

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-78 6191-161
	Odczynniki Węglan kadmowy	
	Grupa katalogowa X 51	

1. WSTĘP**Tablica 1**

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest węglan kadmowy stosowany jako odczynnik chemiczny.

Węglan kadmowy ma:

- a) wzór chemiczny — CdCO_3 ,
- b) masa cząsteczkowa — 172,42.

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 w normie ustala się dwa gatunki węglanu kadmowego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia węglanu kadmowego czystego do analizy

WĘGLAN KADMOWY cz.d.a.
BN-78/6191-161

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Węglan kadmowy powinien mieć postać białego proszku nierozpuszczalnego w wodzie, alkoholu i eterze, łatwo rozpuszczalnego w kwasach.

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

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość węglanu kadmowego (CdCO_3), %, nie mniej niż	98	97
b) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym, %, nie więcej niż	0,01	0,02
c) Zawartość chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,01	0,03
d) Zawartość siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,01	0,02
e) Zawartość azotu całkowitego (N^+), %, nie więcej niż	0,1	0,1
f) Zawartość żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,003	0,01
g) Zawartość miedzi (Cu^{2+}), %, nie więcej niż	0,004	0,01
h) Zawartość ołowiu (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,02	0,05
i) Zawartość cynku (Zn^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	0,01
j) Zawartość sodu, potasu i wapnia (Na^+ , K^+ i Ca^{2+}), %, nie więcej niż	0,02	0,07
k) Zawartość arsenu (As^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	nie normalizuje się

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne

Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne dnia 26 września 1978 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1979 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 21/1978 poz. 94)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Węglan kadmowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001. Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego, zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego.

Masa opakowań netto: dla produktu cz.d.a. — 100 g, 250 g, 500 g, 1000 g.

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowań, jeżeli przeprowadzone próby wykażą, że zabezpieczono produkt, w sposób nie gorszy od podanych opakowań.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie zawartości węgla kadmowego (3.2a),
- oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym (3.2b),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),
- oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),
- oznaczanie azotu całkowitego (3.2e),
- oznaczanie żelaza (3.2f),
- oznaczanie miedzi (3.2g),
- oznaczanie ołowiu (3.2h),
- oznaczanie zawartości cynku (3.2i),
- oznaczanie zawartości sodu, potasu i wapnia (3.2j),
- oznaczanie zawartości arsenu (3.2k).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek odczynnika cz.d.a. należy stosować PN-70/C-80047. Przy pobieraniu próbek odczynnika w gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- wielkość partii 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej 200 g,
- liczbę próbek jednostkowych wg tabl. 2,
- wielkość próbki ogólnej równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,
- wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 400 g.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
ponad 100	10

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości węgla kadmowego (CdCO₃)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04950 p. 2.4.

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 0,2400 ÷ 0,2700 g badanego węgla kadmowego rozpuścić w 10 cm³ kwasu azotowego (1,15) i odparować do sucha na kuchence elektrycznej, następnie pozostałość rozpuścić w 50 cm³ wody, dodać 0,5 cm³ kwasu azotowego (1,15) i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04950 p. 2.12.

Zawartość węgla kadmowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,008621 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

- V — objętość ściśle 0,05M wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
 0,008621 — ilość węgla kadmowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego, g,
 m — odważka badanego węgla kadmowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym. 50,00 g badanego węgla kadmowego zwilżyć 30 ÷ 35 cm³ wody w zlewce pojemności 800 cm³. Przykryć zlewkę szkiełkiem zegarkowym tak, aby pozostała wąska szczelina, przez którą wlewa się ostrożnie małymi porcjami 150 cm³ kwasu solnego (1,12). Po zakończeniu burzliwej reakcji wykonać oznaczenie wg PN-54/C-04517.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w kwasie solnym (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (2)$$

w którym:

- m₁ — masa wysuszonej pozostałości, g,
 m — odważka badanego węgla kadmowego, g.

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. 0,50 g badanego węgla kadmowego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 50 cm³, zwilżyć 2 ÷ 3 cm³ wody i rozpuścić w 2 cm³ kwasu azotowego cz.d.a. (1,15).

Następnie rozcieńczyć wodą do 30 cm³ i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4, sposób A.

Badany węglan kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli opalizacja powstała w badanym roztworze po upływie 10 min nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości

odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. — 0,15 mg Cl^- .

5.3.4. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-})

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

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu kadmowego rozpuścić w 5 cm^3 kwasu solnego (1,12), rozcieńczyć wodą do objętości 20 cm^3 i dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3, sposób A.

Badany węglan kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zmętnienie powstałe w badanym roztworze po upływie 30 min nie będzie większe od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,1 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. — 0,2 mg SO_4^{2-} .

5.3.5. Oznaczanie zawartości azotu całkowitego (N^+)

5.3.5.1. Aparatura — wg PN-68/C-04527 p. 2.4.1.

5.3.5.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04527 p. 2.4.2.

5.3.5.3. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu kadmowego rozpuścić w 50 cm^3 kwasu solnego (1,12) w kolbie aparatu destylacyjnego, dodać 100 cm^3 wody i 1 g stopu Dewarda i dalej oznaczanie wykonać wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Badany węglan kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółtobrazowe zabarwienie roztworu badanego po upływie 5 min nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 1 mg N^+ ,

dla odczynnika cz. — 1 mg N^+ .

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

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

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

b) Kwas sulfosalicylowy, 10-procentowy roztwór,

c) Amoniak cz.d.a., 10-procentowy roztwór wodny,

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 1:99. 1 cm^3 rozcieńzonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 0,50 g badanego węglanu kadmowego umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 cm^3 , zwilżyć 3 cm^3 wody, dodać ostrożnie 1 cm^3 kwasu solnego i mieszać do rozpuszczenia się preparatu. Do roztworu do-

dać 20 cm^3 wody, 2 cm^3 kwasu sulfosalicylowego, wymieszać po czym dodać 5 cm^3 roztworu amoniaku.

Badany węglan kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli żółte zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,015 mg Fe^{3+} ,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Fe^{3+} .

5.3.7. Oznaczanie zawartości miedzi (Cu^{2+})

5.3.7.1. Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa miedziowa z katodą wnątkową.

5.3.7.2. Odczynniki i roztwory

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

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-06500, rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 cm^3 rozcieńzonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g Cu^{2+} .

5.3.7.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu.

Miedź należy oznaczać przy długości fali 324,7 nm. Przygotowanie przyrządu do oznaczania należy wykonać zgodnie z instrukcją obsługi.

Optymalne warunki pomiaru absorbancji miedzi dla spektrofotometrii Pye Unicam SP 90 A wynoszą:

szerokość szczeliny 0,08 mm,
natężenie prądu lampy 4 mA,
wysokość strefy pomiarowej 6 mm,
przepływ powietrza 5 l/min,
przepływ acetylenu 1,0 l/min.

5.3.7.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 50 cm^3 odmierzyć kolejno 1, 2, 4 i 6 cm^3 rozcieńzonego roztworu wzorcowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Stężenie miedzi w poszczególnych kolbach wynosi: $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $8 \cdot 10^{-7}$ i $1,2 \cdot 10^{-6}$ g $\text{Cu}^{2+}/\text{cm}^3$.

Zmierzyć absorbancję sporządzonych roztworów, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.7.5. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu kadmowego zwilżyć wodą, dodać 1 cm^3 kwasu azotowego i po rozpuszczeniu uzupełnić wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm^3 (roztwór A). Zmierzyć absorbancję roztworu.

Z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość miedzi.

Zawartość miedzi (X_2) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot V \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

- a — stężenie miedzi odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm³,
- V — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, cm³,
- m — odważka badanego węglanu kadmowego, g.

5.3.8. Oznaczanie zawartości ołowiu (Pb²⁺)

5.3.8.1. Aparatura

- a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.
- b) Lampa ołowiowa z katodą wnąkową.

5.3.8.2. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb²⁺, przygotowany wg PN-68/C-06500, rozcieńczony wodą w stosunku 10:90. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 1·10⁻⁴ g Pb²⁺.

5.3.8.3. Warunki fotometrycznego oznaczania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu. Ołów należy oznaczać przy długości fali 217,0 nm. Przygotowanie przyrządu do oznaczania należy wykonać zgodnie z instrukcją obsługi przyrządu.

Optymalne warunki pomiaru absorbancji ołowiu dla spektrofotometru Pye Unicam SP 90 A: szerokość szczeliny 0,1 mm, przepływ powietrza 5 l/min, przepływ acetyleny 1,4 l/min, natężenie prądu lampy 4 mA, wysokość strefy pomiarowej 4 mm.

5.3.8.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno: 0,5, 1,0, 2,0, 4,0 i 5 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego ołowiu, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Stężenie ołowiu w poszczególnych kolbach wynosi: 5·10⁻⁷, 1·10⁻⁶, 2·10⁻⁶, 4·10⁻⁶, 5·10⁻⁶ g Pb²⁺/cm³.

Zmierzyć absorbancję sporządzonych roztworów, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.8.5. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję roztworu A przygotowanego wg 5.3.7.5, przy długości fali 217 nm i obliczyć zawartość ołowiu (X_3) w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{a \cdot V \cdot 100}{m} \quad (4)$$

w którym:

- a — ilość ołowiu odczytana z krzywej wzorcowej, g/cm³,

V — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, cm³,

m — odważka badanego węglanu kadmowego, g.

5.3.9. Oznaczanie zawartości cynku (Zn²⁺)

5.3.9.1. Aparatura

- a) Spektrofotometr absorpcji atomowej Pye Unicam typ SP 90 A seria 2 lub inny spektrofotometr absorpcji atomowej.
- b) Lampa cynkowa z katodą wnąkową.
- c) Palnik acetylenowy ze szczeliną długości 10 cm.

5.3.9.2. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15) i 0,001N roztwór.
- b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Zn²⁺, przygotowany w następujący sposób: 1,2446 g ZnO (złota pieczęć) rozpuścić w 10 cm³ kwasu azotowego (1,15), przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³, rozcieńczyć wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu zawiera 0,001 g Zn²⁺. Roztwór rozcieńczyć w stosunku 1:99 0,001N roztworem kwasu azotowego. 1 cm³ otrzymanego roztworu wzorcowego zawiera 1·10⁻⁵ g Zn²⁺.

5.3.9.3. Przygotowanie skali wzorcowej i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ wprowadzić kolejno 2, 4, 6, 8 i 10 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego cynku, uzupełnić objętość roztworów 0,001N roztworem kwasu azotowego do kreski i wymieszać. Otrzymane roztwory zawierają: 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 i z otrzymanych pomiarów sporządzić krzywą wzorcową zależności absorbancji od stężenia cynku w g/cm³.

Ustalić następujące warunki pomiaru:

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

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

5.3.9.4. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu kadmowego zwilżyć wodą, dodać 5 cm³ kwasu azotowego (1,15) i po rozpuszczeniu uzupełnić wodą do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³. Otrzymany roztwór wprowadzić do płomienia palnika w warunkach iden-

tycznych 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 (X_4) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_4 = \frac{a \cdot V \cdot 100}{m} \quad (5)$$

w którym:

a — stężenie cynku odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm³,

V — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, cm³,

m — odważka badanego węglanu kadmowego, g.

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

5.3.10.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-68/C-04953 p. 2.3.

5.3.10.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-04953 p. 2.4.

5.3.10.3. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu kadmowego zwilżyć wodą, dodać 5 cm³ kwasu azotowego (1,15), przenieść ilościowo

do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04953 p. 2.7.

5.3.11. Oznaczanie zawartości arsenu (As^{3+})

5.3.11.1. Aparatura i przyrządy — wg PN-75/C-04511 p. 2.2.

5.3.11.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-75/C-04511 p. 2.3.

5.3.11.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej wg PN-75/C-04511 p. 2.5.

5.3.11.4. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego węglanu kadmowego rozpuścić w 5 cm³ kwasu solnego (1,12), rozcieńczyć wodą do objętości 20 cm³ i wykonać oznaczanie wg PN-75/C-04511 p. 2b).

Zawartość arsenu (X_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{a \cdot 100}{m \cdot 1000} = \frac{a}{m \cdot 10} \quad (6)$$

w którym:

a — zawartość arsenu odczytana z krzywej wzorcowej, g,

m — odważka badanego węglanu kadmowego, g.

Dopuszcza się oznaczanie zawartości arsenu wg Farmakopei Polskiej.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Dotychczasowe normy. Niniejsza norma zastępuje ZN-59/MPCh/N-840.

3. Normy i dokumenty związane

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

PN-75/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

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

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

PN-63/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 Farmakopea Polska IV. T. 1, str. 75, metoda II

4. Dokumenty międzynarodowe Norma jest wdrożeniem zalecenia normalizacyjnego RWPG PC 5018-75 Реактивы. Кадмий углекислый

5. Symbol wg SWW

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.