

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-78
	Odczynniki	6191-160
	Tlenek kadmowy brązowy	Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest tlenek kadmowy brązowy, stosowany jako odczynnik chemiczny.

Tlenek kadmowy brązowy ma:

- a) wzór chemiczny — CdO ,
- b) masę cząsteczkową — 128,14.

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 tlenku kadmowego oznaczone: cz.d.a. — czysty do analizy, cz. — czysty.

2.2. Przykład oznaczenia tlenku kadmowego czystego do analizy:

TLENEK KADMOWY cz.d.a. BN-78/6191-160

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Tlenek kadmowy powinien mieć postać brązowego proszku, nierozpuszczalnego w wodzie, a rozpuszczalnego w roztworach kwasów mineralnych, roztworach soli amonowych i cyjanków metali alkalicznych.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Tlenku kadmowego (CdO), %, nie mniej niż	99,5	99,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w kwasie siarkowym, %, nie więcej niż	0,05	0,1
c) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,003	0,005
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,003	0,005
e) Azotu całkowitego (N), %, nie więcej niż	0,006	0,003
f) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,005	0,01
g) Miedzi (Cu^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,01
h) Ołowiu (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,01	0,03
i) Cynku (Zn^{2+}), %, nie więcej niż	0,01	0,02
j) Sod, potas i wapnia, %, nie więcej niż	0,05	0,1

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

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)

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego, z polietylenową lub inną, chemicznie odporną uszczelką.

Masa opakowań netto: 25, 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 zgodnie z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

a) oznaczanie procentowej zawartości tlenu kadmowego (CdO) (3.2a),

b) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w kwasie siarkowym (H_2SO_4) (3.2b),

c) oznaczanie zawartości chlorków (3.2c),

d) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2d),

e) oznaczanie azotu całkowitego (3.2e),

f) oznaczanie zawartości żelaza (3.2f),

g) oznaczanie zawartości miedzi (3.2g),

h) oznaczanie zawartości ołowiu (3.2h),

i) oznaczanie zawartości cynku (3.2i),

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

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,

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

e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej 550 g.

Tablica 2

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

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości tlenu kadmowego (CdO)

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

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 2,0000 g badanego tlenku kadmowego rozpuścić w 20 cm³ kwasu siarkowego (1,11) i odparować na kuchence elektrycznej do dymów kwasu siarkowego.

Suchą pozostałość rozpuścić w 100 cm³ wody, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, uzupełnić objętość wodą do kreski i wymieszać.

Pobrać pipetą 25 cm³ roztworu do kolby pojemności 300 cm³, rozcieńczyć wodą do 150 cm³ i dalej prowadzić oznaczanie wg PN-68/C-04950 p. 2.12.

Zawartość tlenu kadmowego (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 10 \cdot 0,0064205 \cdot 100}{m} = \frac{V \cdot 6,4205}{m} \quad (1)$$

w którym:

V — objętość ściśle 0,05M wersenianu dwusodowego, użyta do miareczkowania, cm³,

0,0064205 — ilość tlenu kadmowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego, g,

m — odważka badanego tlenu kadmowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w kwasie siarkowym. 10,00 g badanego tlenku kadmowego wsypać porcjami do 100 cm³ gorącego kwasu siarkowego (1,2), przy równoczesnym mieszaniu.

Roztwór przesączyć przez uprzednio przemytą gorącą wodą i wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy tygiel szklany do sączenia G4, osad przemyć wodą i wysuszyć w temperaturze 105°C do stałej masy.

Badany tlenek kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wysuszonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. — 5 mg,

dla odczynnika cz. — 10 mg.

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. 1,00 g badanego tlenku kadmowego rozpuścić w 10 cm³ kwasu azotowego (1,15), rozcieńczyć 20 cm³ wody i dalej oznaczanie prowadzić wg PN-68/C-04518 p. 2.4, sposób A.

Badany tlenek kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 min opalizacja roztworu badanego nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie, a zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,03 mg Cl^- ,

dla odczynnika cz. — 0,05 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 tlenku kadmowego rozpuścić w 10 cm^3 kwasu solnego (1,12) i odparować na łaźni wodnej. Pozostałość rozpuścić w 20 cm^3 wody i oznaczanie prowadzić wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3, sposób A.

Badany tlenek 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 te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,03 mg SO_4^{2-} ,

dla odczynnika cz. — 0,05 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. 2,00 g badanego tlenku kadmowego rozpuścić w 15 cm^3 kwasu siarkowego (1,11) w kolbie aparatu destylacyjnego, dodać 1 kroplę fenoloftaleiny i zobojętnić roztworem wodorotlenku sodowego. Objętość roztworu uzupełnić do 100 cm^3 i dalej oznaczanie prowadzić wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Badany tlenek 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 te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,06 mg N^+ ,

dla odczynnika cz. — 0,08 mg N^+ .

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

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas solny (1,12).

b) Kwas sulfosalicylowy, 10-procentowy roztwór.

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

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

e) Kwas siarkowy (1,11).

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego tlenku kadmowego rozpuścić w 10 cm^3 kwasu siarkowego (1,11) i odparować na kuchence elektrycznej do zaniku dymów kwasu siarkowego.

Osad rozpuścić w 20 cm^3 wody i przesączyć. Pobrać 10 cm^3 przesączu, dodać 0,5 cm^3 kwasu

solnego, 2 cm^3 kwasu sulfosalicylowego, wymieszać i dodać 10 cm^3 amoniaku.

Badany tlenek 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. — 0,025 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) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu^{2+} , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g Cu^{2+} .

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

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 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 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 rozcieńczonego roztworu wzorcowego miedzi, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. Stężenie miedzi w poszczególnych kolbach wynosi odpowiednio: $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $8 \cdot 10^{-7}$, $1,2 \cdot 10^{-6}$ 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 tlenku kadmowego rozpuścić na gorąco w 2 cm^3 kwasu azotowego, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 , uzupełnić wodą do kreski (roztwór A). Zmierzyć absorbancję roztworu. Z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość miedzi.

Zawartość miedzi (X_1) 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,

m — odważka badanego tlenku kadmowego, g,

V — objętość próbki przygotowanej do pomiaru, cm³.

5.3.8. Oznaczanie zawartości ołowiu (Pb²⁺)

5.3.8.1. Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa ołowiowa z katodą wnękową.

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

5.3.8.3. 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 absorbancji ołowiu dla spektrofotometru Pye Unicam SP 90 A: szerokość szczeliny 0,1 mm, przepływ powietrza 5 l/min, przepływ acetylenu 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 dobrze wymieszać. Stężenie ołowiu w poszczególnych kolbach wynosi: 5·10⁻⁷, 1·10⁻⁶, 4·10⁻⁶ i 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, w warunkach identycznych jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej.

Zawartość ołowiu (X_2) w procentach obliczyć wg wzoru

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

w którym:

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

V — objętość próbki przygotowanej do pomiaru, cm³,

m — odważka badanego tlenku 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 wnękową.

c) Palnik acetylenowy ze szczeliną długości 10 cm.

5.3.9.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15) oraz 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, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu zawiera 0,001 g Zn²⁺. Roztwór rozcieńczyć w stosunku 1:99 roztworem 0,001N kwasu azotowego. 1 cm³ otrzymanego roztworu wzorcowego zawiera 1·10⁻⁵ g Zn²⁺.

5.3.9.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ wprowadzić kolejno: 2, 4, 6, 8 oraz 10 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego cynku i uzupełnić objętość roztworów 0,001N roztworem kwas azotowego do kreski. Otrzymane roztwory zawierają kolejno: 2·10⁻⁷, 4·10⁻⁷, 6·10⁻⁷, 8·10⁻⁷ 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 acetylenu — 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 tlenku kadmowego zwilżyć wodą, a następnie rozpuścić w 5 cm³ kwasu azotowego 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 absorbancję.

W przypadku uzyskania absorbancji powyżej krzywej wzorcowej, należy roztwór badany odpowiednio rozcieńczyć.

Stężenie cynku w badanym roztworze odczytać z krzywej wzorcowej. Zawartość cynku (X_3) w badanym tlenku 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 tlenku 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 oraz kwas solny (1,12).

5.3.10.3. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego tlenku kadmowego rozpuścić w 10 cm³ kwasu solnego w parownicy kwarcowej i odparować na łaźni wodnej do sucha. Suchą pozostałość rozpuścić w 50 cm³ wody, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04953 p. 2.7.

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-69/MPCh/N-1517.

3. Normy związane

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

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-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. Dokumenty międzynarodowe. Norma jest wdrożeniem zalecenia normalizacyjnego RWPG PC 4286-73 Реактивы. Кадмия окись

5. Symbol wg SWW

cz.d.a. — 1331-11,

cz. — 1331-42.