

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-78
	Odczynniki	6191-02
	Chlorek kadmowy	Zamiast BN-63/6191-02
		Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

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

Chlorek kadmowy ma:

- a) wzór chemiczny — $\text{CdCl}_2 \cdot 2\frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$,
- b) masę cząsteczkową — 228,36.

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

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównych składników i zanieczyszczeń, w normie ustala się dwa gatunki chlorku kadmowego, oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia chlorku kadmowego czystego do analizy:

CHLOREK KADMOWY cz.d.a. BN-78/6191-02

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Chlorek kadmowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów dobrze rozpuszczalnych w wodzie, słabo rozpuszczalnych w alkoholu.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Zawartość chlorku kadmowego ($\text{CdCl}_2 \cdot 2\frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$), %, nie mniej niż	99,5	99,0
b) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,02
c) Zawartość siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,005	0,01
d) Zawartość azotu całkowitego (N^+), %, nie więcej niż	0,002	0,005
e) Zawartość żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,002
f) Zawartość miedzi (Cu^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,001
g) Zawartość ołowiu, (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	0,03
h) Zawartość cynku, (Zn^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	0,01
i) Zawartość sodu, potasu i wapnia (Na^+ , K^+ , Ca^{2+}), %, nie więcej niż	0,025	0,05
j) Zawartość arsenu (As^{3+}), %, nie więcej niż	0,0001	0,0002
k) pH 5-procentowego roztworu, nie niżej niż	4,0	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

Chlorek kadmowy należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną chemicznie odporną uszczelką.

Masa opakowań netto: 25, 50, 100, 250, 500, 1000 g.

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

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) oznaczanie procentowej zawartości chlorku kadmowego ($\text{CdCl}_2 \cdot 2\frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$) (3.2a),

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

c) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2c),

d) oznaczanie zawartości azotu całkowitego (3.2d),

e) oznaczanie zawartości żelaza (3.2e),

f) oznaczanie zawartości miedzi (3.2f),

g) oznaczanie zawartości ołowiu (3.2g),

h) oznaczanie zawartości cynku (3.2h),

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

j) oznaczanie zawartości arsenu (3.2j),

k) oznaczanie pH 5-procentowego roztworu (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 PN-67/C-04500, przyjmując:

a) wielkość partii 500 kg,

b) wielkość próbki pierwotnej 200 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 ÷ 100	9
powyżej 100	10

d) wielkość próbki ogólnej równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,

e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 550 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie procentowej zawartości chlorku kadmowego ($\text{CdCl}_2 \cdot 2\frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$)

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

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 3,0000 g badanego chlorku kadmowego rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 200 cm³, uzupełnić objętość wodą do kreski i wymieszać. Następnie pobrać pipetą 20 cm³ roztworu do kolby stożkowej pojemności 250 ÷ 300 cm³, rozcieńczyć wodą do około 150 cm³ i dalej prowadzić oznaczanie wg PN-68/C-04950 p. 2.12. Zawartość chlorku kadmowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,011418 \cdot 100 \cdot 200}{m \cdot 20} = \frac{V \cdot 11,418}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,

0,011418 — ilość chlorku kadmowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego, g,

m — odważka badanego chlorku kadmowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 60,00 g badanego chlorku kadmowego rozpuścić w 600 cm³ wody, do roztworu dodać 2 cm³ kwasu solnego (1,12) i dalej prowadzić oznaczanie wg PN-54/C-04517.

Badany chlorek kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekracza:

dla odczynnika cz.d.a. — 3,0 mg,

dla odczynnika cz. — 12,0 mg.

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

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

5.3.3.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego chlorku kadmowego rozpuścić w 20 cm³ wody i dalej prowadzić oznaczanie wg PN-68/C-04519, sposób A.

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

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

dla odczynnika cz. — 0,2 mg SO_4^{2-}

i te same ilości odczynników.

5.3.4. Oznaczanie zawartości azotu całkowitego (N^+)

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

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

5.3.4.3. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego chlorku kadmowego rozpuścić w 100 cm³ wody w kolbie aparatu destylacyjnego i dalej prowadzić oznaczanie wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Badany chlorek kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe żółtobrazowe zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg N^+ ,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg N^+

i te same ilości odczynników.

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

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas sulfosalicylowy, roztwór 10-procentowy.

b) Amoniak cz.d.a. (0,91).

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego chlorku kadmowego rozpuścić w 20 cm³ wody w zlewce pojemności 50 cm³, dodać 2 cm³ kwasu sulfosalicylowego, wymieszać i dodać 10 cm³ amoniaku.

Badany chlorek kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe 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. — 0,005 mg Fe^{3+} ,

dla odczynnika cz. — 0,02 mg Fe^{3+}

i te same ilości odczynników.

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

5.3.6.1. Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa miedziowa z katodą wnekową.

5.3.6.2. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-06500, rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g Cu^{2+} .

5.3.6.3. 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 absorpcji miedzi dla spektrofotometru 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 acetyleny 1,0 l/min.

5.3.6.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do czterech kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć kolejno: 1, 2, 4 i 6 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego miedzi, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Stężenie miedzi w poszczególnych kolbach wynosi: $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $8 \cdot 10^{-7}$, $1,2 \cdot 10^{-6}$ g Cu^{2+} /cm³. Zmierzyć absorbcję sporządzonych roztworów i z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.6.5. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego chlorku kadmowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 50 cm³, rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A). Zmierzyć absorbcję roztworu.

Z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość miedzi. Zawartość miedzi (X) w procentach obliczyć wg wzoru

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

w którym:

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

V — objętość próbki przygotowanej do pomiaru, cm³,

m — odważka badanego chlorku kadmowego, g.

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

5.3.7.1. Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa ołowiowa z katodą wnekową.

5.3.7.2. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy ołowiu przygotowany wg PN-68/C-06500, rozcieńczony wodą w stosunku 10:90. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Pb^{2+} .

5.3.7.3. Warunki fotometrowania. 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 absorpcji ołowiu dla spektrofotometru Pye Unicam SP 90 A wynoszą:

- 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.

5.3.7.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ odmierzyć kolejno: 0,5, 1,0, 2,0, 4,0, 5 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego ołowiu, dopełnić wodą do kreski i dobrze wymieszać. Stężenie ołowiu w poszczególnych kolbach wynosi: $5 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-6}$, $5 \cdot 10^{-6}$ g Pb²⁺/cm³.

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

5.3.7.5. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbcję roztworu A przygotowanego wg 5.3.6.5 przy długości fali 217 nm, w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

Zawartość ołowiu obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

- a — ilość ołowiu odczytana z krzywej wzorcowej, g/cm³,
- V — objętość próbki przygotowanej do pomiaru, cm³,
- m — odważka badanego chlorku kadmowego, g.

5.3.8. Oznaczanie zawartości cynku (Zn²⁺)

5.3.8.1. 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.

5.3.8.2. 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 roztworu 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 $1 \cdot 10^{-5}$ g Zn²⁺.

5.3.8.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ wprowadzić kolejno: 2, 4, 6, 8, 10 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego cynku, uzupełnić objętość roztworów 0,001N roztworem kwasu azotowego do kreski i wymieszać. Otrzymane roztwory zawierają kolejno: $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $6 \cdot 10^{-7}$, $8 \cdot 10^{-7}$, $1 \cdot 10^{-6}$ g Zn²⁺/cm³.

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

Zmierzyć absorbcję roztworów i z otrzymanych pomiarów sporządzić krzywą wzorcową zależności absorbcji 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.

5.3.8.4. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego chlorku kadmowego rozpuścić w wodzie 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 absorbcję. W przypadku otrzymania absorbcji powyżej krzywej wzorcowej należy badany roztwór odpowiednio rozcieńczyć.

Stężenie cynku w badanym roztworze odczytać z krzywej wzorcowej. Zawartość cynku w badanym chlorku kadmowym obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

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

5.3.9. Oznaczanie zawartości sodu, potasu i wapnia (Na⁺, K⁺, Ca²⁺)

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

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

5.3.9.3. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego chlorku kadmowego rozpuścić w 50 cm³ wody w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04953 p. 2.7.

5.3.10. Oznaczanie zawartości arsenu (As³⁺)

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

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

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

5.3.10.4. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanego chlorku kadmowego rozpuścić w 20 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-75/C-04511 p. 2.6.

Zawartość arsenu (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{a \cdot 100}{m \cdot 1000} = \frac{a}{m \cdot 10} \quad (5)$$

w którym:

a — zawartość arsenu odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m — odważka badanego produktu, g.

Dopuszcza się oznaczanie zawartości arsenu wg Farmakopei Polskiej.

5.3.11. Oznaczanie pH roztworu. 1,00 g badanego chlorku kadmowego rozpuścić w 19 cm³ wygotowanej i ostudzonej wody i wykonać oznaczanie na pehametrze w temperaturze 20°C.

Badany chlorek kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli pH otrzymanego roztworu nie będzie niższe niż 4,0.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-63/6191-02

a) znolizowano metody oznaczania zawartości cynku, miedzi, żelaza ołowiu,

b) wprowadzono oznaczanie sodu, potasu i wapnia zamiast metali alkalicznych,

c) zastrzono wymagania na zawartość cynku i miedzi dla odczynnika cz.

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

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

Farmakopea Polska IV. T. 1, str. 75, metoda II

4. Dokumenty międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem zalecenia normalizacyjnego RWPG PC 4292-73 Реактивы. Кадмий хлористый

5. Symbol wg SWW

cz.d.a. 1331-11,

cz. 1331-42.