

HUTNICTWO METALI NIEŻELAZNYCH	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-86
	Analiza chemiczna rud i odpadów cynkowo-ołowiowych	0818-01/05
	Oznaczanie zawartości kadmu	Grupa katalogowa 0139

## 1 METODA POLAROGRAFICZNA

**1.1 Zasada oznaczania** — rozpuszczenie próbki w kwasach i polarograficzne oznaczanie kadmu w amoniakalnym roztworze chlorku amonowego w zakresie potencjałów od minus 0,4 do minus 0,8 V

### 1.2 Odczynniki i roztwory

- Kwas solny (1,18)
- Kwas azotowy (1,4)
- Kwas siarkowy (1,83) i roztwór 1+1
- Mieszanina kwasu azotowego (1,4) i solnego (1 18) w stosunku 1 3
- Amoniak (0 91)
- Zelatyna lub klej stolarski, roztwór 1%(m/V)
- Chlorek amonowy, roztwór 10%(m/V)
- Siarczyny sodowy, roztwór nasycony
  - Tiosiarczan sodowy, roztwór 10%(m/V)
  - Nadtlenek wodoru, roztwór 3%(V/V)
- Wzorcowe roztwory kadmu

**Roztwór A** 1,000 g kadmu o zawartości minimum 99,99% Cd w postaci drobnych wiórków umieścić w zlewce pojemności 250 cm<sup>3</sup> i rozpuścić lekko ogrzewając w 20 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu azotowego (1+1) Po rozpuszczeniu roztwór zagęścić pod szkiełkiem zegarkowym do objętości 2 – 3 cm<sup>3</sup>, ochłodzić, dodać 10 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i ostrożnie odparować do sucha Ochłodzić i zawartość zlewki rozpuścić w 50 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu solnego (1+19) Po rozpuszczeniu roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, uzupełnić roztworem kwasu solnego (1+19) do kreski i wymieszać

1 cm<sup>3</sup> roztworu A zawiera 1 mg kadmu

**Roztwór B** 100 cm<sup>3</sup> roztworu A przenieść do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm<sup>3</sup>, uzupełnić roztworem kwasu solnego (1+19) do kreski i wymieszać

1 cm<sup>3</sup> roztworu B zawiera 0,1 mg kadmu

### 1.3 Aparatura — polarograf z pełnym wyposażeniem

### 1.4 Wykonanie oznaczania

**a) Przebieg analizy dla materiałów, w których stosunek zawartości miedzi do kadmu nie przekracza 10 1** Do dwóch zlewek pojemności 250 cm<sup>3</sup> odważyć po 5 g próbki i zwilżyć wodą Do jednej próbki dodać za pomocą

miary mikrobiurety 1 – 10 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego B w ilości odpowiadającej zawartości kadmu w próbce Do obu zlewek dodać po 35 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i pozwoli ogrzewać przez 10 – 15 min Następnie dodać po 15 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego, nadal ogrzewać do zupełnego rozpuszczenia próbki i ostrożnie odparować roztwór do sucha Do suchej pozostałości w zlewkach dodać po 5 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, 50 cm<sup>3</sup> wody i ogrzewać do całkowitego rozpuszczenia soli Po ochłodzeniu roztwory przenieść do kolb pomiarowych pojemności 250 cm<sup>3</sup>, dodać po 10 cm<sup>3</sup> amoniaku, 5 g siarczyny sodowej, 2 cm<sup>3</sup> roztworu zelatyny lub kleju stolarskiego ostudzić, dodać 20 cm<sup>3</sup> roztworu chlorku amonowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać Odstawić na 30 min Roztwór znad osadu zlać do naczynek polarograficznych i wykonać pomiar w zakresie potencjałów od minus 0,5 do minus 0,8 V, przy odpowiednio dobranej czułości aparatu

**b) Przebieg analizy dla materiałów, w których stosunek zawartości miedzi do kadmu jest wyższy od 10 1** Do dwóch zlewek pojemności 250 cm<sup>3</sup> odważyć po 5 g próbki i zwilżyć wodą Do jednej próbki dodać za pomocą mikrobiurety 1 – 10 cm<sup>3</sup> roztworu wzorcowego, w ilości odpowiadającej zawartości kadmu w próbce Do każdej zlewki dodać 40 cm<sup>3</sup> mieszaniny kwasów, odparować do małej objętości, ostudzić, dodać 20 cm<sup>3</sup> roztworu kwasu siarkowego i odparować do sucha Do pozostałości dodać po 200 cm<sup>3</sup> wody i 10 cm<sup>3</sup> kwasu siarkowego, po czym zagotować Do wrzących roztworów dodawać powoli, stale mieszając, roztwór tiosiarczynu sodowego, początkowo do zredukowania zelaza, a następnie 10 cm<sup>3</sup> nadmiaru w celu wytrącenia miedzi Roztwory utrzymywać w stanie wrzenia aż do całkowitego skoagulowania osadu Osad odsączyć i przemyć kilkakrotnie gorącą wodą Przesącze odparować do objętości około 30 cm<sup>3</sup>, dodać po 10 cm<sup>3</sup> roztworu nadtlenku wodoru i wygotować nadmiar tlenu Roztwory ostudzić, rozcieńczyć wodą do objętości 40 – 50 cm<sup>3</sup> i po ochłodzeniu przenieść wraz z osadem do kolb pomiarowych pojemności 250 cm<sup>3</sup> Dalej postępować wg 1.4a)

X

Zgłoszona przez Instytut Metali Nieżelaznych  
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Metali Nieżelaznych dnia 9 grudnia 1986 r  
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1987 r  
(Dz Norm i Miar nr 3/1987 poz 10)

**1 5 Obliczanie wyników** Zawartosc kadmu ( $X$ ) obliczyc w procentach wg wzoru

$$X = \frac{h \cdot m_1}{(H - h) \cdot m} \cdot 100 \quad (1)$$

w ktorym

$h$  — wysokosc fali badanego roztworu, mm,

$m_1$  — zawartosc kadmu w badanym roztworze wzorcowym, g,

$H$  — wysokosc fali badanego roztworu z dodatkiem wzorcowego roztworu kadmu, mm,

$m$  — odwazka probki, g

**1 6 Dopuszczalne roznicze** między wynikami rownoległych oznaczan przy zawartosci kadmu

od 0 002 do 0,005%	—	0,001%,
powyzej 0,005 do 0,01%	—	0,002%,
powyzej 0,01 do 0,05%	—	0,004%,
powyzej 0,05 do 0,1%	—	0,010%,
powyzej 0,1 do 0,5%	—	0,020%,
powyzej 0,5%	—	0,05%

## 2 METODA ABSORPCJI ATOMOWEJ

**2 1 Zasada oznaczania** — rozpuszczenie probki w kwasach i pomiar absorpcji atomowej kadmu przy fali rezonansowej o dlugosci 228,8 nm

### 2 2 Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,18)

b) Kwas azotowy (1,4)

c) Wzorcowe roztwory kadmu

**Roztwor A** 0,100 g kadmu o zawartosci minimum 99,99% Cd w postaci drobnych wiorkow umiescic w zlewce pojemnosc 250 cm<sup>3</sup> i rozpuscic lekko ogrzewajac w 15 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i 5 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego, odparowac do sucha, dodac 10 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i ponownie odparowac do sucha. Suchą pozostałosc rozpuscic na goraco w 10 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, odparowac do wilgotnej pozostałosci, dodac 20 cm<sup>3</sup> wody, ostudzic, przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosc 1000 cm<sup>3</sup>, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac

1 cm<sup>3</sup> roztworu A zawiera 0,1 mg Cd

**Roztwor B** 50 cm<sup>3</sup> roztworu A przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosc 250 cm<sup>3</sup>, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac

1 cm<sup>3</sup> roztworu B zawiera 0,02 mg Cd

**2 3 Aparatura** — spektrometr do absorpcji atomowej ze zrodłem promieniowania charakterystycznego dla kadmu, płomien acetylen-powietrze

## 2 4 Wykonanie oznaczania

**2 4 1 Przygotowanie krzywej wzorcowej** Do osmiu kolb pomiarowych pojemnosc 100 cm<sup>3</sup> odmierzyc 0, 2,0, 4,0 i 5,0 cm<sup>3</sup> wzorcowego roztworu B oraz 2,0, 3,0, 4,0 i 5,0 wzorcowego roztworu A. Do kazdej kolby dodac po 2 cm<sup>3</sup> kwasu solnego, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac. Zmierzyc absorpcję atomową kadmu bezposrednio przed i po pomiarze absorpcji roztworow badanych

**2 4 2 Przebieg analizy** W zalezności od spodziewanej zawartosci kadmu odwazyc probkę o masie wg tablicy, umiescic w zlewce pojemnosc 400 cm<sup>3</sup>, dodac 15 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i ogrzewac przez 10 min, dodac 5 cm<sup>3</sup> kwasu azotowego, odparowac do sucha, dodac 20 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i ponownie odparowac do sucha. Następnie dodac 10 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i odparowac do wilgotnej pozostałosci, dodac 2 cm<sup>3</sup> kwasu solnego i 20 cm<sup>3</sup> wody, ostudzic, przeniesc do kolby pomiarowej pojemnosc 100 cm<sup>3</sup>, uzupełnic wodą do kreski i wymieszac. W zalezności od spodziewanej zawartosci kadmu w probce stosowac rozne rozcienczenia wg tablicy

Zawartosc kadmu %	Odwazka probki	Rozcienczenie roztworu probki cm <sup>3</sup>
od 0 005 do 0 02	1 0	całosc
powyzej 0 02 do 0 1	0 5	całosc
powyzej 0 1 do 0 5	0 5	10/100

**2 5 Obliczanie wyników** Zawartosc kadmu ( $X$ ) obliczyc w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(c - c_1) \cdot V}{10000 \cdot m} \cdot 100 \quad (2)$$

w ktorym

$c$  — stężenie kadmu w roztworze probki badanej, μg/cm<sup>3</sup>,

$c_1$  — stężenie kadmu w roztworze slepej proby, μg/cm<sup>3</sup>,

$V$  — objętosć roztworu probki, cm<sup>3</sup>,

$m$  — odwazka probki odpowiadajaca pobranej części roztworu, g

**2 6 Dopuszczalne roznicze** między wynikami rownoległych oznaczan przy zawartosci kadmu

od 0,005 do 0,01% — 0,002%,

powyzej 0,01 do 0,05% — 0,003%,

powyzej 0,05 do 0,10% — 0,010%,

powyzej 0,10 do 0,50% — 0,015%

K O N I E C

## INFORMACJE DODATKOWE

1 Instytucja opracowujaca norme — Instytut Metali Niezaleznych Gliwice

2 Istotne zmiany w stosunku do ZN-72/MPC-MN-02832 Dodano metode absorpcji atomowej. Dotychczas obowiazujaca ZN 72/MPC MN-02832 zostaje uniewazniona z dniem 1 lipca 1987 r

3 Autorzy projektu normy — mgr K Zdybiewska mgr M Wojcik — Zakłady Gorniczo-Hutnicze ORZEŁ BIAŁY Piekary Śląskie