

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-79
	Odczynniki	6191-162
	Azotan manganawy	Grupa katalogowa X 51

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy jest azotan manganawy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Azotan manganawy ma:

- wzór ogólny  $Mn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ,
- masę cząsteczkową 287,04.

**1.2. Zakres stosowania normy.** Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

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

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

**2.2. Przykład oznaczenia** azotanu manganawego czystego do analizy:

AZOTAN MANGANAWY cz.d.a. BN-79/6191-162

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Azotan manganawy powinien mieć postać jasnoróżowych kryształów, rozpuszczających się w temperaturze poniżej 25°C w wodzie krystalizacyjnej.

**3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne** — wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Azotanu manganawego [ $Mn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ], %, nie mniej niż	99,5	99,5
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Chlorków ( $Cl^-$ ), %, nie więcej niż	0,002	0,02
d) Siarczanów ( $SO_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,01	0,02
e) Metali ciężkich ( $Pb^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,003
f) Żelaza ( $Fe^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,003
g) Cynku ( $Zn^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,01	0,03
h) Suma sodu, wapnia i potasu (Na, Ca, K), %, nie więcej niż	0,04	0,08
i) Niklu ( $Ni^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,02	nie normalizuje się

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego, z doszlifowanymi korkami, zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego, z podkładką polietylenową.

Masa opakowań netto: 250, 500 i 1000 g.

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

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaj badań

a) oznaczanie zawartości azotanu manganawego (3.2a),

b) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),

c) oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),

d) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),

e) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2e),

f) oznaczanie zawartości żelaza (3.2f),

g) oznaczanie zawartości cynku (3.2g),

h) oznaczanie zawartości sumy sodu, wapnia i potasu (3.2h),

i) oznaczanie zawartości niklu (3.2i).

**5.2. Pobieranie próbek.** Próbki odczynnika cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Przy pobieraniu średniej próbki laboratoryjnej odczynnika w gatunku cz., należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

a) wielkość partii — 500 kg,

b) wielkość próbki pierwotnej — 100 g,

c) liczbę próbek jednostkowych — wg tabl. 2;

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
ponad 161	10

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne  
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne  
dnia 30 kwietnia 1979 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1980 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 26/1979 poz. 119)

d) wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 500 g.

### 5.3. Opis badań

#### 5.3.1. Oznaczanie zawartości azotanu manganawego [Mn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O]

##### 5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Wersenian dwusodowy cz.d.a. 0,05M roztwór, przygotowany wg PN-68/C-04950 p. 2.4.

b) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a., 10-procentowy roztwór.

c) Roztwór buforowy amonowy o pH 10, przygotowany wg PN-68/C-04950 p. 2.4.

d) Czerń eriochromowa T, mieszanina wskaźnika przygotowana wg PN-68/C-04950 p. 2.4j).

**5.3.1.2. Wykonanie oznaczania.** 0,2500 g badanego azotanu manganawego rozpuścić w kolbie stożkowej w 100 cm<sup>3</sup> wody, dodać 5 cm<sup>3</sup> roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, 5 cm<sup>3</sup> roztworu buforowego amonowego, 0,1 g mieszaniny wskaźnikowej czerni eriochromowej T i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany zabarwienia z czerwono-fioletowego na niebieskie.

Zawartość azotanu manganawego ( $X$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,01435 \cdot 100}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

$V$  — ilość cm<sup>3</sup> ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego, zużyta do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

$m_1$  — odważka badanego azotu manganawego, g;

0,01435 — ilość azotanu manganawego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego, g.

**5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.** 50,00 g badanego azotanu manganawego rozpuścić w 500 cm<sup>3</sup> wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04517.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{a \cdot 100}{50} \quad (2)$$

w którym  $a$  — masa wysuszonej pozostałości, g.

### 5.3.3. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl<sup>-</sup>)

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

**5.3.3.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego azotanu manganawego rozpuścić w 20 cm<sup>3</sup> wody w kolbie stożkowej i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518 p. 2.4 — sposób A.

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

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Cl<sup>-</sup>,

dla odczynnika cz. — 0,2 mg Cl<sup>-</sup>

i te same ilości odczynników.

### 5.3.4. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)

**5.3.4.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04519 p. 2.3.

**5.3.4.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego azotanu manganawego rozpuścić w 30 cm<sup>3</sup> wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3.

Badany azotan manganawy odpowiada wymaganiom normy, jeśli powstałe po 15 min zmętnienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,10 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>,

dla odczynnika cz. — 0,2 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

i te same ilości odczynników.

### 5.3.5. Oznaczanie zawartości metali ciężkich (Pb<sup>2+</sup>)

**5.3.5.1. Odczynniki i roztwory** — wg PN-68/C-04515 p. 2.4 oraz roztwór azotanu manganawego wolnego od metali ciężkich, przygotowany w następujący sposób: 30,00 g azotanu manganawego rozpuścić w 75 cm<sup>3</sup> wody, dodać 1,5 cm<sup>3</sup> kwasu octowego, rozcieńczyć wodą do objętości 90 cm<sup>3</sup>, dodać 10 cm<sup>3</sup> wody siarkowodorowej, wymieszać, pozostawić do odstania na 18 ÷ 20 h, a następnie roztwór przesączyć.

**5.3.5.2. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego azotanu manganawego rozpuścić w 30 cm<sup>3</sup> wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1.

Badany azotan manganawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w roztworze badanym po upływie 10 ÷ 15 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego 30 cm<sup>3</sup> roztworu azotanu manganawego niezawierającego metali ciężkich i te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg Pb<sup>2+</sup>,

dla odczynnika cz. — 0,15 mg Pb<sup>2+</sup>.

### 5.3.6. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe<sup>3+</sup>)

**5.3.6.1. Aparatura, przyrządy i materiały** — wg PN-75/C-04521.02 p. 3.

**5.3.6.2. Odczynniki i roztwory** — wg PN-75/C-04521.02 p. 4.

**5.3.6.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej.** Przygotować roztwory wzorcowe zawierające w 50 cm<sup>3</sup>: 0,002; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 i 0,05 mg Fe<sup>3+</sup>.

Każdy z tych roztworów umieścić w zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup>.

Do roztworów dodać 0,2 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego, 5 cm<sup>3</sup> roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy.

Po 3 min dodać roztworu amoniaku do uzyskania pH około 4 (wobec papierka uniwersalnego) 10 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu cytrynowego, 5 cm<sup>3</sup> roztworu 2,2'-dwy-pirydylu.

Następnie przenieść ilościowo roztwory do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dopełnić objętość wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Po 30 min przelać roztwór do kuwety i mierzyć absorbancję przy długości fali 522 nm.

Z otrzymanych wyników sporządzić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji, a na osi odciętych zawartości żelaza w miligramach. Jako odnośnik stosować roztwór 2,2'-dwupirydylu.

**5.3.6.4. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego azotanu manganawego umieścić w zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup> i rozpuścić w 25 cm<sup>3</sup> wody i 2 cm<sup>3</sup> kwasu solnego. Dalej wykonywać oznaczanie wg PN-75/C-04521.02 p. 7.

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

Zawartość żelaza ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_1 \cdot 100}{m_2 \cdot 1000} = \frac{a_1}{m_2 \cdot 10} \quad (3)$$

w którym:

$a_1$  — zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

$m_2$  — odważka badanego azotanu manganawego, g.

### 5.3.7. Oznaczanie zawartości cynku ( $Zn^{2+}$ )

#### 5.3.7.1. Aparatura

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

b) Lampa cynkowa z katodą wnątkową.

c) Palnik acetylenowy ze szczeliną o długości 10 cm.

#### 5.3.7.2. Odczynniki i roztwory

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

b) Roztwór wzorcowy cynku, przygotowany przez rozpuszczenie 1,2446 g ZnO (złota pieczęć) w 10 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego (1,15) i uzupełniony wodą w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> do kreski. Roztwór wzorcowy rozcieńczyć 0,001N roztworem kwasu azotowego w stosunku 1:99. Rozcieńczony roztwór wzorcowy zawiera  $1 \cdot 10^{-5}$  g  $Zn^{2+}/cm^3$ .

**5.3.7.3. Sporządzenie krzywej wzorcowej.** Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm<sup>3</sup> wprowadzić kolejno: 2; 4; 6; 8 i 10 cm<sup>3</sup> rozcieńzonego roztworu wzorcowego, uzupełnić objętość roztworu 0,001N roztworem kwasu azotowego do kreski i wymieszać.

Otrzymane roztwory wzorcowe zawierają kolejno:  $2 \cdot 10^{-7}$ ;  $4 \cdot 10^{-7}$ ;  $6 \cdot 10^{-7}$ ;  $8 \cdot 10^{-7}$ ;  $1 \cdot 10^{-6}$  g  $Zn^{2+}$  w 1 cm<sup>3</sup>.

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

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

Przy pracy na spektrofotometrze absorpcji atomowej Pye Unicam SP 90 A ustalić następujące warunki pomiaru:

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

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

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

**5.3.7.4. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego azotanu manganawego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, rozpuścić w wodzie, 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 ( $X_3$ ) w badanym azotanie manganawym obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_5 \cdot V \cdot 100}{m_3} \quad (4)$$

w którym:

$a_5$  — stężenie cynku odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm<sup>3</sup>,

$V$  — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru cm<sup>3</sup>,

$m_3$  — odważka badanego azotanu manganawego, g.

### 5.3.8. Oznaczanie zawartości sodu, wapnia i potasu ( $Na^+$ , $Ca^{2+}$ , $K^+$ )

#### 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

a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84) i (1,11).

b) Woda amoniakalna cz.d.a. (0,91).

c) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a.

d) Rtęć metaliczna cz.d.a.

e) Kwas solny cz.d.a. (1,19).

**5.3.8.3. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego azotanu manganawego rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> wody destylowanej w zlewce pojemności 150 cm<sup>3</sup>, dodać 2 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego (1,84), 1 g chlorowodoru hydroksyloaminy i po dokładnym wymieszaniu dodać powoli kroplami, przy ciągłym mieszaniu, 12 cm<sup>3</sup> wody amoniakalnej. Rozcieńczyć roztwór do objętości 80 cm<sup>3</sup> i przenieść ilościowo do zlewki pojemności 150 cm<sup>3</sup>, na dnie której znajduje się rtęć.

Połączyć obwód prądu: włączyć elektrolizer do sieci.

Jedna elektroda (katoda) połączona z zaciskami elektrolizera, oznaczona znakiem minus (-), powinna stykać się z rtęcią.

Druga elektroda (anoda) połączona z zaciskami elektrolizera, oznaczona 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 h, przy natężeniu prądu ( $I$ ) obliczonym w amperach wg wzoru

$$I = 0,15 \cdot \pi r^2 \quad (5)$$

w którym:

0,15 — gęstość prądu, A/cm<sup>2</sup>,  
 $\pi r^2$  — powierzchnia katody (rtęci), cm<sup>2</sup>.

Podczas elektrolizy należy co pewien czas kontrolować natężenie prądu oraz mieszać przecikiem szklanym roztwór i rtęć. Po zakończonej elektrolizie, roztwór znad rtęci zlać do uprzednio wytrawionej kwasem solnym parownicy kwarcowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>.

Zlewkę i powierzchnię rtęci przemyć wodą, którą należy dołączyć do roztworu. Otrzymany roztwór odparować do sucha na łaźni wodnej, a następnie ostrożnie przepażyć w temperaturze 350°C do całkowitego odparowania soli amonowych. Do pozostałości w parownicy dodać kilka kropli stężonego kwasu solnego, odparować do sucha, a następnie rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> wody destylowanej (1-procentowy roztwór) i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04953 sposobem b), stosując następujące filtry selektywne dla:

sodu (Na) — 59,  
 potasu (K) — 77,  
 wapnia (Ca) — 63.

Zawartość sodu ( $X_4$ ) w badanym azotanie manganawym obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_2 \cdot 100}{m_4} \quad (6)$$

w którym:

$a_2$  — stężenie sodu odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm<sup>3</sup>,

$m_4$  — odważka badanego azotanu manganawego, g.

Zawartość potasu ( $X_5$ ) w badanym azotanie manganawym obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{a_3 \cdot 100}{m_4} \quad (7)$$

w którym:

$a_3$  — stężenie potasu odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm<sup>3</sup>,

$m_4$  — odważka badanego azotanu manganawego, g.

Zawartość wapnia ( $X_6$ ) w badanym azotanie manganawym obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_6 = \frac{a_4 \cdot 100}{m_4} \quad (8)$$

w którym:

$a_4$  — stężenie wapnia odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm<sup>3</sup>,

$m_4$  — odważka badanego azotanu manganawego, g.

**5.3.8.4. Obliczanie sumy zawartości sodu, potasu i wapnia w badanym azotanie manganawym.** Zawartość sodu, potasu i wapnia w badanym azotanie manganawym ( $Y$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

w którym:

$$Y = X_4 + X_5 + X_6 \quad (9)$$

w którym:

$X_4$  — zawartość sodu obliczona wg 5.3.8.3,

$X_5$  — zawartość potasu obliczona wg 5.3.8.3,

$X_6$  — zawartość wapnia obliczona wg 5.3.8.3.

### 5.3.9. Oznaczanie zawartości niklu (Ni<sup>2+</sup>)

#### 5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Octan sodowy cz.d.a.

b) Kwas octowy cz.d.a.

c) Woda siarkowodorowa świeżo przygotowana wg PN-68/C-06500.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Ni<sup>2+</sup>, przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu zawiera 0,01 mg Ni<sup>2+</sup>.

**5.3.9.2. Wykonanie oznaczania.** 0,5 g badanego azotanu manganawego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> wody.

Do 20 cm<sup>3</sup> (0,1 g) tego roztworu pobranego pipetą dodać 2 g octanu sodowego i 10 cm<sup>3</sup> wody siarkowodorowej, po upływie 1 min dodać 5 cm<sup>3</sup> kwasu octowego i wymieszać.

Badany azotan manganawy odpowiada wymaganiom normy, jeśli ściemnienie powstałe w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze od ściemnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Ni<sup>2+</sup>.

**5.3.10. Inne metody oznaczania żelaza oraz metali ciężkich jako sumy ołowiu, miedzi, srebra i niklu metodą spektrograficzną ze ścisłym zachowaniem ustalonych norm parametrów**

#### 5.3.10.1. Aparatura

a) Spektrograf siatkowy dużej dyspersji z możliwością podwójnego przebiegu promieni PGS-2 firmy Zeiss.

b) Generator prądu stałego.

c) Spektroprojektor.

d) Mikrofotometr typu GII firmy Zeiss.

e) Waga torsyjna.

#### 5.3.10.2. Materiały pomocnicze i roztwory

a) Płyty fotograficzne Agfa Gevaert 34 B 50.

b) Elektrody grafitowe produkcji CSRS, typ SU 316, 305, 202.

c) Wywoływacz ID-2 przygotowany przez rozpuszczenie w 1 dm<sup>3</sup> wody destylowanej kolejno następujących ilości odczynników: metolu 2 g, hydrochinonu 8 g, siarczynu sodowego bezwodnego 75 g lub krystalicznego 150 g, węgla sodowego 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 1 dm<sup>3</sup> wody destylowanej 400 g tiosiarczynu sodowego oraz 25 g piosiarczynu potasu.

e) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).

f) Tlenek galu spektralnie cz.

**5.3.10.3. Przygotowanie próbki badanej.** 5,00 g badanego azotanu manganawego umieścić w uprzednio wytrawionej kwasem solnym parownicy kwarcowej, dodać 10 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego, całość odparować do sucha na kuchence elektrycznej z regulacją temperatury, pokrytej płytą grafitową, następnie przepażyć w ciągu 15 min w temperaturze 300°C. Zawartość parownicy przenieść do moździerza agatowego i rozetrzeć w ciągu 5 min. Odważyć 160 mg roztartej próbki, dodać 40 mg tlenku galu, całość ucierać w moździerzu agatowym w ciągu 10 min.

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

Elektrody z próbką badaną przechowywać do momentu wzbudzenia w specjalnej kasecie z pleksi.

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

podwójny przebieg promieni,

kąt skręcenia siatki  $\alpha$  (-5,6),

przerwa analityczna 3 mm,

przesłona pośrednia 3,2 mm,

filtr trójstopniowy o przepuszczalności 10, 50 i 100%,

elektroda z kraterkiem (dolna) SU 305, SU 316 (katoda),

elektroda z zakończeniem stożkowym (górna) SU 202 (anoda),

dla oznaczania ołowiu ekspozycja z elektrod SU 305,

łuk prądu stałego o natężeniu 8 A,

czas ekspozycji — 40 s,

dla oznaczania żelaza, miedzi i srebra ekspozycja z elektrod SU 316,

łuk prądu stałego o natężeniu 9 A,

czas ekspozycji 10 s.

W celu otrzymania dokładniejszych wyników wykonać po trzy ekspozycje próbki badanej 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, posługując się transformowaną skalą zaczerwień P, zaczerwienie następujących linii analitycznych oraz tła obok linii analitycznych przy podanej przepuszczalności filtra.

Długość linii analitycznej, nm	Odległość tła od linii, mm	Przepuszczalność filtra, %
Pb 283,306	0,1 w kierunku fal długich	100
Fe 302,043	0,06 w kierunku fal długich	100
Cu 327,396	0,1 w kierunku fal długich	50

Ag 338,289	0,06 w kierunku fal krótkich	50
Ni 300,36	0,06 w kierunku fal krótkich	100

Wykreślić krzywą zaczerwienia emulsji fotograficznej metodą filtra trójstopniowego w układzie  $P_t / \lg I$ , stosując linię żelaza Fe 283,156 nm i uwzględniając poprawki na przepuszczalność filtra  $P_t$  — zaczerwienia linii analitycznej żelaza 283,156, mierzone przy przepuszczalności filtra 100, 50 i 10%.

$\lg I$  — logarytm przepuszczalności filtra.

Poprawki na przepuszczalność filtra wynoszą:

dla 100% — 100,

dla 50% — 47,8,

dla 10% — 12,4.

Z otrzymanej krzywej zaczerwienia emulsji fotograficznej odczytać odpowiednie logarytmy intensywności dla zmierzonych zaczerwień poszczególnych linii analitycznych oznaczanych pierwiastków oraz odpowiednie logarytmy intensywności tła obok linii analitycznych.

Zawartość żelaza ( $X_7$ ), ołowiu ( $X_8$ ), miedzi ( $X_9$ ), srebra ( $X_{10}$ ) i niklu ( $X_{11}$ ) w badanym azotanie manganawym obliczyć w procentach wg wzoru, np.

$$X_7 = [(\lg I_{I+t} - \lg I_t) - I] \cdot K \quad (10)$$

w którym:

$\lg I_{I+t}$  — logarytm intensywności linii i tła dla poszczególnych oznaczanych pierwiastków,

$\lg I_t$  — logarytm intensywności tła obok linii analitycznej,

$K$  — współczynnik obliczony wg Harveya, wynosi dla:

	cz.d.a.	cz.
Fe	$2,1 \cdot 10^{-4}$	$2,7 \cdot 10^{-4}$
Cu	$1,8 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^{-5}$
Ag	$2,5 \cdot 10^{-5}$	$3,8 \cdot 10^{-5}$
Pb	$1,2 \cdot 10^{-4}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$
Ni	$8,1 \cdot 10^{-4}$	—

**5.3.10.5. Obliczanie zawartości metali ciężkich ( $X_{12}$ )** jako sumy zawartości ołowiu, miedzi i srebra obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_{12} = X_8 + X_9 + X_{10} \quad (11)$$

w którym:

$X_8$  — zawartość ołowiu obliczona wg 5.3.10.4,

$X_9$  — zawartość miedzi obliczona wg 5.3.10.4,

$X_{10}$  — zawartość srebra obliczona wg 5.3.10.4.

K O N I E C

**INFORMACJE DODATKOWE**

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

**2. Dotychczas obowiązujące normy.** Niniejsza norma zastępuje ZN-61/MPCh/N-945.

**3. Normy związane**

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

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

PN-68/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-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 metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwupirydyłu

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 5021-75 Реактивы. Марганец азотнокислый

**5. Symbol wg SWW**

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.