

POLIGRAFIA	N O R M A B R A N Ż O W A		BN-86
	Roztwory galwaniczne do wkłęsłodruku		7469-42/17
	Metody badań		
	Oznaczanie zawartości żelaza i miedzi w kąpeli chromowej		
Electrolytes for gravure cylinders plating Testing methods Determination of iron and copper content in the chromium bath	Гальванические растворы для глубокой печати Методы испытаний Определение содержания железа и меди в растворе для осаждения хрома	Elektrolysebäder für Tiefdruckverfahren Prüfmethode Spurek-Gehaltsbestimmung von Eisen und Kupfer von Chrombad	
		Grupa katalogowa 1699	

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem niniejszego arkusza normy są dwie metody badania roztworu kąpeli chromowej wg BN-86/7469-42/02 tab., lp. 3 na śladową zawartość żelaza i miedzi.

1.2. Rodzaje metod badań

- Oznaczanie śladowych zawartości żelaza.
- Oznaczanie śladowych zawartości miedzi.

2. BADANIA

2.1. Pobieranie próbek, czystość odczynników, liczba równoległych oznaczeń — wg BN-86/7469-42/01.

2.2. Oznaczanie śladowych zawartości żelaza

2.2.1. Zasada oznaczania polega na oddzieleniu żelaza w postaci wodorotlenku żelazowego w środowisku amoniakalnym, a następnie miareczkowaniu jonów żelaza trójwartościowego roztworem wersenianu dwusodowego wobec kwasu sulfosalicylowego jako wskaźnika.

2.2.2. Odczynniki, roztwory i materiały — wg BN-86/7469-42/14 p. 2.2.2, oraz nadsiarczan amonowy $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ lub potasowy $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$.

2.2.3. Wykonanie oznaczania. Przenieść pipetą 5 ml badanego roztworu do kolby stożkowej pojemności 250 ml, rozcieńczyć wodą do około 100 ml, dodać 2 ml stężonego kwasu siarkowego, 0,2 g nadsiarczanu amonowego lub potasowego i gotować roztwór około 20 min. Zawartość kolby ochłodzić, dodać kilka kropel nadtlenu wodoru do wyraźnej burzliwej reakcji. Dodać 50 ÷ 70 ml wody destylowanej i ponownie ogrzewać do wrzenia w celu usunięcia nadmiaru nadtlenu wodoru. Następnie małymi porcjami dodawać roztwór amoniaku do uzyskania wyraźnie alkalicznego odczynu

(mierzone papierkiem wskaźnikowym $\text{pH} = 8 \div 9$) lub do powstania niebieskogrnatowego zabarwienia kompleksu dwuwartościowej miedzi z amoniakiem i pozostawić w ciepłym miejscu na 15 ÷ 20 min. Powstały osad przefiltrować przez sączek. Pozostałość na sączku przemyć kilkakrotnie wodą gorącą zawierającą amoniak.

Przesącz pozostawić do oznaczania śladowych zawartości miedzi wg 2.3.

Przemyty na sączku osad wodorotlenku żelazowego rozpuścić i dalej postępować jak przy oznaczaniu żelaza wg BN-86/7469-42/14 p. 2.2.3.

2.2.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość żelaza (X_{Fe}) w gramach na litr obliczyć wg wzoru

$$X_{\text{Fe}} = \frac{V \cdot c \cdot 0,05585 \cdot 1000}{5} \quad (1)$$

w którym:

- V — objętość mianowanego roztworu wersenianu dwusodowego zużyta do miareczkowania próbki badanego roztworu, ml,
- c — stężenie roztworu wersenianu dwusodowego, mol/l,
- 0,05585 — liczba gramów żelaza odpowiadająca 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 1 \text{ mol/l}$,
- 1000 — współczynnik równy stosunkowi 1 l : 1 ml,
- 5 — objętość próbki, ml.

2.2.5. Wynik końcowy oznaczania należy podać z dokładnością do 0,002 g/l. Różnica między oznaczeniami uwzględnianymi przy obliczaniu wyniku końcowego — nie większa niż 2%.

Zgłoszona przez Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Poligraficznego
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Ośrodka Badawczo-Rozwojowego Przemysłu Poligraficznego
dnia 25 kwietnia 1986 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1987 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 10/1986, poz. 20)

2.3. Oznaczanie śladowych zawartości miedzi

2.3.1. Zasada oznaczania polega na jednometrycznym miareczkowaniu wg BN-86/7469-42/11 p. 2.2 jonów miedzi obecnych w przesączu uzyskanym po oddzieleniu żelaza z próbki badanego roztworu wg 2.2.3.

2.3.2. Odczynniki i roztwory — wg BN-86/7469-42/11 p. 2.2.2 oraz kwas siarkowy 30%(m/m).

2.3.3. Wykonanie oznaczania. Przesącz uzyskany wg 2.2.3 ogrzewać do usunięcia amoniaku, co poznajemy po zmianie barwy z niebieskiej na zieloną. Następnie ochłodzić do temperatury pokojowej, rozcieńczyć wodą do około 100 ml, dodać 5 ml roztworu kwasu siarkowego i 10 ml roztworu jodku potasowego. Dobrze wymieszać, zamknąć korkiem, odstawić na $5 \div 10$ min w ciemne miejsce. Miareczkować wg BN-86/7469-42/11 p. 2.2.3.

2.3.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość miedzi (X_{Cu}) w gramach na litr obliczyć wg wzoru

$$X_{Cu} = \frac{V \cdot c \cdot 0,06354 \cdot 1000}{5} \quad (2)$$

w którym:

V — objętość mianowanego roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do miareczkowania, ml,

c — stężenie roztworu tiosiarczanu sodowego, mol/l,

0,06354 — liczba gramów miedzi odpowiadająca 1 ml roztworu tiosiarczanu o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1$ mol/l,

1000 — współczynnik równy stosunkowi 1 l : 1 ml,

5 — objętość próbki, ml.

2.3.5. Wynik końcowy oznaczania należy podać z dokładnością do 0,0002 g/l. Różnica między oznaczeniami uwzględnianymi przy obliczaniu wyniku końcowego — nie większa niż 2%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Poligraficznego, Warszawa.

2. Normy związane

BN-86/7469-42/01 Roztwory galwaniczne do wkłęsłodruku. Metody badań. Zakres i postanowienia ogólne normy

BN-86/7469-42/02 Roztwory galwaniczne do wkłęsłodruku. Metody badań. Program badań

BN-86/7469-42/11 Roztwory galwaniczne do wkłęsłodruku. Metody badań. Oznaczanie zawartości miedzi w kąpiel miedziowej

BN-86/7469-42/14 Roztwory galwaniczne do wkłęsłodruku. Metody badań. Oznaczanie zawartości żelaza w kąpiel miedziowej

3. Autorzy projektu normy — mgr Barbara Stankiewicz, Krystyna Miąsko, mgr inż. Jadwiga Muzyczek — Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Poligraficznego.