

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	<b>BN-76</b>
	Odczynniki	<b>6193-73</b>
	<b>Octan manganawy</b>	Zamiast PN-53/C-80051
		Grupa katalogowa X 51

## 1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest octan manganawy stosowany jako odczynnik chemiczny. Octan manganawy ma:

- a) wzór ogólny  $Mn(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$   
 b) ciężar cząsteczkowy 245,09

## 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

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

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

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

OCTAN MANGANAWY cz.d.a. BN-76/6193-73

## 3. WYMAGANIA

**3.1. Wymagania ogólne.** Octan manganawy powinien mieć postać białoróżowych kryształów łatwo rozpuszczalnych w wodzie.

### 3.2. Wymagania szczegółowe

Wymagania	Gatunek	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość octanu manganawego ( $Mn(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$ ), %, nie mniej niż	97,0	93,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Siarczanów ( $SO_4^{2-}$ ), %, nie więcej niż	0,005	0,01
d) Chlorków ( $Cl^-$ ), %, nie więcej niż	0,002	0,005
e) Żelaza ( $Fe^{3+}$ ), %, nie więcej niż	0,0015	0,002

cd. tablicy

Wymagania	Gatunek	
	cz.d.a.	cz.
f) Metali ciężkich ( $Pb^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,001	0,002
g) Cynku ( $Zn^{2+}$ ), %, nie więcej niż	0,02	0,05
h) Suma sodu, potasu, wapnia (Na, K, Ca), %, nie więcej niż	0,2	0,5

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Octan manganawy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego pojemności 300 g zamykane nakrętką z tworzywa sztucznego, worki igelitowe i beczki drewniane pojemności 50 kg.

Na życzenie odbiorcy dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaj badań

- a) oznaczanie zawartości octanu manganawego (3.2a),  
 b) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),  
 c) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2c),  
 d) oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),  
 e) oznaczanie zawartości żelaza (3.2e),  
 f) oznaczanie zawartości metali ciężkich (3.2f),  
 g) oznaczanie zawartości cynku (3.2g),  
 h) oznaczanie zawartości sumy sodu, potasu i wapnia (3.2h).

**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.

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)

Srednia próbka laboratoryjna nie powinna być mniejsza niż 200 g.

### 5.3. Opis badań

#### 5.3.1. Oznaczanie zawartości octanu manganawego ( $\text{Mn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )

##### 5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Czerń eriochromowa T, mieszanina — wskaźnika z chlorkiem sodowym cz.d.a.

c) Roztwór buforowy o pH 0,5 ÷ 10 przygotowany wg PN-68/C-04950 p. 2.4.

d) Wersenian dwusodowy cz.d.a. roztwór 0,05 M.

**5.3.1.2. Wykonanie oznaczania.** 0,2500 g badanego octanu manganawego rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> wody w kolbie stożkowej pojemności 300 cm<sup>3</sup>. Do roztworu dodać 5 cm<sup>3</sup> roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, 15 cm<sup>3</sup> roztworu buforowego i 0,1 g mieszaniny wskaźnikowej czerni eriochromowej T.

Miareczkować 0,05 M roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany zabarwienia czerwono-fioletowego na niebieskie.

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

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,012254 \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

$V_1$  — objętość ściśle 0,05 M roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm<sup>3</sup>,

0,012254 — ilość octanu manganawego odpowiadająca 1 cm<sup>3</sup> roztworu ściśle 0,05 M roztworu wersenianu dwusodowego,

$m_1$  — odważka badanego preparatu, g.

**5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie.** 20,00 g badanego octanu manganawego rozpuścić w 200 cm<sup>3</sup> wody zakwaszonej 1 cm<sup>3</sup>  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (96%). Zlewkę z roztworem przykryć szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać w ciągu 1 godz na wrzącej łaźni wodnej. Następnie roztwór przesączyć przez wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g szklany tygiel do sączenia  $G_4$ . Pozostałość na tyglu przemyć 100 cm<sup>3</sup> wody, wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy i zważyć.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie ( $X_2$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_1 \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

$a_1$  — masa wysuszonej pozostałości, g,

$m_2$  — odważka badanego octanu manganawego, g.

#### 5.3.3. Oznaczanie zawartości siarczanów ( $\text{SO}_4^{2-}$ )

**5.3.3.1. Odczynniki i roztwory** przygotowane wg PN-68/C-04519 p. 2.3.

**5.3.3.2. Wykonanie oznaczania.** 2,00 g badanego octanu manganawego rozpuścić w 46 cm<sup>3</sup> wody w kolbie stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3.

Badany octan manganawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w roztworze badanym po upływie 15 min nie jest intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego jednocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz

dla odczynnika cz.d.a. — 0,1 mg  $\text{SO}_4^{2-}$

dla odczynnika cz. — 0,2 mg  $\text{SO}_4^{2-}$

#### 5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków ( $\text{Cl}^-$ )

**5.3.4.1. Odczynniki i roztwory** przygotowane wg PN-68/C-04518 p. 2.3.

**5.3.4.2. Wykonanie oznaczania.** 1,00 g badanego octanu manganawego rozpuścić w 15 cm<sup>3</sup> wody w kolbie stożkowej pojemności 50 cm<sup>3</sup> i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518 p. 2.4 sposób A.

Badany octan manganawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w roztworze badanym po upływie 10 min nie jest intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego jednocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynnika oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg  $\text{Cl}^-$ ,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg  $\text{Cl}^-$ .

#### 5.3.5. Oznaczanie zawartości żelaza ( $\text{Fe}^{3+}$ )

**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** 2,00 g badanego octanu manganawego umieścić w zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup>, dodać 20 cm<sup>3</sup> wody i 2 cm<sup>3</sup> kwasu solnego. Dalej 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 nm.

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

Zawartość żelaza ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_2 \cdot 100 \cdot 100}{m_3 \cdot 1000} = \frac{a_2 \cdot 10000}{m_3 \cdot 1000} = \frac{a_2 \cdot 10}{m_3}$$

w którym:

$a_2$  — zawartość żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, mg/cm<sup>3</sup>,

$m_3$  — odważka badanego produktu.

Dopuszcza się zakończenie oznaczania metodą wizualną.

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

#### 5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Roztwór octanu manganawego wolnego od metali ciężkich przygotowany w następujący sposób.

20,00 g octanu manganawego rozpuścić w 100 cm<sup>3</sup> wody zakwaszonej 4 cm<sup>3</sup> kwasu octowego lodowatego.

Roztwór rozcieńczyć do objętości 120 cm<sup>3</sup> ogrzać do temperatury 80°C wysycić siarkowodem i odstawić na 24 godz. Po opadnięciu osadu ciecz odsączyć.

**5.3.6.2. Wykonanie oznaczania.** 5,00 g badanego octanu manganawego rozpuścić w 30 cm<sup>3</sup> wody w kolbie stożkowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04515 p. 2.5.1. Badany octan manganawy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w roztworze badanym po upływie 10÷15 min nie jest intensywniejsze od zabarwienia roztworem porównawczego, przygotowanego jednocześnie, a zawierającego 30 cm<sup>3</sup> roztworu octanu manganawego wolnego od metali ciężkich, te same ilości odczynników oraz

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg Pb<sup>2+</sup>,  
dla odczynnika cz. — 0,1 mg Pb<sup>2+</sup>.

### 5.3.7. Oznaczanie zawartości cynku (Zn<sup>2+</sup>)

#### 5.3.7.1. Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej Pye Unicam typ SP90A 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 0,001 N 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 uzupełnić wodą w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup> oraz rozcieńczyć 0,001 N kwasem azotowym w stosunku 1+99. Otrzymany roztwór wzorcowy zawiera 1·10<sup>-5</sup> g Zn<sup>2+</sup>/cm<sup>3</sup>.

**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> rozcieńczonego roztworu wzorcowego, uzupełnić objętość roztworów 0,001 N kwasem azotowym do kreski i wymieszać. Otrzymane roztwory wzorcowe zawierają: 2·10<sup>-7</sup>, 4·10<sup>-7</sup>, 6·10<sup>-7</sup>, 8·10<sup>-7</sup>, 1·10<sup>-6</sup> g Zn<sup>2+</sup>/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 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	213,9 nm,
szerokość szczeliny	0,1 mm,
natężenie prądu	3 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.** 0,5 g badanego octanu manganawego rozpuścić w wodzie w kolbie miarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, 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 octanie manganawym obliczyć w procentach (X)<sub>4</sub> z wzoru

$$X_4 = \frac{a_3 \cdot 100 \cdot 100}{m_4}$$

w którym:

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

$m_4$  — odważka badanego octanu manganawego, g (0,5 g).

### 5.3.8. Oznaczanie zawartości 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 octanu manganawego umieścić w zlewce pojemności 150 cm<sup>3</sup>, dodać 20 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego 1,11, podgrzać i utrzymać w stanie wrzenia przez 10 min, następnie oziębić, dodać 30 cm<sup>3</sup> wody, 1 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego 1,84, 1 g chlorowodoru hydroksyloaminy, po wymieszaniu dodać powoli 12 cm<sup>3</sup> wody amoniakalnej, a następnie rozcieńczyć roztwór wodą do objętości 80 cm<sup>3</sup>. Otrzymany roztwór przenieść ilościowo do zlewki pojemności 150 cm<sup>3</sup>, na dnie której znajduje się rtęć. Połączyć obwód prądu, włączyć elektrolizer do sieci. Jedną elektrodę (katodę) połączoną z zaciskami elektrolizera oznaczonymi znakiem minus (—) powinna stykać się z rtęcią. Druga elektroda (anoda) połączona z dodatnim zaciskiem elektrolizera (+) 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

$$I = 0,5 \pi r^2$$

w którym:

- 0,15 — gęstość prądu wyrażona, 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 oraz rtęć.

Po zakończonej elektrolizie roztwór znad katody zlać do uprzednio wytrawionej kwasem solnym parownicy kwarcowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>. Zlewki 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 cm<sup>3</sup> wody (1-procentowy roztwór) i wykonać oznaczenie sodu, potasu i wapnia wg PN-68/C-04953 sposobem B, stosując następujące filtry selektywne dla:

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

Zawartość sodu ( $X_5$ ) w badanym octanie manganawym obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{a_4 \cdot 100 \cdot V_2}{m_5}$$

w którym:

- $a_4$  — stężenie sodu odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm<sup>3</sup>,  
 $m_5$  — odważka badanego octanu manganawego, g (1 g),  
 $V_2$  — objętość roztworu badanego octanu manganawego, cm<sup>3</sup> (100 cm<sup>3</sup>).

Zawartość potasu ( $X_6$ ) w badanym octanie manganawym obliczyć w procentach ze wzoru

$$X_6 = \frac{a_5 \cdot 100 \cdot V_2}{m_5}$$

w którym:

- $a_5$  — stężenie potasu odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm<sup>3</sup>,  
 $m_5$  — odważka badanego octanu manganawego, g (1 g),  
 $V_2$  — objętość roztworu badanego octanu manganawego, cm<sup>3</sup> (100 cm<sup>3</sup>).

Zawartość wapnia ( $X_7$ ) w badanym octanie manganawym obliczyć w procentach ze wzoru

$$X_7 = \frac{a_6 \cdot 100 \cdot V_2}{m_5}$$

w którym:

- $a_6$  — stężenie wapnia odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm<sup>3</sup>,  
 $m_5$  — odważka badanego węglanu manganawego, g (1 g),  
 $V_2$  — objętość roztworu badanego octanu manganawego, cm<sup>3</sup> (100 cm<sup>3</sup>).

**5.3.8.4. Obliczanie sumy zawartości sodu, potasu i wapnia w badanym octanie manganawym.** Sumę potasu, sodu i wapnia obliczyć w procentach wg wzoru

$$Y = X_5 + X_6 + X_7$$

w którym:

- $X_5$  — 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. Inne metody. Oznaczanie zawartości żelaza, metali ciężkich (jako sumy ołowiu, miedzi i srebra) i niklu metodą spektralną, z ścisłym zachowaniem ustalonych norm parametrów oznaczania**

#### 5.3.9.1. Aparatura

- Spektrograf siatkowy dużej dyspersji z możliwością podwójnego przebiegu promieni PGS-2 firmy Zeiss.
- Generator prądu stałego.
- Spektroprojektor.
- Mikrofotometr typu GII firmy Zeissa.
- Waga torsyjna.

### 5.3.9.2. Materiały pomocnicze i roztwory

a) Płyty fotograficzne Agfa Gevaert 34 B 50.

b) Elektrody grafitowe spektralnie czyste produkcji CSRS typu SU 305, SU 316 i SU 202.

c) Wywoływacz ID-2 przygotowany przez rozpuszczenie w 1000 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> wody destylowanej 400 g tiosiarczanu sodowego oraz 25 g pirosiarczynu potasu.

**5.3.9.3. Przygotowanie próbki badanej.** Około 1,0000 g badanego octanu manganawego umieścić w uprzednio wyprażonej do stałej masy w temperaturze 300°C parownicy kwarcowej i przepażyć przez około 30 min w temperaturze 300°C, oziębić w eksykatorze, zważyć i obliczyć stosunek (*b*) masy octanu manganawego przed prażeniem (*G*<sub>1</sub>) do masy otrzymanego po wyprażeniu tlenku manganawego (*G*<sub>2</sub>)

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

Po zważeniu rozetrzeć w ciągu około 5 min i odważyć na wadze torsyjnej 160 mg, przenieść do moździerza agatowego dodać 40 mg Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> i ucierać w ciągu 10 min.

**5.3.9.4. Wykonanie oznaczania.** Odważyć po 30 mg otrzymanej w 5.3.9.3 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 0,02 mm,  
filtr trójstopniowy o przepuszczalności 10; 50 i 100%,  
elektrody z kraterkiem (dolna) katoda,  
elektroda z zakończeniem stożkowym (górna) anoda.

Do oznaczania żelaza, niklu, miedzi, srebra — czas ekspozycji 100 s z elektrod SU 316.

Do oznaczania ołowiu — czas ekspozycji 40 s z elektrod SU 305. W celu otrzymania dokładniejszych wyników wykonać 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 zaczerwienienie następujących linii analitycznych oraz tła obok linii analitycznych przy podanej przepuszczalności filtra.

Długość linii analitycznej, A	Odległość tła linii, mm	Przepuszczalność filtra, %
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 zaczerwienienia płyty fotograficznej metodą filtra trójstopniowego w układzie PL/lg I stosując linię żelaza Fe 2831,56 PL — zaczerwienienie linii żelaza 2831,56 mierzone przy przepuszczalności filtra 10, 50, 100%

lg I — logarytm z przepuszczalności filtra

Z otrzymanej krzywej zaczerwienienia płyty fotograficznej odczytać odpowiednie logarytmy intensywności dla zmierzonych zaczerwienień poszczególnych linii analitycznych oznaczanych pierwiastków oraz odpowiednie logarytmy intensywności tła obok linii analitycznych. Odczytać z tablic logarytmicznych odpowiednie cologarytmy.

**5.3.9.5. Obliczenie zawartości ołowiu (*X*<sub>1</sub>) miedzi (*X*<sub>2</sub>) srebra (*X*<sub>3</sub>) żelaza (*X*<sub>4</sub>) niklu (*X*<sub>5</sub>) w procentach w badanym octanie manganawym wg wzoru**

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

w którym:

*I*<sub>L+T</sub> — intensywność linii i tła dla poszczególnych oznaczanych pierwiastków; jest to cologarytm wartości odczytanej z krzywej zaczerwienienia płyty fotograficznej dla zmierzonego w 5.3.9.4 zaczerwienienia linii analitycznych,

*I*<sub>T</sub> — intensywność tła obok linii analitycznej,

*b* — stosunek mas obliczonych w 5.3.9.3,

*K* — współczynnik obliczony wg Harveya i wynosi dla:

Pb	2,3 · 10 <sup>-4</sup>	Fe	3,5 · 10 <sup>-4</sup>
Cu	2,92 · 10 <sup>-5</sup>	Ni	7,70 · 10 <sup>-4</sup>
Ag	3,28 · 10 <sup>-5</sup>		

**5.3.9.6. Obliczanie sumy metali ciężkich (Cu, Pb, Ag) w badanym octanie manganawym.** Zawartość metali ciężkich w badanym octanie manganawym obliczyć w procentach (Y) ze wzoru

$$Y = X_1 + X_2 + X_3$$

w którym:

$X_1$  — zawartość ołowiu obliczona w 5.3.9.6,

$X_2$  — zawartość miedzi obliczona w 5.3.9.6,

$X_3$  — zawartość srebra obliczona w 5.3.9.6.

KONIEC

#### INFORMACJE DODATKOWE

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

**2. Istotne zmiany w stosunku do PN-53/C-80051**

a) wprowadzono nowe metody oznaczeń zawartości octanu manganawego żelaza, cynku i metali alkalicznych,

b) zaostrzono wymagania zawartości octanu manganawego, chlorków w gatunku czystym,

c) wprowadzono oznaczenie sumy sodu, potasu i wapnia zamiast metali alkalicznych.

**3. Normy związane**

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

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

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

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

wartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

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

PN-76/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczenie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2-dwupirydyli

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 do kolorymetrii i nefelometrii

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