

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A		BN-81
	Odczynniki Octan kadmowy		6191-74
			Zamiast BN-72/6191-74
			Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

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

Octan kadmowy ma:

- a) wzór chemiczny $\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$,
- b) masę cząsteczkową 266,52 (1961).

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, rozróżnia się dwa gatunki octanu kadmowego, oznaczane:

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

2.2. Przykład oznaczenia octanu kadmowego czystego do analizy:

OCTAN KADMOWY cz.d.a. BN-81/6191-74

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Octan kadmowy powinien mieć postać bezbarwnych kryształów, łatwo rozpuszczalnych w wodzie i alkoholu.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Octanu kadmowego $[\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ % nie mniej niż	99,0	98,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, % nie więcej niż	0,005	0,02
c) pH 5-procentowego roztworu	6,7 ÷ 7,3	nie normalizuje się
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,001	0,005
e) Siarczanów (SO_4^{2-}), %, nie więcej niż	0,005	0,01

cd. tabl. 1

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
f) Azotu ogólnego (N), %, nie więcej niż	0,004	0,006
g) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,002
h) Miedzi (Cu^{2+}), %, nie więcej niż	0,001	0,005
i) Ołowiu (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	0,02
j) Cynku (Zn^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	0,02
k) Sod, potas, wapnia (Na^+ , K^+ , Ca^{2+}), %, nie więcej niż	0,1	0,15

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

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

Masa opakowań netto: 25, 50, 100, 250, 500, 1000 i 2500 g.

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

5. BADANIA

5.1. Rodzaj badań

- a) oznaczanie zawartości octanu kadmowego (3.2a),
- b) oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- c) oznaczanie pH 5-procentowego roztworu (3.2c),
- d) oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- e) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2e),
- f) oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2f),

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego — Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 14 września 1981 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1982 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 23/1981 poz. 90)

- g) oznaczanie zawartości żelaza (3.2g),
 h) oznaczanie zawartości miedzi (3.2h),
 i) oznaczanie zawartości ołowiu (3.2i),
 j) oznaczanie zawartości cynku (3.2j),
 k) oznaczanie zawartości sodu, potasu, wapnia (3.2k).

5.2. Pobieranie próbek. Probki odczynnika cz.d.a. należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Przy pobieraniu średniej próbki laboratoryjnej odczynnika w gatunku cz. należy stosować wytyczne wg PN-67/C-04500, przyjmując:

- a) wielkość partii (—) 500 kg,
 b) wielkość próbki pierwotnej (—) 100 g,
 c) liczbę próbek jednostkowych wg tabl. 2.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych w partii	Liczba próbek jednostkowych
sztuk	
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	9
powyżej 161	10

- d) wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 300 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości octanu kadmowego $[\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór buforowy o pH 9,5 ÷ 10,0, przygotowany wg PN-68/C-04950 p. 2.4x).

b) Czerń eriochromowa T, mieszanina wskaźnika przygotowana wg PN-68/C-04950 p. 2.4j).

c) Wersenian dwusodowy roztwór 0,05M, przygotowany wg PN-68/C-04950 p. 2.4ż).

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. Około 0,6000 g badanego octanu kadmowego rozpuścić w 100 cm³ wody, dodać 5 cm³ roztworu buforowego i 0,1 g mieszaniny, wskaźnika czerni eriochromowej i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany zabarwienia z czerwono-fioletowego na niebieskie.

Zawartość octanu kadmowego $[\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,013326 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

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

m — odważka badanego octanu kadmowego, g,

0,013326 — ilość octanu kadmowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego octanu kadmowego rozpuścić w 200 cm³ wody. Do roztworu dodać

0,5 cm³ 32 ÷ 34-procentowego roztworu kwasu octowego, ogrzewać przez 1 h na łaźni wodnej, a następnie przesączyć przez uprzednio przemyty wodą, wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g szklany tygiel do sączenia G4. Pozostałość na tyglu przemyć 100 cm³ gorącej wody i wysuszyć w temperaturze 105 ÷ 110 °C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie (X₁) obliczyć w procentach wg wzoru

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

w którym:

a — masa wysuszonej pozostałości, g,

m₁ — odważka badanego octanu kadmowego, g.

5.3.3. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu. 5,00 g badanego octanu kadmowego rozpuścić w 95 cm³ wygotowanej i ostudzonej wody i wykonać oznaczanie elektrometrycznie.

5.3.4. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻)

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

5.3.4.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego octanu kadmowego rozpuścić w 23 cm³ wody i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4, sposób A. Badany octan kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli w ciągu 10 min opalizacja w roztworze badanym nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Cl⁻,

dla odczynnika cz. — 0,05 mg Cl⁻

i te same ilości odczynników.

5.3.5. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO₄²⁻)

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

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego octanu kadmowego rozpuścić w 25 cm³ wody, dodać 1 cm³ roztworu kwasu solnego, 3 cm³ roztworu skrobi, 3 cm³ roztworu chlorku barowego i wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.2.

Badany octan kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 30 min zmętnienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze od zmętnienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg SO₄²⁻,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg SO₄²⁻

i te same ilości odczynników.

5.3.6. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego (N)

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

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

5.3.6.3. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego octanu kadmowego umieścić w kolbie aparatu destylacyjnego, rozpuścić w 150 cm³ wody i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04527 p. 2.4.3.

Badany octan kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie bada-

nego 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. — 0,03 mg N

i te same ilości odczynników.

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

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11),
- b) Chlorek amonowy cz.d.a., roztwór 5-procentowy.
- c) Kwas sulfosalicylowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- d) Amoniak cz.d.a., roztwór 25-procentowy.
- e) Nadmanganian potasowy cz.d.a., roztwór 0,1N.
- f) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 i rozcieńczony w stosunku 10:990. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

5.3.7.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego octanu kadmowego rozpuścić w 20 cm^3 wody, zakwasić kwasem siarkowym do pH około 2 i dodać 2 cm^3 roztworu chlorku amonowego. Następnie do roztworu dodać kroplę nadmanganianu potasowego, 2 cm^3 roztworu kwasu sulfosalicylowego oraz 10 cm^3 roztworu amoniaku i wymieszać.

Badany octan 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:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,005 mg Fe^{3+} ,
- dla odczynnika cz. — 0,02 mg Fe^{3+}

i te same ilości odczynników.

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

5.3.8.1. Aparatura

- a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.
- b) Lampa miedziowa z katodą wnątkową.

5.3.8.2. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503, rozcieńczony wodą w stosunku 1:99. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g Cu.

5.3.8.3. 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.

Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

Optymalne warunki pomiaru absorbancji miedzi dla spektrofotometru Pye Unicam SP 90 A są następujące:

- 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.

5.3.8.4. 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, 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/ cm^3 .

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

5.3.8.5. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego octanu kadmowego umieścić w kolbie miarowej pojemności 50 cm^3 , rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór A).

Zmierzyć absorbancję tak przygotowanego roztworu w warunkach podanych w 5.3.8.3.

Zawartość miedzi (X_2) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_1 \cdot V_1 \cdot 100}{m_2} \quad (3)$$

w którym:

- a_1 — stężenie miedzi odczytane z krzywej wzorcowej, g/ cm^3 ,
- V_1 — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, cm^3 ,
- m_2 — odważka badanego octanu kadmowego, g.

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

5.3.9.1. Aparatura

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

5.3.9.2. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503, rozcieńczony wodą w stosunku 10:90. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Pb^{2+} .

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

Ołów należy oznaczać przy długości fali = 217,0 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

Optymalne warunki pomiaru absorbancji ołowiu dla spektrofotometru Pye Unicam SP90A są następujące:

- szerokość szczeliny — 0,1 mm,
- natężenie prądu lampy — 4 mA,
- wysokość strefy pomiarowej — 4 mm,
- przepływ powietrza — 5 l/min,
- przepływ acetyleny — 1,0 l/min.

5.3.9.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm^3 odmierzyć kolejno; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 i 5,0 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego ołowiu, dopełnić wodą do kreski i 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/ cm^3 .

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

5.3.9.5. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję roztworu A, przygotowanego wg 5.3.8.5.

Zawartość ołowiu (X_3) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_2 \cdot V_2 \cdot 100}{m_3} \quad (4)$$

w którym:

a_2 — stężenie ołowiu odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm³,

V_2 — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, cm³,

m_3 — odważka badanego octanu kadmu, g.

5.3.10. Oznaczanie zawartości cynku (Zn^{2+})

5.3.10.1 Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa cynkowa z katodą wnątkową.

5.3.10.2. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15) oraz roztwór 0,001 N.

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Zn^{2+} , przygotowany w następujący sposób: 1,2446 g ZnO (złota pieczęć) rozpuścić w 10 cm³ kwasu azotowego (1,15), przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1000 cm³, dopełnić wodą do kreski i wymieszać. 1 cm³ roztworu zawiera 0,001 g Zn^{2+} . Roztwór rozcieńczyć w stosunku 1:99 0,001N roztworem kwasu azotowego. 1 cm³ otrzymanego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ Zn^{2+} .

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

Cynk należy oznaczać przy długości fali = 213,9 nm.

Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

Optymalne warunki pomiaru absorbancji cynku dla spektrofotometru Pye Unicam SP 90 A są następujące:

szerokość szczeliny — 0,10 mm,

napięcie prądu lampy — 8 mA,

wysokość strefy pomiarowej — 8 mm,

przepływ powietrza — 5 l/min,

przepływ acetyleny — 1,1 l/min.

5.3.10.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ wprowadzić kolejno 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 i 10 cm³ rozcieńzonego roztworu wzorcowego cynku, uzupełnić 0,001N roztworem kwasu azotowego do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie cynku w poszczególnych kolbach wynosi: $2 \cdot 10^{-7}$; $4 \cdot 10^{-7}$; $6 \cdot 10^{-7}$; $8 \cdot 10^{-7}$ i $1 \cdot 10^{-6}$ g/cm³.

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

5.3.10.5. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję roztworu A, przygotowanego wg 5.3.8.5.

W przypadku uzyskania absorbancji powyżej wartości dla punktów na krzywej wzorcowej należy badany roztwór odpowiednio rozcieńczyć.

Zawartość cynku (X_4) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_3 \cdot V_3 \cdot 100}{m_4} \quad (5)$$

w którym:

a_3 — stężenie cynku odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm³,

V_3 — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, cm³,

m_4 — odważka badanego octanu kadmowego, g.

5.3.11. Oznaczanie zawartości sodu, potasu, wapnia (Na^+ , K^+ , Ca^+)

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

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

5.3.11.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej — wg PN-68/C-04953 p. 2.6.

5.3.11.4. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego octanu kadmowego umieścić w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, rozpuścić w wodzie, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie 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. Istotne zmiany w stosunku do BN-72/6191-24

a) zmieniono metodę oznaczania zawartości miedzi,

b) zmieniono metodę oznaczania zawartości ołowiu,

c) zmieniono metodę oznaczania zawartości cynku,

d) zmieniono metodę oznaczania zawartości żelaza,

e) wprowadzono oznaczanie sodu, potasu i wapnia zamiast oznaczania zawartości metali alkalicznych,

f) wykreślono oznaczanie zawartości glinu.

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 kationu głównego składnika

PN-68/C-04953 Analiza chemiczna. Płomieniowo-fotometryczna metoda oznaczania małych zawartości sodu, potasu, wapnia i strontu

PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie 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

RWPG PC 1734-68 Реактивы. Кадмий уксуснокислый

5. Symbol wg SWW

cz.d.a. 1331-11,

cz. 1331-42.