

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-81
	Odczynniki Siarczan kadmowy	6191-70
		Zamiast BN-72/6191-70
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

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

Siarczan kadmowy ma:

- a) wzór chemiczny $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$,
- b) masę cząsteczkową 769,51 (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 trzy gatunki siarczanu kadmowego, oznaczane:

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

2.2. Przykład oznaczenia siarczanu kadmowego chemicznie czystego:

SIARCZAN KADMOWY ch.cz. BN-81/6191-70

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan kadmowy powinien mieć postać bezbarwnych jednoskośnych kryształów, łatwo rozpuszczalnych w wodzie, nierozpuszczalnych w alkoholu.

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

Tablica 1

Wymagania	Gatunki		
	ch.cz.	cz.d.a.	cz.
a) Siarczanu kadmowego ($3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$), %, nie mniej niż	99,5	99,0	98,0
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,003	0,005	0,01
c) pH 5-procentowego roztworu	4,5 ÷ 6	4,5 ÷ 6	nie normalizuje się
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,0005	0,0005	0,005
e) Azotu ogólnego (N), %, nie więcej niż	0,002	0,004	0,006
f) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0002	0,0005	0,002
g) miedzi (Cu^{2+}), %, nie więcej niż	0,0005	0,001	0,005
h) Ołowiu (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	0,01	0,02
i) Cynku (Zn^{2+}), %, nie więcej niż	0,002	0,005	0,02
j) Metali alkalicznych i ziem alkalicznych (Na^+ , K^+ , Ca^{2+}), %, nie więcej niż	0,05	0,05	0,15
k) Arsenu (As^{3+}), %, nie więcej niż	0,00005	0,00005	0,0002

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)

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Siarczan 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 lub podkładką tekturową chronioną folią polietylenową lub folią z innego tworzywa sztucznego.

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

- oznaczanie zawartości siarczanu kadmowego (3.2a),
- oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- oznaczanie pH 5-procentowego roztworu (3.2c),
- oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- oznaczanie zawartości azotu ogólnego (3.2e),
- oznaczanie zawartości żelaza (3.2f),
- oznaczanie zawartości miedzi (3.2g),
- oznaczanie zawartości ołowiu (3.2h),
- oznaczanie zawartości cynku (3.2i),
- oznaczanie zawartości metali alkalicznych i ziem alkalicznych (3.2j),
- oznaczanie zawartości arsenu (3.2k).

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

- wielkość partii — 500 kg,
- wielkość próbki pierwotnej — 100 g,
- 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

- wielkość średniej próbki laboratoryjnej — 450 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości siarczanu kadmowego ($3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory

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

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

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

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

Zawartość siarczanu kadmowego ($3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,01282 \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

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

m — odważka badanego siarczanu kadmowego, g,

0,01282 — ilość siarczanu kadmowego odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05M roztworu wersenianu dwusodowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 50,00 g badanego siarczanu kadmowego rozpuścić w 200 cm³ wody. Do roztworu dodać 0,5 cm³ 0,1N roztworu kwasu siarkowego ogrzewać przez 1 h na łaźni wodnej, a następnie przesączyć przez uprzednio przemytą wodą, wysuszony do stałej masy i zważony z dokładnością do 0,0002 g szklany tygiel do sączenia G4.

Przesącz zebrać do kolby pomiarowej pojemności 250 cm³, dopełnić objętość wodą do kreski, wymieszać i pozostawić do dalszych oznaczeń wg 5.3.4 Roztwór A.

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 siarczanu kadmowego, g.

5.3.3. Oznaczanie pH 5-procentowego roztworu.

5,00 g badanego siarczanu kadmowego rozpuścić w 95 cm³ wygotowanej i ostudzonej wody i wykonać oznaczenie 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. 10 cm³ roztworu (2 g) z oznaczania wg 5.3.2 umieścić w cylindrze kolorymetrycznym pojemności 100 cm³ i dalej wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518 p. 2.4 sposób A.

Badany siarczan kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 min opalizacja badanego roztworu nie będzie intensywniejsza od opalizacji roz-

tworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości dla odczynnika:

- ch.cz. — 0,01 mg Cl^+ ,
- cz.d.a. — 0,01 mg Cl^+ ,
- cz. — 0,1 mg Cl^+

i te same ilości odczynników.

5.3.5. Oznaczanie zawartości azotu ogólnego (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 siarczanu 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 siarczan kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe po 10 min zabarwienie badanego roztworu nie będzie intensywniejsze do zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości dla odczynnika:

- ch.cz. — 0,02 mg N,
- cz.d.a. — 0,04 mg N,
- cz. — 0,06 mg N

i te same ilości odczynników.

5.3.6. Oznaczanie zawartości żelaza

5.3.6.1. 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 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

5.3.6.2. Wykonanie oznaczania. 2,00 g badanego siarczanu kadmowego rozpuścić w 20 cm³ wody, zakwasić kwasem siarkowym do pH około 2 i dodać 2 cm³ roztworu chlorku amonowego.

Następnie do roztworu dodać kroplę nadmanganianu potasowego, 2 cm³ roztworu kwasu sulfosalicylowego oraz 10 cm³ roztworu amoniaku i wymieszać. Badany siarczan 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 ch.cz. — 0,004 mg Fe^{3+} ,
- dla odczynnika cz.d.a. — 0,01 mg Fe^{3+} ,
- dla odczynnika cz. — 0,04 mg Fe^{3+}

i te same ilości odczynników.

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 wnękową.

5.3.7.2. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503, rozcieńczony wodą w stosunku 1,0 : 99,0.

1 cm³ rozcieńczonego 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.

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 acetylenu — 1,0 l/min.

5.3.7.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 50 cm³ odmierzyć kolejno 0,5; 1; 2; 4 i 6 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Stężenie miedzi w poszczególnych kolbach wynosi: $1 \cdot 10^{-7}$; $2 \cdot 10^{-7}$; $8 \cdot 10^{-7}$; $1,2 \cdot 10^{-6}$ g/cm³.

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

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

Zmierzyć absorbancję tak przygotowanego roztworu w warunkach podanych w 5.3.7.3.

Zawartość miedzi (X_2) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_2 \cdot V_2 \cdot 100}{m_2} \quad (3)$$

w którym:

- a_2 — stężenie miedzi odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm³,
- V_2 — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, cm³,
- m_2 — odważka badanego siarczanu kadmowego, g.

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

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 zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503, rozcieńczony wodą w stosunku 10 : 90. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Pb^{2+} .

5.3.8.3. 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 SP 90 A są następujące:

szerokość szczeliny	— 0,1 mm,
przepływ powietrza	— 5,0 l/min,
przepływ acetylenu	— 1,0 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 5,0 cm³ 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/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.

Zawartość ołowiu (X_3) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_3 \cdot V_3 \cdot 100}{m_3} \quad (4)$$

w którym:

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

V_3 — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, cm³,

m_3 — odważka badanego siarczany kadmowego, g.

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

5.3.9.1. Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa cynkowa z katodą wnątkową.

5.3.9.2. Odczynniki i roztwory

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

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, rozcieńczyć 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 $1 \cdot 10^{-5}$ g Zn^{2+} .

5.3.9.3. 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,
natężenie prądu lampy	— 8 mA,
wysokość strefy pomiarowej	— 8 mm,

przepływ powietrza	— 5 l/min,
przepływ acetylenu	— 1,1 l/min.

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

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

5.3.9.5. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję roztworu A przygotowanego wg 5.3.7.5.

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

Zawartość cynku (X_4) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_4 \cdot V_4 \cdot 100}{m_4} \quad (5)$$

w którym:

a_4 — stężenie cynku odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm³,

V_4 — objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, cm³,

m_4 — odważka badanego siarczany 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. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej — wg PN-68/C-04953 p. 2.6.

5.3.10.4. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego siarczany 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.

5.3.11. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

5.3.11.1. Aparatura, przyrządy i materiały — wg PN-81/C-04511 p. 2.4.2.

5.3.11.2. Odczynniki i roztwory — wg PN-81/C-04511 p. 2.4.3.

5.3.11.3. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej — wg PN-81/C-04511 p. 2.4.4.

5.3.11.4. Wykonanie oznaczania. 2,50 g badanego siarczany kadmowego umieścić w kolbie aparatu do oznaczania arsenu, rozpuścić w 20 cm³ wody, do roztworu dodać 40 cm³ roztworu kwasu siarkowego, kilka kropli roztworu chlorku cynowego oraz 5 g cynku i dalej postępować jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej. Oddzielnie wykonać próbę kontrolną z wszystkimi odczynnikami używanymi do przygotowania próbki i wynik odjąć od zawartości arsenu w próbce analitycznej.