

POLIGRAFIA	N O R M A B R A N Ż O W A		BN-86
	Roztwory galwaniczne do wkłęsłodruku Metody badań		7469-42/15
	Oznaczanie zawartości chromu w kąpeli chromowej		Grupa katalogowa 1699
Electrolytes for gravure cylinders plating Testing methods Determination of chromium content in the chromium bath	Гальванические растворы для глубокой печати Методы испытаний Определение содержания хрома в растворе для осаждения меди	Elektrolysebäder für Tiefdruckverfahren Prüfmethoden Chrom-Gehaltsbestimmung von Chrombad	

1. Przedmiot normy. Przedmiotem niniejszego arkusza normy jest oznaczanie zawartości jonów chromu sześciowartościowego oraz jonów chromu trójwartościowego w roztworze kąpeli chromowej wg BN-86/7469-42/02 tabl., lp. 3.

2. Zasada oznaczania polega na utlenianiu jonów jodkowych przez jony chromu sześciowartościowego do jodu i odmiareczkowaniu jodu mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego w obecności skrobi.

W przypadku oznaczania jonów chromu trójwartościowego należy je utlenić za pomocą nadsiarczuanu potasowego do chromu sześciowartościowego i oznaczyć sumaryczną zawartość chromu w roztworze.

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

4. Odczynniki i roztwory

a) Tiosiarczan sodowy, roztwór mianowany o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,05 \text{ mol/l}$.

b) Jodek potasowy, roztwór wodny 10%(m/m).

c) Kwas solny, (1,18) i roztwór 1+1.

d) Skrobia, roztwór 1%(m/m) przygotowany wg PN-81/C-06500 lp. 2.2.61.

e) Wodorofluorek amonowy (NH_4HF).

f) Nadsiarczan potasowy ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$).

5. Wykonanie oznaczania. Do kolby pomiarowej pojemności 500 ml odmierzyć pipetą 20 ml badanego roztworu, dopełnić wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Pobrać pipetą 5 ml roztworu z kolby pomiarowej i przenieść do kolby stożkowej, rozcieńczyć wodą do około 100 ml. Przy oznaczaniu całkowitej zawartości chromu dodać 0,2 g nadsiarczuanu potasu, wymieszać do całkowitego rozpuszczenia i następnie gotować około 20 min. Ostudzić, dodać 0,1 g wodorofluorku amonowego, wymieszać, dodać 10 ml roztworu kwasu solnego oraz 10 ml roztworu jodku potasowego, wymieszać i pozostawić w zaciemnionym miejscu na $10 \div 20 \text{ min}$. Po odstaniu miareczkować

roztworem tiosiarczanu sodowego do zmiany zabarwienia na ciemnobrązowe, następnie dodać kilka kropel roztworu skrobi i dalej miareczkować do zaniku niebieskiego zabarwienia. Przy oznaczaniu chromu sześciowartościowego do kolby stożkowej zawierającej 5 ml badanego roztworu rozcieńczonego wodą destylowaną do około 100 ml dodać 0,1 g wodorotlenku amonowego, wymieszać, dodać 10 ml roztworu kwasu solnego i 10 ml jodku potasowego, wymieszać i pozostawić w zaciemnionym miejscu na $10 \div 20 \text{ min}$. Po odstawieniu miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego jak wyżej.

6. Obliczanie wyników

a) Zawartość jonów chromu sześciowartościowego w przeliczeniu na trójtlenek chromowy (X_{CrO_3}), w gramach na litr obliczyć wg wzoru

$$X_{\text{CrO}_3} = \frac{V_1 \cdot c \cdot 0,0666 \cdot 500 \cdot 1000}{20 \cdot 5} \quad (1)$$

w którym:

V_1 — objętość tiosiarczanu sodowego zużyta do miareczkowania, podczas oznaczania chromu sześciowartościowego, ml,
 c — stężenie molowe tiosiarczanu sodowego, mol/l,

0,0666 — liczba gramów trójtlenku chromowego odpowiadająca 1 ml roztworu sodowego o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1 \text{ mol/l}$,

500; 20; 5 — współczynniki rozcieńczania badanego roztworu,

1000 — współczynnik równy stosunkowi 1 l : 1 ml.

b) Zawartość jonów chromu trójwartościowego w przeliczeniu na tlenek chromowy ($X_{\text{Cr}_2\text{O}_3}$), w gramach na litr obliczyć wg wzoru

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)

$$X_{Cr_2O_3} = \frac{(V - V_1) \cdot c \cdot 0,0506 \cdot 500 \cdot 1000}{20 \cdot 5} \quad (2)$$

w którym:

V — objętość tiosiarczanu sodowego zużyta do miareczkowania przy oznaczaniu całkowitej zawartości chromu, ml,

V_1 — objętość tiosiarczanu sodowego zużyta do miareczkowania podczas oznaczania chromu sześciowartościowego, ml,

c — stężenie molowe tiosiarczanu sodowego, mol/l,

0,0506 — liczba gramów tlenku chromowego odpowiadająca 1 ml roztworu tiosiarczanu sodowego o $c(Na_2S_2O_3) = 1$ mol/l,

500; 1000; 20; 5 — wg wzoru (1).

7. Wynik końcowy oznaczania podać z dokładnością do 0,02 g/l. Różnica między oznaczaniami uwzględnianymi przy obliczaniu wyniku końcowego — nie większa niż 1%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Normy związane

PN-81/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników i roztworów pomocniczych

BN-86/7649-42/01 Roztwory galwaniczne do wkleśtodruku. Metody badań. Zakres i postanowienia ogólne normy

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

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