

| | | |
|---------------------------------|-------------------------------|-----------------------|
| WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO | NORMA BRANŻOWA | BN-63 |
| | Odczynniki Chlorek kadmowy | 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) ciężar cząsteczkowy - 228,36 (1953 r.).

1.2. Gatunki. W zależności od zawartości zanieczyszczeń rozróżnia się dwa gatunki chlorku kadmowego, oznaczone:

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

1.3. Przykład oznaczenia chlorku kadmowego gatunku cz.d.a:

CHLOREK KADMOWY cz.d.a. BN-63/6191-02

1.4. Normy związane

- PN/C-04511 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości arsenu
- PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych
- PN-54/C-04519 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie małych zawartości siarczanów w produktach chemicznych metodą turbidymetryczną
- PN/C-06500 Odczynniki. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii
- PN/C-06501 Odczynniki. Roztwory pomocnicze, mieszaniny i papierki wskaźnikowe stosowane w analizie odczynników nieorganicznych
- PN-54/C-80001 Odczynniki. Opakowanie, znakowanie i przechowywanie
- PN/C-80047 Odczynniki. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próbki laboratoryjnej

2. WYMAGANIA

2.1. Wymagania ogólne. Chlorek kadmowy ma postać bezbarwnych kryształów dobrze rozpuszczalnych w wodzie, słabo rozpuszczalnych w alkoholu.

Nakład wznowiony, uwzględnia zmiany i poprawki wprowadzone do dnia 25.IX.1966 r. (Wyd. II)

Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego dnia 8 marca 1963 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 30 maja 1963 r.
(Mon. Pol. nr 44/1963 poz. 223)

2.2. Wymagania szczegółowe

| Wymagania | Gatunki | |
|---|----------|---------------------|
| | cz.d.a. | cz. |
| a) Tożsamość | wg 4.2.1 | |
| b) Zawartość chlorku kadmowego ($\text{CdCl}_2 \cdot 2\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$), %, co najmniej | 99,5 | 99,0 |
| e) Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej | 0,005 | 0,02 |
| d) Zawartość siarczanów (SO_4^{2-}), %, najwyżej | 0,005 | 0,01 |
| e) Zawartość azotu całkowitego (N), %, najwyżej | 0,002 | 0,005 |
| f) Zawartość substancji niestrącalnych siarkowodorem (jako siarczany), %, najwyżej | 0,1 | 0,3 |
| g) Zawartość cynku (Zn^{2+}), %, najwyżej | 0,005 | 0,02 |
| h) Zawartość miedzi (Cu^{2+}), %, najwyżej | 0,001 | 0,005 |
| i) Zawartość żelaza (Fe^{3+}), %, najwyżej | 0,0005 | 0,002 |
| j) Zawartość ołowiu (Pb^{2+}), %, najwyżej | 0,005 | 0,03 |
| k) Zawartość arsenu (As), %, najwyżej | 0,0001 | 0,0002 |
| l) pH 5-procentowego roztworu, co najmniej | 4,0 | nie normalizuje się |

3. PAKOWANIE, ZNAKOWANIE I PRZECHOWYWANIE

Chlorek kadmowy należy pakować, znakować i przechowywać zgodnie z PN-54/C-80001; rodzaj opakowania: słoiki ze szkła oranżowego zamykane nakrętkami z tworzywa sztucznego. Masa netto:

gatunek cz.d.a. - 25, 50, 100 i 250 g,

gatunek cz. - 250 g, 500 g, 1 kg, 2 kg.

4. BADANIA

4.1. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN/C-80047. Masa średniej próbki laboratoryjnej powinna wynosić co najmniej 550 g.

4.2. Rodzaje i wykonanie badań

4.2.1. Sprawdzenie tożsamości. Około 1 g badanego chlorku kadmowego rozpuścić w 20 ml wody i sprawdzić tożsamość w następujący sposób:

a) 10 ml otrzymanego roztworu słabo zakwasić kwasem solnym i wysycić siarkowodorem; wytrąca się żółty kanarkowy osad siarczku kadmowego, roztwarzający się w 30-procentowym roztworze kwasu azotowego;

b) do 5 ml roztworu dodać 5 ml wody, 1 ml kwasu azotowego (1,15), 1 ml roztworu azotanu srebra (0,1n); wytrąca się biały serowaty osad chlorku srebra, nierozpuszczalny w kwasie azotowym.

4.2.2. Oznaczanie zawartości chlorku kadmowego ($\text{CdCl}_2 \cdot 2\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$)4.2.2.1. Odczynniki i roztwory

a) Wersenian dwusodowy cz.d.a.

b) Cynk metaliczny - proszek cz.d.a.

c) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84).

d) Chlorek amonowy cz.d.a.

e) Amoniak cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

f) Czerń eriochromowa T.

g) Chlorek sodowy cz.d.a.

h) Siarczan cynkowy cz.d.a., roztwór 0,01m, przygotowany w następujący sposób: odważyć 0,01 gramoatomu cynku (0,6538 g) z dokładnością do 0,0002 g, umieścić w zlewce pojemności 100 ml, dodać 20 ml wody oraz 2,5 ml kwasu siarkowego, zlewkę przykryć szkiełkiem zegarkowym i umieścić na łaźni wodnej. Po całkowitym rozтворzeniu cynku przenieść roztwór do kolby pomiarowej pojemności 1000 ml, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i dobrze wymieszać. W ten sposób otrzymany roztwór siarczanu cynkowego służy do nastawiania miana wersenianu dwusodowego.

1) Wersenian dwusodowy, roztwór 0,01m, przygotowany w następujący sposób: odważyć 3,7220 g wersenianu dwusodowego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1000 ml, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i dobrze wymieszać.

Miano roztworu ustalić w następujący sposób: 25 ml roztworu siarczanu cynkowego pobrać pipetą do kolby stożkowej pojemności 250 ml, rozcieńczyć wodą do objętości 100 ÷ 150 ml, dodać 2 ÷ 3 ml roztworu buforowego o pH = 10 na każde 100 ml cieczy, następnie na końcu łopatkki - stałej mieszaniny czerni eriochromowej T z chlorkiem sodowym i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do przejścia zabarwienia roztworu z czerwonego w niebieskie. Wykonać co najmniej trzy równoległe oznaczenia. Różnica pomiędzy poszczególnymi oznaczeniami nie powinna przekroczyć 0,05 ml (błąd kropli).

j) Mieszanina wskaźnika - czerni eriochromowej T oraz chlorku sodowego, przygotowana w następujący sposób: 0,10 g czerni eriochromowej T, odważonej z dokładnością do 0,01 g, dokładnie rozetrzeć w moździerzu z 20 g chlorku sodowego na drobny jednorodny proszek.

k) Roztwór buforowy o pH = 10, przygotowany w następujący sposób: odważyć 54 g chlorku amonowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w kolbie pomiarowej pojemności 1000 ml w 200 ml wody, dodać 350 ml roztworu amoniaku i uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski.

4.2.2.2. Wykonanie oznaczenia. Około 1,0 g badanego chlorku kadmowego, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić objętość wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Następnie do kolby stożkowej pojemności 250 ÷ 300 ml pobrać pipetą 10 ml roztworu, rozcieńczyć wodą do około 150 ml, dodać 2 ÷ 3 ml roztworu buforowego o pH = 10 na każde 100 ml cieczy, następnie na końcu łopatkki - stałej mieszaniny czerni eriochromowej T z chlorkiem sodowym i miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do przejścia zabarwienia roztworu z czerwonego w niebieskie. Wykonać co najmniej trzy oznaczenia.

Zawartość chlorku kadmowego (X) obliczyć w procentach ze wzoru

$$X = \frac{V \cdot M \cdot 0,22836 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 10} = \frac{V \cdot M \cdot 228,36}{m}$$

w którym:

m - odważka badanego chlorku kadmowego, g,

V - objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, ml,

M - molarność roztworu wersenianu dwusodowego,

0,22836 - ilość chlorku kadmowego odpowiadająca 1 ml ściśle 1m roztworu wersenianu dwusodowego, g.

Różnica pomiędzy dwoma kolejnymi oznaczeniami nie powinna przekraczać 0,2%.

4.2.3. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 60 g badanego chlorku kadmowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 600 ml wody, do

roztworu dodać 2 ml kwasu solnego cz.d.a. (1,12) i wykonać oznaczanie zgodnie z PN-54/C-05417.

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

- dla odczynnika cz.d.a. - 3 mg,
- dla odczynnika cz. - 12 mg.

4.2.4. Oznaczanie zawartości siarczanów (SO_4^{2-}). 2 g badanego chlorku kadmowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04519 sposobem A. Do roztworów porównawczych dodać:

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

4.2.5. Oznaczanie zawartości azotu całkowitego (N)

4.2.5.1. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy, nie zawierający związków azotu, przygotowany wg PN/C-06501.
- b) Stop Devardy cz.d.a.
- c) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,84) roztwory: 0,1n i 1 + 3.
- d) Odczynnik Nesslera przygotowany wg PN/C-06501.
- e) Roztwór wzorcowy zawierający związki azotu (N), przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg N.

4.2.5.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku kadmowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 100 ml wody w kolbie aparatu destylacyjnego i dodać 1 g stopu Devardy. Kolbę połączyć przez łapacz kropel z chłodnicą zakończoną przedłużaczem zanurzonym w odbieralniku, zawierającym 5 ml 0,1n kwasu siarkowego i 35 ml wody. Odbieralnik zabezpieczyć od możliwości pochłaniania amoniaku z otoczenia przy pomocy płuczki ochronnej zawierającej roztwór kwasu siarkowego (1+3). Następnie przez lejek umieszczony w korku kolby destylacyjnej, zamykany przy pomocy kurka lub ściskacza, wlać 20 ml roztworu wodorotlenku sodowego i pozostawić na 1 godz, po czym oddestylować z kolby około 700 ml cieczy do odbieralnika. Roztwór w odbieralniku uzupełnić wodą do 100 ml, wymieszać, odmierzyć z niego 50 ml dla odczynnika cz.d.a. i 20 ml dla odczynnika cz. do cylindra Nesslera pojemności 100 ml, rozcieńczyć do 50 ml w przypadku odczynnika cz., dodać 2 ml roztworu wodorotlenku sodowego i 2 ml roztworu odczynnika Nesslera.

Badany chlorek kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie roztworu badanego nie będzie silniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie w następujący sposób: do kolby aparatu destylacyjnego wlać 100 ml roztworu zawierającego:

- dla odczynnika cz.d.a. - 0,04 mg N,
- dla odczynnika cz. - 0,04 mg N,

dodać 1 g stopu Devardy, 20 ml roztworu wodorotlenku sodowego i dalej postępować tak jak przy próbie badanej dla danego gatunku.

4.2.6. Oznaczanie zawartości substancji niestrącalnych siarkowodorem (jako siarczany)

4.2.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny cz.d.a. (1,12).
- b) Siarkowodór.
- c) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).

4.2.6.2. Wykonanie oznaczenia. 15 g badanego chlorku kadmowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 100 ml wody, dodać 7 ml kwasu solnego, uzupełnić objętość roztworu wodą do 300 ml i wysycić siarkowodorem. Po 3 ÷ 4 godz roztwór przesączyć. Do 60 ml przesącza dodać 1 ml kwasu siarkowego i odparować początkowo na łaźni wodnej, potem na piaskowej do całkowitego odpędzenia par kwasu siarkowego. Pozostałość rozpuścić w 10 ml wody i przesączyć przez mały sącdek do zważonej uprzednio z dokładnością do 0,0002 g parownicy platynowej lub kwarcowej. Sącdek przemyć 5 ml zimnej wody, zbierając przesącz do tej samej parownicy i odparować do sucha, początkowo na łaźni wodnej, potem na piaskowej, pozostałość wyprażyć do stałej masy w temperaturze około 600°C.

Badany chlorek kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli masa wyprażonej pozostałości nie przekroczy:

dla odczynnika cz.d.a. - 3 mg,

dla odczynnika cz. - 9 mg.

Pozostały przesącz zachować do następnego oznaczenia.

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

4.2.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Żelazocyjanek potasowy cz.d.a., roztwór 3-procentowy, świeżo przygotowany.

b) Kwas siarkowy cz.d.a. (1,11).

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Zn^{2+} , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:100. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg Zn^{2+} .

4.2.7.2. Wykonanie oznaczenia. 20 ml roztworu otrzymanego wg 4.2.6.2 odparować na łaźni wodnej do sucha. Pozostałość rozpuścić 20 ml wody, roztwór przesączyć, do przesącza dodać 0,6 ml roztworu żelazocyjanku potasowego, 0,5 ml kwasu siarkowego i dokładnie wymieszać.

Badany chlorek kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli po 10 min zmętnienie powstałe w badanym roztworze nie będzie silniejsze od zmętnienia równocześnie przygotowanego roztworu porównawczego, zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,05 mg Zn^{2+} ,

dla odczynnika cz. - 0,2 mg Zn^{2+} .

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

4.2.8.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas cytrynowy cz.d.a.

b) Amoniak cz.d.a., roztwór 25-procentowy.

c) Dwuetylodwutiokarbaminian sodowy cz.d.a., roztwór 0,1-procentowy.

d) Alkohol izoamylowy cz.

e) Cytrynian amonowy, roztwór 20-procentowy, przygotowany w następujący sposób: 16,5 g kwasu cytrynowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 60 ml wody, dodać 20 ml roztworu amoniaku i uzupełnić objętość roztworu wodą do 100 ml.

f) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu^{2+} , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Cu^{2+} .

4.2.8.2. Wykonanie oznaczenia. 1 g badanego chlorku kadmowego dla odczynnika cz.d.a. i 0,5 g dla odczynnika cz., odważonych z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 10 ml wody w cylindrze pomiarowym z doszlifowanym korkiem pojemności 50 ml, dodać 5 ml roztworu cytrynianu amonowego, 3 ml amoniaku, 1 ml roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego, 10 ml alkoholu izoamylowego, mocno wytrząsnąć i zostawić w celu rozdzielania warstw.

Badany chlorek kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie warstwy alkoholowej w badanym roztworze nie będzie intensywniejsze niż zabarwienie warstwy alkoholowej w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie, a zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Cu^{2+} ,

dla odczynnika cz. - 0,025 mg Cu^{2+} .

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

4.2.9.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).

b) Rodanek amonowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+} , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe^{3+} .

4.2.9.2. Wykonanie oznaczania. 2 g badanego chlorku kadmowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody, dodać 0,5 ml kwasu azotowego i ogrzać do wrzenia. Po ochłodzeniu roztworu dodać 2 ml roztworu rodanku amonowego i wymieszać.

Badany chlorek kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie powstałe w roztworze badanym nie będzie silniejsze niż zabarwienie w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie, a zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Fe^{3+} ,

dla odczynnika cz. - 0,04 mg Fe^{3+} .

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

4.2.10.1. Odczynniki i roztwory

a) Amoniak cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

b) Cyjanek potasowy cz.d.a.,

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

d) Czterochlorek węgla cz.d.a.

e) Roztwór dwufenylotiokarbazonu (ditizon) cz.d.a. przygotowany w następujący sposób: 0,02 g ditizonu, odważonego z dokładnością do 0,0002 g, rozpuścić w 100 ml czterochlorku węgla. Roztwór przelać do rozdzielacza pojemności 200 ml, dodać 50 ml roztworu otrzymanego przez zmieszanie 190 ml wody i 10 ml amoniaku i dobrze wytrząsnąć. Po rozwarstwieniu oddzielić warstwę wodną, a warstwę czterochlorku węgla ekstrahować jeszcze trzykrotnie 50 ml wyżej podanego roztworu amoniaku. Połączone wyciągi wodne przesączyć do rozdzielacza pojemności 500 ml, dodać 100 ml czterochlorku węgla, zakwaszyć 1 ml kwasu solnego, dokładnie wytrząsnąć i rozdzielić warstwy. Otrzymany roztwór ditizonu w czterochlorku węgla oddzielić od warstwy wodnej, przemyć pięciokrotnie wodą przez wytrząsanie w rozdzielaczu, następnie przesączyć przez suchy sączek.

f) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany wg PN/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10:1000. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb^{2+} .

4.2.10.2. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego chlorku kadmowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 100 ml, uzupełnić do kreski i dobrze wymieszać. Następnie pobrać pipetą do rozdzielacza 20 ml tego roztworu, dodać 20 ml wody, 0,5 ml roztworu amoniaku, 1 g cyjanku potasowego i ekstrahować mieszaniną składającą się z 5 ml czterochlorku węgla i 0,5 ml roztworu ditizonu. Ekstrakcję taką samą mieszaniną powtórzyć jeszcze 2 razy, następnie wytrząsnąć roztwór z 5 ml czterochlorku węgla. Roztwory zawierające czterochlorek węgla połączyć i przemyć dwukrotnie przez wytrząsanie w rozdzielaczu z 20 ml wody. Następnie roztwór wytrząsnąć dwukrotnie z 20 ml wody zakwaszonej 0,5 ml kwasu solnego.

Roztwór zawierający czterochlorek węgla przesączyć przez sącdek. Wodę zakwaszoną, użytą do przemywania, wyekstrahować trzykrotnie przez wytrząsanie z 5 ml czterochloru węgla. Czterochlorek węgla przesączyć przez poprzednio użyty sącdek. Przesącze zmieszać i porównać ich zabarwienie z zabarwieniem roztworu porównawczego.

Badany chlorek kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zielone zabarwienie wyciągu czterochloru węgla roztworu badanego nie będzie silniejsze niż zabarwienie wyciągu czterochloru węgla z roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie w identyczny sposób jak roztwór badany, zawierający w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,01 mg Pb^{2+} ,

dla odczynnika cz. - 0,06 mg Pb^{2+} .

4.2.11. Oznaczanie zawartości arsenu (As). 5 g badanego chlorku kadmowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 ml wody i wykonać oznaczenie wg PN/C-04511. Do roztworów porównawczych dodać:

dla odczynnika cz.d.a. - 0,005 mg As,

dla odczynnika cz. - 0,01 mg As.

4.2.12. Oznaczanie pH roztworu. 1 g badanego chlorku kadmowego cz.d.a., odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 19 ml wygotowanej i oziębionej wody i wykonać oznaczenie elektrometrycznie.

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

4.2.13. Oznaczanie kationów innymi metodami. Dopuszcza się ilościowe oznaczanie kationów metodą spektrograficzną.

K O N I E C