

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA		BN-76
	Odczynniki Azotan kadmowy		6191-73
			Zamiast BN-66/6191-73
			Grupa katalogowa X 51

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest azotan kadmowy stosowany jako odczynnik chemiczny. Azotan kadmowy ma:

- wzór chemiczny $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$,
- masę cząsteczkową 308,49.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń norma ustala dwa gatunki azotanu kadmowego oznaczone:

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

2.2. Przykład oznaczenia azotanu kadmowego czystego do analizy:

AZOTAN KADMOWY cz.d.a. BN-76/6191-73

3. WYMAGANIA

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

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
a) Azotanu kadmowego ($\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), %, nie mniej niż	99	98,5
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,005	0,01
c) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,001	0,005
d) Siarczanów (SO_4^{2-}), nie więcej niż	0,005	0,01

cd. tablicy

Wymagania	Gatunki	
	cz.d.a.	cz.
e) Soli amonowych (NH_4^+), %, nie więcej niż	0,01	0,02
f) Cynku (Zn^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	0,02
g) Miedzi (Cu^{2+}), nie więcej niż	0,002	0,005
h) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,0001	0,001
i) Ołowiu (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,005	0,01
j) Arsenu (As^{3+}), %, nie więcej niż	0,0001	0,0002
k) Sodiu, potasu i wapnia ($\text{Na}+\text{K}+\text{Ca}$), %, nie więcej niż	0,05	0,1

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

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

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

Masa opakowań netto:

25, 50, 100, 250, 500, 1000 g dla gatunku cz.d.a.
100, 250, 500, 1000 g dla gatunku cz.

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 zawartości azotanu kadmowego (3.2 a),

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego
Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 23 stycznia 1976 r. jako norma obowiązująca w zakresie produkcji
od dnia 1 października 1976 r. (Dz. Norm. i Miar nr 11/1976 poz. 39)

- b) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2 b),
- c) oznaczanie zawartości chlorków (3.2 c),
- d) oznaczanie zawartości siarczanów (3.2 d),
- e) oznaczanie zawartości soli amonowych (3.2 e),
- f) oznaczanie zawartości cynku (3.2 f),
- g) oznaczanie zawartości miedzi (3.2 g),
- h) oznaczanie zawartości żelaza (3.2 h),
- i) oznaczanie zawartości ołowiu (3.2 i),
- j) oznaczanie zawartości arsenu (3.2 j),
- k) oznaczanie zawartości sodu, potasu i wapnia (3.2 k).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki należy pobierać zgodnie z PN-70/C-80047. Ogólna masa średniej pobranej próby powinna wynosić najmniej 300 g.

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości azotanu kadmowego ($\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory — wg PN-68/C-4950 p. 2.4.

5.3.1.2 Wykonanie oznaczania. Około 0,4000 g badanego azotanu kadmowego rozpuścić w 150 cm³ wody w kolbie stożkowej pojemności 250÷300 cm³ i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04950 p. 2.12.

Zawartość azotanu kadmowego (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot 0,0154245 \cdot 100}{m_1} = \frac{V_1 \cdot 1,54245}{m_1}$$

w którym:

- V_1 — objętość ściśle 0,05 M roztworu wersenianu dwusodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- m_1 — odważka badanego azotanu kadmowego, g,
- 0,0154245 — ilość azotanu kadmowego, odpowiadająca 1 cm³ ściśle 0,05 M roztworu wersenianu dwusodowego, g.

5.3.2. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie. 60,00 g badanego azotanu kadmowego rozpuścić w 600 cm³ wody, dodać 2 cm³ kwasu azotowego (1,15) i dalej wykonać oznaczanie wg PN-54/C-04517. Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie zakwaszonej kwasem azotowym (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_1 \cdot 100}{m_2}$$

- a_1 — masa wysuszonej pozostałości, g,
- m_2 — odważka badanego azotanu kadmu, g.

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. 2,00 g badanego azotanu kadmowego rozpuścić w 40 cm³ wody i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04518 p. 2.4 Sposób A.

Badany azotan kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstała po 10 min opalizacja roztworu badanego nie będzie intensywniejsza od opalizacji roztworu porównawczego przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,02 mg Cl^- ,
- dla odczynnika cz. — 0,05 mg Cl^-

i te same ilości odczynników.

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. Do 1,00 g badanego azotanu kadmowego dodać 5 cm³ kwasu solnego i odparować na łaźni wodnej do sucha. Następnie pozostałość rozpuścić w 20 cm³ wody i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04519 p. 2.4.3 sposób A.

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

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,05 mg SO_4^{2-} ,
- dla odczynnika cz. — 0,1 mg SO_4^{2-}

i te same ilości odczynników.

5.3.5. Oznaczanie zawartości soli amonowych (NH_4^+)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a. roztwór 10-procentowy nie zawierający NH_4^+ , przygotowany wg PN-68/C-06500.

b) Kwas siarkowy 0,1 N.

c) Odczynnik Nesslera, przygotowany wg PN-68/C-06500.

d) Roztwór wzorcowy zawierający jony NH_4^+ , przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg NH_4^+ .

5.3.5.2. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego azotanu kadmowego rozpuścić w 100 cm³ wody w kolbie aparatu destylacyjnego. Kolbę połączyć przez łapacz kropel z chłodnicą przedłużaczem zanurzonym w odbieralniku, zawierającym 5 cm³ 0,1 N roztworu kwasu siarkowego i 35 cm³ wody. Następnie przez lejek umieszczony w korku kolby destylacyjnej i zamykany za pomocą kurka lub ściskacza wlać 20 cm³ roztworu wodorotlenku sodowego, po czym oddestylować z kolby około 70 cm³ cieczy do odbieralnika.

Roztwór w odbieralniku uzupełnić wodą do 100 cm³, do cylindra odmierzyć z niego 50 cm³ dla odczynnika cz.d.a. i 25 cm³ dla odczynnika cz. i dalej wykonać oznaczanie wg PN-68/C-04525 p. 2.4.

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

dla odczynnika cz.d.a. — 0,1 mg NH₄⁺,

dla odczynnika cz. — 0,1 mg NH₄⁺

i te same ilości odczynników.

5.3.6. Oznaczanie zawartości cynku (Zn²⁺)

5.3.6.1. Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej Pye Unicam SP90A seria 2 lub inny spektrofotometr absorpcji atomowej.

b) Lampa cynkowa z katodą wnątkową.

c) Palnik acetylenowy o podłużnym płomieniu.

5.3.6.2. Odczynniki i roztwory

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

b) Roztwór wzorcowy zawierający jony Zn²⁺ przygotowany wg PN-68/C-06500. Rozcieńczony roztwór wzorcowy zawierający 0,01 mg Zn²⁺ w 1 cm³ przygotować przez rozcieńczenie stężonego roztworu wzorcowego kwasem azotowym 0,001 N w stosunku 10+990.

5.3.6.3. Przygotowanie 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 0,001 N roztworem kwasu azotowego do kreski. Otrzymane roztwory zawierają kolejno 2·10⁻⁷, 4·10⁻⁷, 6·10⁻⁷, 8·10⁻⁷ i 1·10⁻⁶ g Zn²⁺/cm³.

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

Zmierzyć absorbancję roztworów dla odpowiednich stężeń cynku 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 acetyleny — 1,1 l/min,

długość fali — 213,9 mm,

szerokość szczeliny — 0,10 mm,

nateżenie prądu lampy — 8 mA,

wysokość palnika — 8 mm.

Wzmocnienie, ekspansję i stałą czasową ustalić na optymalne warunki zgodnie z instrukcją obsługi spektrofotometru.

5.3.6.4. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanego azotanu kadmowego rozpuścić w wodzie i uzupeł-

nić do kreski w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³. Otrzymany roztwór wprowadzić do płomienia palnika w warunkach identycznych, jak przy przygotowywaniu krzywej wzorcowej i odczytać absorbancję.

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

Stężenie cynku w badanym roztworze odczytać z krzywej wzorcowej. Zawartość cynku w badanym azotanie kadmowym obliczyć w procentach (X₃) wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_2 \cdot V_2 \cdot 100}{m_3}$$

w którym:

a₂ — stężenie cynku w badanym roztworze odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm³,

V₂ — objętość badanego roztworu azotanu kadmowego, cm³,

m₃ — odważka badanego azotanu kadmowego, g.

5.3.7. Oznaczanie zawartości miedzi (Cu²⁺)

5.3.7.1. Odczynniki, roztwory i aparatura

a) Kwas solny sp.cz. (1,19) oraz roztwory 0,1 N, 1 N i 6 N.

b) Kwas azotowy sp.cz. (1,4).

c) Amoniak cz.d.a. (25-procentowy roztwór).

d) Cytrynian amonowy cz.d.a. 20-procentowy roztwór.

e) Wersenian dwusodowy cz.d.a. 0,1 M roztwór.

f) Kwas siarkowy cz.d.a. 1 N roztwór.

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

h) Ditizon cz.d.a. roztwór 0,01-procentowy w czterochlorku węgla przygotowany w następujący sposób:

rozpuścić 50 mg ditizonu (przeliczając na aktywny nieutleniony odczynnik) w 100 cm³ chloroformu. Roztwór przenieść do rozdzielacza pojemności 500 cm³ i wyklócić ze 100 cm³ amoniaku (1+49). Brunatną warstwę chloroformową odrzucić a pomarańczowy amoniakalny roztwór ditizonu zakwasić 1 N kwasem siarkowym wyklócić z 200 cm³ czterochlorku węgla do odbarwienia fazy wodnej. Oczyszczanie (przesączanie do amoniaku i zakwaszenie) prowadzić tak długo, aż warstwa czterochlorku węgla pozostanie prawie bezbarwna. Oczyszczony zielony czterochlorkowy roztwór ditizonu rozcieńczyć czterochlorkiem węgla do objętości 500 cm³ i przechowywać w ciemnej butelce pod warstwą 20 cm³ kwasu siarkowego 2 N.

i) Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu²⁺ przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mgCu²⁺.

j) Fotokolorymetr i komplet kuwet kolorymetrycznych.

5.3.7.2. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do sześciu zlewek pojemności 200 cm³ wprowadzić kolejno roztwory wzorcowe zawierające: 0,000, 0,005, 0,0125, 0,025, 0,050, 0,075, 0,1 mg Cu²⁺ oraz 50 cm³ wody, dodać 1,4 cm³ kwasu siarkowego, (1,84) i przenieść do rozdzielacza pojemności 100 cm³. Do roztworu dodać 3 cm³ ditizonu w czterochlorku węgla i ekstrahować miedź dwukrotnie przez pięciominutowe wytrząsanie w rozdzielaczu. Warstwy czterochlorkowe oddzielić, przenieść do rozdzielacza pojemności 50 cm³, przemyć 20 cm³ 0,1 N roztworu kwasu solnego. Warstwę kwasową odrzucić, a warstwę czterochlorkową przenieść do rozdzielacza i wyklócić dwukrotnie 10 cm³ 6 N kwasu solnego.

Połączone warstwy kwasowe odmyć od wolnego ditizonu przez trzykrotne wyklócanie 2 cm³ czterochlorku węgla.

Warstwę kwasową przenieść do parowniczkii kwarcowej i odparować prawie do sucha. Suchą pozostałość rozpuścić w 0,5 cm³ 1 N roztworu kwasu solnego i 5 cm³ wody, dodać 0,5 cm³ roztworu cytrynianu amonowego, 0,5 cm³ roztworu wersenianu dwusodowego, doprowadzić amoniakiem pH roztworu do 8,5 i przenieść ilościowo do rozdzielacza pojemności 50 cm³. Następnie ekstrahować miedź dwukrotnie dodając do roztworu 0,1 cm³ dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego i 1,5 cm³ czterochlorku węgla.

Ekstrakty czterochlorkowe połączyć, uzupełnić do objętości 5 cm³ i przenieść do kuwety kolorymetrycznej o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm³. Po upływie 1 min zmierzyć absorbancję w odniesieniu do czterochlorku węgla za pomocą fotokolorymetru posługując się filtrem niebieskim o długości fali 420 nm.

Z otrzymanych danych należy sporządzić krzywą wzorcową. Do wyznaczenia każdego punktu krzywej wzorcowej należy obliczyć wielkość absorbancji z trzech równoległych oznaczeń.

5.3.7.3. Wykonanie oznaczenia. 1,00 g badanego azotanu kadmowego rozpuścić w 50 cm³ wody, dodać 1,4 cm³ kwasu siarkowego (1,83) i przenieść do rozdzielacza pojemności 100 cm³. Do roztworu dodać 3 cm³ ditizonu w czterochlorku węgla i ekstrahować miedź dwukrotnie przez pięciominutowe wyklócanie w rozdzielaczu.

Warstwy czterochlorkowe oddzielić, przenieść do rozdzielacza pojemności 50 cm³, przemyć 20 cm³ 0,1 N roztworu kwasu solnego.

Warstwę kwasową odrzucić, a warstwę czterochlorkową wyklócić dwukrotnie z 10 cm³ 6 N roztworu kwasu solnego.

Połączone warstwy kwasowe odmyć od wolne-

go ditizonu przez trzykrotne wyklócanie 2 cm³ czterochlorku węgla, przenieść do parowniczkii kwarcowej i odparować do sucha. Dalej postępować tak, jak przy przygotowaniu krzywej wzorcowej. Ekstrakty czterochlorkowe połączyć i dopełnić do objętości 5 cm³ czterochlorkiem węgla.

Równocześnie przygotować próbę kontrolną z samych odczynników tak, jak przy przygotowaniu krzywej wzorcowej.

Z otrzymanych danych, posługując się krzywą wzorcową, odczytać zawartość miedzi w miligramach. Zawartość miedzi (X_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_3 \cdot 5 \cdot 100}{m_4 \cdot 1000} = \frac{a_3 \cdot 0,5}{m_4}$$

w którym:

- a_3 — zawartość miedzi odczytana z krzywej wzorcowej, g/cm³,
- m_4 — odważka badanego azotanu kadmowego, g.

5.3.8. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺)

5.3.8.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas sulfosalicylowy roztwór 10-procentowy.
- b) Amoniak cz.d.a. (0,91).
- c) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe³⁺ przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe³⁺.

5.3.8.2. Wykonanie oznaczenia. 5,00 g badanego azotanu kadmowego rozpuścić w 20 cm³ wody w zlewce pojemności 50 cm³, dodać 2 cm³ kwasu sulfosalicylowego, wymieszać, dodać 10 cm³ amoniaku.

Badany azotan kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe 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 Fe³⁺,
- dla odczynnika cz. — 0,05 mg Fe³⁺

i te same ilości odczynników.

5.3.9. Oznaczanie zawartości ołowiu (Pb²⁺)

5.3.9.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny sp.cz. 1,19, 1+1 roztwór rozcieńczony 0,001 N roztwór.
- b) Woda amoniakalna sp.cz. roztwór 25-procentowy.
- c) Dwuetylodwutiokarbaminian sodu 0,01 M roztwór w czterochlorku węgla.
- d) Czterochlorek węgla cz.d.a. destylowany.
- e) Chloroform cz.d.a. destylowany.
- f) Cytrynian amonowy cz.d.a. 20-procentowy roztwór oczyszczony ditizonem.

g) Cyjanek potasowy cz.d.a. 10-procentowy roztwór przygotowany w następujący sposób: 25 g cyjanku potasowego rozpuścić w 35 cm³ wody i wyklócić roztwór małymi porcjami 0,01-procentowego ditizonu w czterochlorku węgla. Gdy warstwa czterochlorkowa przestanie zabarwiać się na różowo, wyklócić roztwór 20 cm³ porcjami chloroformu, aby usunąć częściowo rozpuszczony w alkalicznym roztworze wolny ditizon. Otrzymany prawie bezbarwny roztwór rozcieńczyć wodą do objętości 250 cm³ i przechowywać w butelce polietylenowej.

h) Chlorowodorek hydroksylaminy cz.d.a. 20-procentowy roztwór oczyszczony ditizonem.

i) Ditizon cz.d.a. roztwór 0,01-procentowy i 0,002-procentowy w czterochlorku węgla przygotowany wg p. 5.3.7.1 h).

j) Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb²⁺ przygotowany wg PN-68/C-06500 i rozcieńczony w stosunku 10+990. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Pb²⁺.

5.3.9.2. Aparatura

a) Fotokolorometr, filtr zielony.

b) Kuwety o grubości warstwy 1 cm.

5.3.9.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do sześciu zlewek pojemności 50 cm³ wprowadzić kolejno roztwór wzorcowy zawierający: 0,000, 0,005, 0,01, 0,02, 0,03 mg Pb²⁺, dodać 10 cm³ wody, przenieść ilościowo do rozdzielacza pojemności 50 cm³. Rozcieńczyć wodą do objętości 30 cm³, dodać 5 cm³ wody amoniakalnej 0,91 i wyklócać przez 5 min z 3 cm³ dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego w czterochlorku węgla. Oddzielić fazę organiczną, a fazę wodną odmyć 1 cm³ czterochlorku węgla. Przeprowadzić ekstrakcję jeszcze dwukrotnie.

Ekstrakty czterochlorkowe zebrać w parownicze kwarcowej i ostrożnie odparować na łaźni elektrycznej. Pozostałość zadać 2 cm³ kwasu solnego 1+1 i odparować prawie do sucha.

Parowniczkę płukać dwukrotnie 3 cm³ wody przenosząc cały roztwór do rozdzielacza pojemności 50 cm³. Roztwór doprowadzić amoniakiem 1 N do pH 9, dodać 0,5 cm³ cytrynianu amonowego, 2 cm³ roztworu cyjanku potasowego i pozostawić na 10 min. Następnie dodać 1 cm³ chlorowodoru hydroksyloaminy, wymieszać i ekstrahować ołów 2 cm³ porcjami roztworu ditizonu 0,01-procentowego dopóki ditizon nie przestanie zmieniać swego zabarwienia na różowe.

Połączone ekstrakty czterochlorkowe przemyć w rozdzielaczu wodą z dodatkiem amoniaku (0,25 cm³ amoniaku 1 N+10 cm³ wody) a następnie 10 cm³ wody.

Powstały różowomarchewkowy ditizonian ołowiu w czterochlorku węgla przenieść powtórnie do rozdzielacza i wyklócać dwukrotnie 10 cm³

0,001 N kwasu solnego (w celu rozłożenia ditizonianu ołowiu i oddzielenia od ewentualnych śladów ditizonianów cynku, kadmu i bizmutu).

Warstwę czterochlorkową odrzucić. Przeprowadzić powtórnie ekstrakcję ołowiu w znajdującej się warstwie kwasowej. Do warstwy kwasowej dodać 1 N roztworu amoniaku do pH 9, 0,5 cm³ roztworu cytrynianu amonowego, 0,25 cm³ roztworu cyjanku potasowego, wymieszać i pozostawić na 10 min. Następnie dodać 0,5 cm³ roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy i ekstrahować powtórnie 1 cm³ porcjami ditizonu 0,002-procentowego w czterochlorku węgla do chwili, aż ostatnia dodana porcja ditizonu nie zmieni swego zielonego zabarwienia.

Połączone ekstrakty czterochlorkowe odmyć 10 cm³ wody z dodatkiem 0,1 cm³ roztworu amoniaku 1 N, a następnie wodą. Różowy ekstrakt czterochlorkowy umieścić w kolbce pomiarowej pojemności 10 cm³, uzupełnić czterochlorkiem węgla do kreski i wymieszać.

Zmierzyć absorbancję roztworów wzorcowych i roztworu kontrolnego (nie zawierającego jonów Pb²⁺) w kuwetach o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm przy długości fali 520 nm (filtr zielony) stosując jako odnośnik czterochlorek węgla. Od absorbancji roztworów wzorcowych odjąć absorbancję roztworu kontrolnego.

Ze średnich wartości pomiarów sporządzić krzywą wzorcową zależności absorbancji od ilości ołowiu w g/cm³. Do wyznaczania krzywej wzorcowej należy przyjąć średnią wartość absorbancji z trzech równoległych pomiarów.

5.3.9.4. Wykonanie oznaczenia. 100 g badanego azotanu kadmowego rozpuścić w wodzie w kolbce pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić objętość roztworu wodą do kreski i wymieszać.

Pobrać pipetą 20 cm³ 0,2 g roztworu do rozdzielacza pojemności 50 cm³, dodać 10 cm³ wody i 5 cm³ wody amoniakalnej (0,91). Tak przygotowaną próbkę wyklócać przez 5 min z 3 cm³ dwuetylodwutiokarbaminianu sodowego w czterochlorku węgla. Oddzielić fazę organiczną, fazę wodną odmyć 1 cm³ czterochlorku węgla i przeprowadzić ekstrakcję jeszcze dwukrotnie. Dalej postępować tak, jak przy przygotowywaniu krzywej wzorcowej.

Ekstrakty czterochlorkowe zebrać w kolbce pojemności 10 cm³, uzupełnić czterochlorkiem do kreski i wymieszać.

Równocześnie przygotować próbę kontrolną z samych odczynników.

Zmierzyć absorbancję roztworu badanego i kontrolnego wobec czterochlorku węgla, tak jak przy przygotowaniu krzywej wzorcowej i odczytać zawartość ołowiu z wykresu. Zawartość ołowiu (X₅) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = \frac{a_4 \cdot 10 \cdot 100}{m_5}$$

w którym:

- a_4 — zawartość ołowiu odczytana z krzywej wzorcowej, g/cm³,
 m_5 — odważka badanego azotanu kadmowego, g.

5.3.10. Oznaczanie zawartości arsenu (As³⁺)

5.3.10.1. Odczynniki, roztwory i aparatura — wg PN-68/C-04511 p. 2.4 i 2.3.

5.3.10.2. Wykonanie oznaczania. Do 2,50 g badanego azotanu kadmowego dodać ostrożnie w parownicy kwarcowej 20 cm³ kwasu siarkowego (1,11) i odparować na kuchence elektrycznej, aż zaczną się wywiązywać pary kwasu siarkowego. Pozostałość rozpuścić w 20 cm³ wody i dalej prowadzić oznaczanie wg PN-68/C-04511 p. 2.6.

Badany azotan kadmowy odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie papierka bromortęciowego wywołane przez roztwór badany nie będzie intensywniejsze od zabarwienia papierka bromortęciowego wywołanego przez roztwór wzorcowy, przygotowany równocześnie i zawierający w tej samej objętości:

- dla odczynnika cz.d.a. — 0,0025 mg As³⁺,
dla odczynnika cz. — 0,005 mg As³⁺

i te same ilości odczynników.

Dopuszcza się oznaczanie zawartości arsenu metodą z dwuetylodwutiokarbaminianem srebra.

5.3.11. Oznaczanie zawartości sodu (Na⁺)

5.3.11.1. Aparatura. Fotometr płomieniowy wraz z kompletnym wyposażeniem.

5.3.11.2. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony Na⁺ przygotowany wg PN-68/C-04953 i rozcieńczony wodą w stosunku 10+90. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 1·10⁻⁴ g Na⁺ (0,01-procentowy roztwór Na⁺).

5.3.11.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej należy wykonać zgodnie z PN-68/C-04953 z wzorców przygotowanych w sposób następujący: do sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ wprowadzić kolejno: 0,5; 1,0; 2,5; 5; 7,5; 10 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego sodu i uzupełnić objętość roztworów wodą do kreski. Otrzymane roztwory zawierają kolejno: 5·10⁻⁷, 1·10⁻⁶, 2,5·10⁻⁶, 5·10⁻⁶, 7,5·10⁻⁶ i 1·10⁻⁵ g/cm³ sodu. Postępując zgodnie z PN-68/C-04953 wprowadzić kolejno do płomienia palnika acetylenowego przygotowane roztwory wzorcowe stosując jako odnośnik wodę oraz filtr interferencyjny Na — 59 i sporządzić z otrzymanych pomiarów krzywą wzorcową zależności wychylenia galwanometru od stężenia sodu w procentach.

5.3.11.4. Wykonanie oznaczenia. 1,00 g badanego azotanu kadmowego rozpuścić w 50 cm³ w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełnić wodę do kreski i wymieszać.

Otrzymany roztwór wprowadzić do płomienia palnika acetylenowego w warunkach, jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej i odczytać wychylenie galwanometru. Stężenie sodu w badanym roztworze odczytać z krzywej wzorcowej. Zawartość sodu w badanym azotanie kadmowym obliczyć w procentach (X₆) wg wzoru

$$X_6 = \frac{a_5 \cdot V_3 \cdot 100}{m_6}$$

w którym:

- a_5 — stężenie sodu w badanym roztworze odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm³,
 V_3 — objętość roztworu badanego azotanu kadmowego, cm³,
 m_6 — odważka badanego azotanu kadmowego, g.

Roztwór pozostały z oznaczania sodu pozostawić do oznaczania potasu i wapnia wg 5.3.12 i 5.3.13.

5.3.12. Oznaczanie zawartości potasu (K⁺)

5.3.12.1. Aparatura. Fotometr płomieniowy wraz z kompletnym wyposażeniem.

5.3.12.2. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony potasu (K⁺) przygotowany wg PN-68/C-04953 i rozcieńczony w stosunku 10+90. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 1·10⁻⁴ g K⁺ (0,01-procentowy roztwór K⁺).

5.3.12.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej należy wykonać zgodnie z PN-68/C-04953, stosując wzorce przygotowane w następujący sposób: do sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ wprowadzić kolejno 0,5, 1, 2,5, 5, 7,5 i 10 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego potasu i uzupełnić objętość roztworów wodą do kreski.

Otrzymane roztwory zawierają kolejno: 5·10⁻⁷, 1·10⁻⁶, 2,5·10⁻⁶, 5·10⁻⁶, 7,5·10⁻⁶, 1·10⁻⁵ g/cm³ potasu. Postępując zgodnie z PN-68/C-04953 wprowadzić kolejno do płomienia palnika acetylenowego przygotowane roztwory wzorcowe, stosując jako odnośnik wodę oraz filtr interferencyjny K — 17 i sporządzić z otrzymanych pomiarów krzywą wzorcową zależności wychylenia galwanometru od stężenia potasu w procentach.

5.3.12.4. Wykonanie oznaczania. Roztwór pozostały z oznaczania sodu wprowadzić do płomienia palnika acetylenowego w warunkach, jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej i odczytać wychylenie galwanometru. Stężenie potasu w badanym roztworze odczytać z krzywej wzorcowej (X₇) wg wzoru

$$X_7 = \frac{a_6 \cdot V_4 \cdot 100}{m_7}$$

w którym:

- a_6 — stężenie potasu w badanym roztworze odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm³,
- V_4 — objętość roztworu badanego azotanu kadmowego, cm³,
- m_7 — odważka badanego azotanu kadmowego, g.

5.3.13. Oznaczanie zawartości wapnia (Ca²⁺)

5.3.13.1. Aparatura. Fotometr płomieniowy wraz z kompletnym wyposażeniem.

5.3.13.2. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony wapnia Ca²⁺ przygotowany wg PN-68/C-04953 i rozcieńczony w stosunku 10+90. 1 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 1·10⁻⁴ g Ca²⁺ (0,01-procentowy roztwór Ca²⁺).

5.2.13.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej należy wykonać zgodnie z PN-68/C-04953, stosując wzorce przygotowane w następujący sposób: do sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 cm³ wprowadzić kolejno 0,5, 1, 2,5, 5, 7,5 i 10 cm³ rozcieńczonego roztworu wzorcowego wapnia i uzupełnić objętość roztworów wodą do kreski.

Otrzymane roztwory zawierają kolejno: 5·10⁻⁷, 1·10⁻⁶, 2,5·10⁻⁶, 5·10⁻⁶, 7,5·10⁻⁶ i 1·10⁻⁵ g/cm³ wapnia. Postępując zgodnie z PN-68/C-04953 wprowadzić kolejno do płomienia palnika acetylenowego przygotowane roztwory wzorcowe, stosu-

jąc jako odnośnik wodę oraz filtr interferencyjny Ca — 63 i sporządzić z otrzymanych pomiarów krzywą wzorcową w zależności wychylenia galwanometru od stężenia wapnia w procentach.

5.3.13.4. Wykonanie oznaczania. Roztwór pozostały z oznaczania sodu wprowadzić do płomienia palnika acetylenowego w warunkach, jak przy sporządzaniu krzywej wzorcowej i odczytać wychylenie galwanometru.

Zawartość wapnia w badanym azotanie kadmowym obliczyć w procentach (X_8) wg wzoru

$$X_8 = \frac{a_7 \cdot V_5 \cdot 100}{m_8}$$

w którym:

- a_7 — stężenie wapnia w badanym roztworze odczytane z krzywej wzorcowej, g/cm³,
- V_5 — objętość badanego roztworu azotanu kadmowego, cm³,
- m_8 — odważka badanego azotanu kadmowego, g.

5.3.14. Obliczanie sumy zawartości sodu, potasu i wapnia. Sumę potasu, sodu i wapnia w badanym azotanie kadmowym obliczyć w procentach (Y) ze wzoru

$$Y = X_6 + X_7 + X_8$$

w którym:

- X_6 — zawartość sodu obliczona wg 5.3.11.4.
- X_7 — zawartość potasu obliczona wg 5.3.12.4.
- X_8 — zawartość wapnia obliczona wg 5.3.13.4.

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-66/6191-73

- a) zmieniono oznaczanie zawartości cynku,
- b) zmieniono oznaczanie zawartości miedzi,
- c) zmieniono oznaczanie zawartości żelaza,
- d) zmieniono oznaczanie zawartości ołowiu,
- e) wprowadzono oznaczanie sodu, potasu i wapnia zamiast oznaczania zawartości metali alkalicznych j. siarczany,

- f) zaostorzono zawartości głównego składnika dla cz.,
- g) wykreślono oznaczanie zawartości substancji strącalnych amoniakiem (jak tlenki) i zawartości talu.

3. Normy związane

PN-68/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN-54/C-04517 Chemiczne badania i próby. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie w produktach chemicznych

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-04525 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości amonu w bezbarwnych roztworach metodą kolorymetryczną

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

PN-68/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości substancji podstawowej

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych do kolorimetrii i nefelometrii

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej