawego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia węglanu manganawego czystego do analizy:

WĘGLAN MANGANAWY cz.d.a. BN-76/6191-16

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Węglan manganawy powinien mieć postać białoróżowego proszku utleniającego się na powietrzu na kolor brązowy, nierozpuszczalnego w wodzie, rozpuszczalnego w kwasach.

3.2. Wymagania chemiczne — wg tablicy.

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową podkładką.

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

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość manganu (Mn), %, nie mniej niż	42	42
b) Substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym, %, nie więcej niż	0,03	0,05
c) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,02	0,05
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,01	0,03
e) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,001	0,01
f) Cynku (Zn^{2+}), %, nie więcej niż	0,03	0,05
g) Metali ciężkich (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,002	0,005
h) Suma sodu, potasu i wapnia ($Na+K+Ca$), nie więcej niż	0,2	0,5
i) Azotu całkowitego (N), %, nie więcej niż	0,1	0,1
j) Niklu (Ni^{2+}), %, nie więcej niż	0,05	nie normalizuje się

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy od ww. opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości manganu (3.2a),

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego
Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 23 stycznia 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji
od dnia 1 października 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 11/1976 poz. 39)

- b) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym (3.2b),
- c) oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),
- d) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- e) oznaczanie zawartości żelaza (3.2e),
- f) oznaczanie zawartości cynku (3.2f),
- g) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2g),
- h) oznaczanie zawartości sumy sodu, potasu i wapnia (Na+K+Ca) (3.2h),
- i) oznaczanie zawartości azotu całkowitego (3.2i),
- j) oznaczanie zawartości niklu (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.

Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić 500 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości manganu (Mn)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a. 1,12.
- b) Nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 30-procentowy.
- c) Winian sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- d) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a.
- e) Czerń eriochromowa T; wskaźnik przygotowano wg PN-68/C-04950 (p. 2.4j).
- f) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,05 M przygotowany wg PN-68/C-04950 p. 2.5.
- g) Bufor o pH 10 przygotowany wg PN-68/C-04950 p. 2.4.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,2000 g badanego węglanu manganawego rozpuścić w 5 cm³ kwasu solnego i 10 cm³ wody, dodać kroplę nadtlenu wodoru w celu rozpuszczenia utworzonego dwutlenku manganu i dopełnić wodą do objętości 100 cm³.

Następnie dodać 0,5 g chlorowodoru hydroksyloaminy, 1 cm³ roztworu winianu sodowego, 15 cm³ roztworu buforowego, ogrzać do temperatury 60°C, dodać czerni eriochromowej T i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do niebieskiego zabarwienia roztworu.

Zawartość manganu (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,002747 \cdot 100}{m} = \frac{V_1 \cdot 0,2747}{m}$$

w którym:

- V_1 — objętość ściśle 0,05 M roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- m — odważka badanego węglanu manganawego, g,

0,002747 — ilość manganu odpowiadająca ściśle 1 cm³ 0,05 M roztworu wersenianu dwusodowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym. 10,00 g badanego węglanu manganawego zwilżyć 50 cm³ wody, następnie mieszając dodać ostrożnie małymi porcjami 40 cm³ roztworu kwasu azotowego (1,15) i 5 kropli nadtlenu wodoru 30-procentowego roztworu. Roztwór ogrzewać w ciągu 1 godz na wrzącej łaźni wodnej, po czym przesączyć przez zważony szklany tygiel do sączenia G4.

Pozostałość w tyglu przemyć 100 cm³ gorącej wody i wysuszyć w temperaturze 105÷110°C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w kwasie azotowym (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_1 \cdot 100}{10} = a_1 \cdot 10$$

w którym a_1 — masa wysuszonej pozostałości.

5.3.3. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

5.3.3.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04518 p. 2.3. Nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 30-procentowy.

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. Do 0,50 g badanego węglanu manganawego dodać 10 cm³ wody i 5 cm³ kwasu azotowego. W razie powstania dwutlenku manganu dodać kroplami roztwór nadtlenu wodoru do uzyskania klarownego roztworu. Roztwór zagotować w celu usunięcia dwutlenku węgla, ochłodzić, przelać do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ i uzupełnić wodą do kreski.

Pobrać pipetą 20 cm³ roztworu dla odczynnika cz.d.a. i 10 cm³ dla odczynnika cz. i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.3.

Badany węglan manganawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po upływie 10 min opalizacja roztworu badanego nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Cl⁻,
- dla odczynnika cz. — 0,025 mg Cl⁻

oraz te same ilości odczynników.

5.3.4. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO₄²⁻)

5.3.4.1. Odczynniki i roztwory wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3.

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego węglanu manganawego rozpuścić w 25 cm³ kwasu solnego, w razie potrzeby dodać kroplami nadtlenu wodoru (30-procentowy roztwór) do uzyskania klarownego roztworu dodać 40 cm³ wody, zagotować, ochłodzić przelać do kolby pomiarowej po-

jemności 100 cm³ i dopełnić wodą do objętości 100 cm³ (roztwór A).

Roztwór zachować do oznaczania żelaza, metali ciężkich. Pobrać 10 cm³ (0,5 g) roztworu A i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3.

Badany węglan manganawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po upływie 30 min zmętnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg SO₄²⁻,
dla odczynnika cz. — 0,15 mg SO₄²⁻

oraz te same ilości odczynników.

5.3.5. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

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

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

5.3.5.3. Wykonanie oznaczania. Do 10 cm³ (0,5 g) roztworu A wg p. 5.3.4.2. dodać 20 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-75/C-04521/02 p. 7.

Po 30 min zmierzyć absorbancję roztworu badanego w odniesieniu do roztworu kontrolnego w kuwetach o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm przy długości fali 500÷540 μm.

Z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość żelaza w miligramach.

Zawartość żelaza X₃ obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_2 \cdot 100 \cdot 100}{m_2 \cdot 1000} = \frac{a_2 \cdot 10000}{m_2 \cdot 1000} = \frac{a_2 \cdot 10}{m_2}$$

w którym:

a₂ — zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg/cm³,

m₂ — odważka badanego produktu, g.

Dopuszcza się zakończenie oznaczania metodą wizualną.

5.3.6. Oznaczanie zawartości cynku (Zn²⁺)

5.3.6.1. Aparatura

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

b) Lampa cynkowa z katodą wnątkową.

c) Palnik acetylenowy ze szczeliną długości 10 cm.

5.3.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).

b) Kwas azotowy cz.d.a. 0,001 N.

c) Roztwór wzorcowy cynku: zawierający jony Zn²⁺ przygotowany w następujący sposób 1,2446 g ZnO (złota 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 1·10⁻⁵ g Zn²⁺.

d) Woda utleniona 30-procentowa cz.d.a.

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

Otrzymane roztwory zawierają kolejno Zn²⁺: 2·10⁻⁷, 4·10⁻⁷, 6·10⁻⁷, 8·10⁻⁷ i 1·10⁻⁶ g Zn²⁺/cm³.

Postępując zgodnie z instrukcją obsługi spektrofotometru absorpcji atomowej wprowadzić kolejno do płomienia palnika przygotowane roztwory wzorcowe. Zmierzyć absorbancję roztworów dla odpowiednich stężeń cynku i z otrzymanych pomiarów sporządzić krzywą wzorcową zależności absorbancji od stężenia cynku.

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

przepływ powietrza	— 5 l/min,
przepływ acetylenu	— 1,1 l/min,
długość fali	— 213,9 nm,
szerokość szczeliny	— 0,10 mm,
napięcie prądu lampy	— 8 mA,
wysokość palnika	— 8 mm.

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

5.3.6.4. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego węglanu manganawego zwilżyć wodą, a następnie rozpuścić w 5 cm³ kwasu azotowego, dodać 1 kroplę wody utlenionej i uzupełnić wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³. Otrzymany roztwór wprowadzić do płomienia palnika w warunkach identycznych jak przy otrzymaniu krzywej wzorcowej i odczytać absorbancję. W przypadku uzyskania absorbancji powyżej krzywej wzorcowej należy badany roztwór odpowiednio rozcieńczyć.

Stężenie cynku w badanym roztworze odczytać z krzywej wzorcowej. Zawartość cynku w badanym węglanie manganawym obliczyć w procentach (X₄) wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_3 \cdot V_2 \cdot 100}{m_3}$$

w którym:

a₃ — stężenie cynku w badanym roztworze odczytane z krzywej, g/cm³,

m₃ — odważka badanego węglanu manganawego, g,

V_2 — objętość roztworu badanego węglanu manganawego, g.

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

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

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

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

c) Roztwór węglanu manganawego wolny od metali ciężkich, przygotowany w następujący sposób:

10,00 g węglanu manganawego rozpuścić w 50 cm³ kwasu solnego, dodać kilka kropli nadtlenuku wodoru w celu uzyskania klarownego roztworu i odparować do sucha na łaźni wodnej. Suchą pozostałość rozpuścić w 150 cm³ wody, dodać 5 cm³ kwasu octowego, ogrzać do temperatury 80°C, wysycić siarkowodorem i odstawić na 24 godz, przesączyć, przesącz uzupełnić wodą do objętości 200 cm³ (roztwór B).

d) wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1 N.

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 50 cm³ (2,5 g) roztworu A wg 5.3.4.2 w razie potrzeby zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego wobec papierka uniwersalnego, następnie zakwasić 1 cm³ kwasu octowego i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.

Badany węglan manganawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w roztworze badanym po upływie 10÷15 min nie jest intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego 50 cm³ roztworu B, te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg Pb^{2+} ,
dla odczynnika cz. — 0,1 mg Pb^{2+} .

5.3.8. Oznaczanie zawartości sumy sodu, potasu i wapnia (Na+K+Ca)

5.3.8.1. Aparatura

a) Zestaw do elektrolizy na katodzie rtęciowej.
b) Elektrolizer laboratoryjny z amperomierzem o wskazaniach działki 0,05 A.

c) Fotometr płomieniowy firmy Zeiss wraz z kompletnym wyposażeniem.

5.3.8.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy cz.d.a. 1,84 i 1,11.
- Woda amoniakalna cz.d.a. 0,91.
- Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a.
- Rtęć metaliczna cz.d.a.
- Kwas solny cz.d.a. 1,12.

5.3.8.3. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu manganawego zwilżyć wodą i rozpuścić w 35 cm³ kwasu siarkowego 1,11. Do roztworu do-

dać 50 cm³ wody, 1 cm³ kwasu siarkowego 1,84, 1 g chlorowodoru hydroksyloaminy i po dokładnym wymieszaniu dodać powoli kroplami 12 cm³ wody amoniakalnej, rozcieńczyć roztwór do objętości 80 cm³ i przenieść do zlewki pojemności 150 cm³, na dnie której znajduje się rtęć. Połączyć obwód prądu, włączyć elektrolizer do sieci. Jedna elektroda (katoda) połączona z zaciskami elektrolizera oznaczonymi znakiem minus (−) powinna stykać się z rtęcią. Druga elektroda (anoda) połączona z zaciskami elektrolizera oznaczonymi znakiem plus (+) 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 obliczonym wg wzoru

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

w którym:

- I — natężenie prądu, A,
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 przecikiem szklanym roztwór oraz rtęć.

Po zakończonej elektrolizie roztwór znad katody zlać 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 do sucha na łaźni wodnej, 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_5) w procentach w badanym węglanie manganawym obliczyć z wzoru

$$X_5 = \frac{a_4 \cdot 100 \cdot V_3}{m_3}$$

w którym:

- a_4 — stężenie sodu odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm³,
 V_3 — objętość roztworu badanego węglanu manganawego, cm³ (100 cm³).
 m_3 — odważka badanego węglanu manganawego, g (1 g),

Zawartość potasu (X_6) w procentach w badanym węglanie manganawym obliczyć z wzoru

$$X_6 = \frac{a_5 \cdot 100 \cdot V_3}{m_3}$$

w którym:

- a_5 — stężenie potasu odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm³,
- V_3 — objętość roztworu badanego węglanu manganawego, cm³ (100 cm³).
- m_3 — odważka badanego węglanu manganawego, g (1 g),

Zawartość wapnia (X_7) w procentach w badanym węglanie manganawym obliczyć z wzoru

$$X_7 = \frac{a_6 \cdot 100 \cdot V_3}{m_3}$$

w którym:

- a_6 — stężenie wapnia odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm³.
- V_3 — objętość roztworu badanego węglanu manganawego, cm³ (100 cm³).
- m_3 — odważka badanego węglanu manganawego g (1 g),

5.3.8.4. Obliczenie sumy zawartości sodu potasu i wapnia (Y) w badanym węglanie manganawym.

$$Y = X_5 + X_6 + X_7$$

- X_5 — zawartość sodu obliczona w 5.3.8.3.
- X_6 — zawartość potasu obliczona w 5.3.8.3.
- X_7 — zawartość wapnia obliczona w 5.3.8.3.

5.3.9. Oznaczanie azotu całkowitego (N)

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04527 p. 2.4.

5.3.9.2 Wykonanie oznaczania. 0,5 g badanego węglanu manganawego umieścić w zlewce pojemności 50 cm³ zwilżyć 10 cm³ wody, dodać 5 cm³ kwasu solnego, zagotować i ostudzić, przelać do kolby aparatu destylacyjnego i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04527 p. 2.4.

Badany węglan 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:

dla odczynnika cz.d.a. i cz. 0,5 mg N.

5.3.10. Oznaczanie zawartości niklu (Ni²⁺)

5.3.10.1. 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 Ni²⁺, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Ni²⁺.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. 2 cm³ (0,1 g) roztworu A wg p. 5.3.4.2 rozcieńczyć 20 cm³ wody,

dodać 2 g octanu sodowego i 10 cm³ wody siarkowodorowej, po upływie 1 min dodać 5 cm³ kwasu octowego i wymieszać.

Badany węglan 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 0,05 mg Ni²⁺.

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

5.3.11.1. Stosowana aparatura

- a) Spektrograf siarkowy dużej dyspersji z możliwością podwójnego przebiegu promieni PGS2 Zeissa.
- b) Generator prądu stałego.
- c) Spektroprojektor.
- d) Mikrofotometr typu 9 II Zeissa.
- e) Waga torsyjna.

5.3.11.2. Materiały pomocnicze i roztwory

- a) Płyty fotograficzne Agfa Geraert 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 g, hydrochinonu 8 g, siarczynu sodu bezwodnego 75 g lub krystalicznego 150 g, węglanu sodu bezwodnego 36 g lub krystalicznego 88 g, bromku potasu 2 g. Bezpośrednio przed użyciem rozcieńczyć roztwór wodą destylowaną w stosunku 1 : 2.
- d) Utrwalacz przygotowany przez rozpuszczenie w 1000 cm³ wody destylowanej 400 g tiosiarczanu sodowego oraz 25 g pirosiarczynu potasu.

5.3.11.3. Przygotowanie próbki. Około 1,0000 g badanego węglanu manganawego umieścić w uprzednio wyprażonej do stałej masy w temperaturze 300°C parownicy kwarcowej i przepażyć około 30 min w temperaturze 300°C.

Oziębic w eksykatorze, zważyć, obliczyć stosunek (b) masy węglanu manganawego przed prażeniem (G_1) do masy otrzymanego po wyprażeniu (G_2) tlenku manganu wg wzoru:

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

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

5.3.11.4. Wykonanie oznaczania. Odważyć po 30 mg otrzymanej w 5.3.11.3 mieszaniny i prze-

nieść 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 i 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 skrzywienia siatki $\alpha = -5,6$,
- szerokość szczeliny spektrografu 0,02 mm,
- filtr trójstopniowy o przepuszczalności 10; 50 i 100%,
- elektroda z kraterkiem (dolna) katoda,
- elektroda z zakończeniem stożkowym (górną) anoda.

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

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 zaczernienie następujących linii analitycznych oraz tła obok linii przy podanej przepuszczalności filtru.

Długość linii analitycznej w Å	Odległość tła od linii, mm	Przepuszczalność filtru, %
Pb 2833,06	0,1 w kierunku fal długich	100
Fe 2020,43	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/lg I, stosując linię żelaza 2831,56:

Pl — zaczernienie linii analitycznej żelaza 2831,56 mierzone przy przepuszczalności filtru 10; 50 i 100%,

lg I — logarytm z przepuszczalności filtru.

Z otrzymanej krzywej zaczernienia płyty foto-

graficznej odczytać odpowiednio logarytmy intensywności dla zmierzonych zaczernień poszczególnych linii analitycznych oznaczanych pierwiastków oraz odpowiednie logarytmy intensywności tła obok linii analitycznych.

Odczytać z tablic logarytmicznych odpowiednie kologarytmy.

5.3.11.5. Obliczanie zawartości ołowiu (X_1), miedzi (X_2), srebra (X_3), żelaza (X_4), niklu (X_5) w procentach w badanym węglanie manganawym.

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

w którym:

I_{L+T} — intensywność linii i tła dla poszczególnych 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 analitycznej,

b — stosunek mas obliczony w 5.3.11.3,

K — współczynnik obliczony wg Harveya wynosi:

dla preparatu cz.d.a.

dla preparatu cz.

Pb $2,3 \cdot 10^{-4}$,

Pb $2,3 \cdot 10^{-4}$,

Ag $3,7 \cdot 10^{-5}$,

Ag $3,7 \cdot 10^{-5}$,

Cu $2,92 \cdot 10^{-5}$,

Cu $2,92 \cdot 10^{-5}$,

Fe $2,7 \cdot 10^{-4}$,

Fe $3,5 \cdot 10^{-4}$,

Ni $7,7 \cdot 10^{-4}$;

5.3.11.6. Obliczanie sumy metali ciężkich w badanym węglanie manganawym. Zawartość metali ciężkich (Cu, Pb, Ag) w badanym węglanie manganawym w procentach (Y) obliczyć z wzoru

$$Y = X_1 + X_2 + X_3$$

w którym:

X_1 — zawartość ołowiu obliczona w 5.3.11.5,

X_2 — zawartość miedzi obliczona w 5.3.11.5,

X_3 — zawartość srebra obliczona w 5.3.11.5.

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-64/6191-16

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

b) wprowadzono oznaczanie zawartości azotu całkowitego,

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

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

e) dostosowano metody badań do Zalecenia Normalizacyjnego RWPG PC-3974-73.

3. Normy związane

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

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

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych za-

wartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-04519 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

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

PN-68/C-04527 Analiza chemiczna. Oznaczanie azotu ogólnego metodą destylacyjną

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

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

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

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

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

4. Zalecenia międzynarodowe

RWPG PC 3974-73