

|                                                                           |                                                                                             |                                                                                         |                                                                         |
|---------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|
| POLIGRAFIA                                                                | NORMA BRANŻOWA                                                                              |                                                                                         | BN-83                                                                   |
|                                                                           | Technika drukowania wklęsłego<br>Papier pigmentowy<br>Uczulanie i przechowywanie            |                                                                                         | 7432-01                                                                 |
|                                                                           |                                                                                             |                                                                                         | Zamiast<br>BN-75/7432-01                                                |
|                                                                           |                                                                                             |                                                                                         | Grupa katalogowa 1693                                                   |
| Photogravure<br>Sensitizing and storage<br>of sensitized pigment<br>paper | Technique d'héliogravure<br>Sensibilisation et stockage<br>du papier pigment<br>sensibilise | Глубокая печать<br>Пигментная бумага<br>Очувствление и хране-<br>ние после очувствления | Tiefdruck<br>Sensibilisierung<br>und Aufbewahrung des<br>Pigmentpapiers |

1. WSTĘP

poligraficznych papieru pigmentowego firmy Autotype.

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są warunki uczulania oraz przechowywania uczulonego papieru pigmentowego.

1.3. Określenia - wg BN-72/7401-09.

2. UCZULANIE

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Norma obowiązuje w zakresie uczulania i przechowywania w zakładach

2.1. Roztwór uczulający. Wymagania dotyczące roztworu uczulającego podano w tab. 1.

Tabela 1

| Wyszczególnienie                                                                                                                                                                                                                                           | Jednostka miary   | Wymagania                                                                                                                 | Badania                            |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------|
| 1                                                                                                                                                                                                                                                          | 2                 | 3                                                                                                                         | 4                                  |
| Składniki roztworu                                                                                                                                                                                                                                         | -                 | - dwuchromian potasowy wg BN-74/6191-124<br>- woda destylowana                                                            | wg załącznika p. 1.1;<br>2.6 lub 3 |
| Zawartość dwuchromianu potasowego                                                                                                                                                                                                                          | g/dm <sup>3</sup> | 30 ±2                                                                                                                     |                                    |
| Zawartość chromu trójwartościowego w przeliczeniu na dwuchromian potasowy (zredukowany), nie więcej niż                                                                                                                                                    |                   | 1,5 <sup>1)</sup>                                                                                                         | wg załącznika p. 1.2<br>lub 2.7    |
| Zawartość substancji organicznych w przeliczeniu na glicerynę, nie więcej niż                                                                                                                                                                              |                   | 12 <sup>1)</sup>                                                                                                          | wg załącznika p. 1.3<br>lub 2.8    |
| Odczyn roztworu                                                                                                                                                                                                                                            | pH                | 5,3 do 5,5                                                                                                                | pehametrem                         |
| Warunki przechowywania roztworu                                                                                                                                                                                                                            | -                 | - w szafie chłodniczej w temperaturze 6°C<br>- w szczelnie zamykanych naczyniach z ciemnego szkła<br>- po przefiltrowaniu | wizualnie                          |
| <sup>1)</sup> Liczbowe zawartości chromu trójwartościowego oraz związków organicznych podano jako wartości orientacyjne; zaleca się uściślenie tych wartości w zależności od rodzaju stosowanego papieru pigmentowego i przyjętych warunków produkcyjnych. |                   |                                                                                                                           |                                    |

Zgłoszona przez Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Poligraficznego  
Ustanowiona przez Dyrektora Ośrodka Badawczo-Rozwojowego Przemysłu Poligraficznego dnia 17 listopada 1983 r.  
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1984 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1984 poz. 6 )

2.2. Warunki uczulania papieru pigmentowego podano w tab.2.

Tabela 2

| Wyszczególnienie                  |                                                                | Jednostka miary | Wymagania                                                                                                                 |
|-----------------------------------|----------------------------------------------------------------|-----------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Warunki w pomieszczeniu uczulania | wnętrze                                                        | -               | podłoga i ściany z materiału łatwo zmywalnego, nie powodującego powstawania kurzu lub innych zanieczyszczeń mechanicznych |
|                                   | temperatura                                                    | °C              | 20 ± 2                                                                                                                    |
|                                   | wilgotność względna powietrza                                  | %               | 55 ÷ 65                                                                                                                   |
|                                   | oświetlenie                                                    | lx              | nieaktywniczne o natężeniu poniżej 50                                                                                     |
| Warunki procesu uczulania         | roztwór uczulający                                             | -               | wg 2.1                                                                                                                    |
|                                   | temperatura roztworu uczulającego                              | °C              | 13 ±1                                                                                                                     |
|                                   | dopuszczalny czas uczulania                                    | s               | 150 + 210                                                                                                                 |
|                                   | tolerancja czasu uczulania                                     |                 | ±15                                                                                                                       |
|                                   | grubość warstwy roztworu uczulającego w kuwecie, nie mniej niż | cm              | 5                                                                                                                         |

2.3. Warunki suszenia podano w tab. 3.

Tabela 3

| Wyszczególnienie              | Jednostka miary | Wymagania          |                   |
|-------------------------------|-----------------|--------------------|-------------------|
| Sposób suszenia               | -               | nawiasem powietrza | filcami suszącymi |
| Temperatura                   | °C              | 20 ÷ 24            |                   |
| Wilgotność względna powietrza | %               | 58 ÷ 68            | -                 |
| Czas suszenia                 | h               | 1,75 ÷ 2,5         |                   |

2.4. Warunki klimatyzowania i przechowywania podano w tab.4.

Tabela 4

| Wyszczególnienie                                                  | Jednostka miary | Wymagania     |
|-------------------------------------------------------------------|-----------------|---------------|
| Klimatyzowanie wstępne ( w warunkach pomieszczenia zgodnie z 2.2) |                 |               |
|                                                                   |                 |               |
|                                                                   |                 |               |
| przed przechowywaniem w temperaturze 18 ÷ 22°C                    | -               | nie występuje |
| przed przechowywaniem w temperaturze 5 ÷ 7°C                      | h               | 5             |
| przed przechowywaniem w temperaturze -18 ÷ -20°C                  |                 | 24            |

cd. tab.4

| Wyszczególnienie                                |                     | Jednostka miary | Wymagania                                      |                                                                                                      |                                                                                                                          |
|-------------------------------------------------|---------------------|-----------------|------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Przechowywanie                                  | temperatura         | °C              | 18 ÷ 22                                        | 5 ÷ 7                                                                                                | -18 ÷ -20                                                                                                                |
|                                                 | czas przechowywania |                 |                                                |                                                                                                      |                                                                                                                          |
|                                                 | - nie mniej niż     | h               | 8                                              | 24                                                                                                   |                                                                                                                          |
|                                                 | - nie więcej niż    | -               | 24 h                                           | 7 dni lub wg instrukcji producenta                                                                   | 1 rok                                                                                                                    |
|                                                 | rodzaj opakowania   | -               | bez opakowania, między dwoma płytami szklanymi | pojemniki o szczelnym zamknięciu, zabezpieczające przed wymianą wilgoci (np. tekturowe lub metalowe) | pojemniki o szczelnym zamknięciu, zabezpieczające przed intensywną wymianą wilgoci (np. metalowe, z tworzywa sztucznego) |
| Klimatyzowanie końcowe w temperaturze otoczenia |                     | -               | nie występuje                                  | do wyrównania z temperaturą otoczenia bez otwierania pojemników                                      |                                                                                                                          |

K O N I E C

Informacje dodatkowe

Z A Ł A C Z N I K

METODY BADANIA ROZTWORU UCZULAJĄCEGO

1. METODA A

1.1. Oznaczanie zawartości dwuchromianu potasowego w roztworze

1.1.1. Zasada oznaczania polega na zredukowaniu chromu sześciowartościowego (Cr<sup>+6</sup>) nadmiarem soli Mohra w środowisku słabo kwaśnym i odmiareczkowaniu nadmiaru soli Mohra mianowanym roztworem nadmanganianu potasowego.

1.1.2. Odczynniki i roztwory oraz sprzęt laboratoryjny

- a) Kwas siarkowy wg BN-64/6191-10, 5-procentowy roztwór wodny,
- b) Siarczan żelazawo-amonowy (sól Mohra) wg BN-73/6191-109, roztwór o stężeniu 0,1 mola/dm<sup>3</sup> w 5-procentowym kwasie siarkowym.
- c) Nadmanganian potasowy wg BN-69/6191-89, roztwór wodny o stężeniu 0,1 mola/dm<sup>3</sup>.
- d) Woda destylowana.
- e) Szklany sprzęt laboratoryjny.

1.1.3. Wykonanie oznaczania. 10 cm<sup>3</sup> badanego roztworu uczulającego przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać.

10 cm<sup>3</sup> rozcieńczonego roztworu przenieść do kolby stożkowej pojemności 250 cm<sup>3</sup>, dodać 10 cm<sup>3</sup> wody destylowanej,

5 cm<sup>3</sup> 5-procentowego roztworu kwasu siarkowego oraz 10 cm<sup>3</sup> roztworu soli Mohra wg 1.1.2 b). Nadmiar soli Mohra natychmiast po dodaniu odmiareczkować roztworem nadmanganianu potasowego wg 1.1.2c) do uzyskania niezanikającego zabarwienia bładoróżowego.

Równocześnie wykonać ślepą próbę - miareczkować roztwór soli Mohra roztworem nadmanganianu potasowego.

1.1.4. Obliczanie wyniku. Zawartość dwuchromianu potasowego (X) w g/dm<sup>3</sup> obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot M \cdot 0,24516 \cdot 250 \cdot 100}{10 \cdot 10} \tag{Z-1}$$

w którym:

- V<sub>1</sub> - objętość roztworu nadmanganianu potasowego, zużyta do miareczkowania ślepej próby, cm<sup>3</sup>,
- V<sub>2</sub> - objętość roztworu nadmanganianu potasowego, zużyta do miareczkowania badanego roztworu, cm<sup>3</sup>,
- M - dokładne miano roztworu nadmanganianu potasowego,
- 0,24516- liczba gramów dwuchromianu potasowego odpowiadająca ściśle 1 cm<sup>3</sup> roztworu nadmanganianu potasowego o stężeniu 1 mol/dm<sup>3</sup>.

1.1.5. Wynik końcowy. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 1%.

## 1.2. Oznaczanie chromu trójwartościowego

1.2.1. Zasada oznaczania polega na utlenianiu chromu trójwartościowego do sześciowartościowego nadsiarczanem amonu, a następnie oznaczaniu sumarycznej zawartości chromu sześciowartościowego jak w 1.1.1. Zawartość chromu trójwartościowego stanowi różnicę między sumaryczną zawartością chromu oznaczoną wg 1.2, a zawartością chromu oznaczoną wg 1.1.

### 1.2.2. Odczynniki i roztwory oraz sprzęt laboratoryjny

- a) Kwas siarkowy wg BN-64/6191-10, stężony o gęstości  $1,84 \text{ g/cm}^3$ .
- b) Azotan srebra wg BN-71/6191-100, roztwór wodny 1-procentowy.
- c) Nadsiarczan amonu wg BN-69/6191-14, roztwór wodny 10-procentowy przygotowany bezpośrednio przed użyciem.
- d) Siarczan żelazawo-amonowy (sól Mohra) wg 1.1.2b).
- e) Woda destylowana.
- f) Nadmanganian potasowy wg 1.1.2 c).
- g) Szklany sprzęt laboratoryjny.

1.2.3. Wykonanie oznaczania.  $100 \text{ cm}^3$  roztworu rozcieńczonego jak w 1.1.3 przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności  $500 \text{ cm}^3$ , dodać  $200 \text{ cm}^3$  wody destylowanej,  $15 \text{ cm}^3$  kwasu siarkowego o gęstości  $1,84 \text{ g/cm}^3$  i ogrzewać do wrzenia. Do wrzącego roztworu dodać  $10 \text{ cm}^3$  roztworu azotanu srebra i  $20 \text{ cm}^3$  roztworu nadsiarczanu amonu wg 1.2.2c).

Jeżeli w ciągu 5 min próbka nie zabarwi się na żółto należy dodać jeszcze  $10 \text{ cm}^3$  nadsiarczanu amonu. Po zabarwieniu roztwór gotować jeszcze do chwili, aż na powierzchni pojawią się duże pęcherze powietrza (bąble) świadczące o całkowitym rozłożeniu się nadmiaru nadsiarczanu amonu.

Roztwór schłodzić, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności  $500 \text{ cm}^3$ , uzupełnić wodą destylowaną do kreski, wymieszać. Pobrać  $50 \text{ cm}^3$  z kolby pomiarowej, przenieść do kolby stożkowej pojemności  $250 \text{ cm}^3$ , dodać  $10 \text{ cm}^3$  roztworu soli Mohra i odmiareczkować jej nadmiar mianowanym roztworem nadmanganianu potasowego do uzyskania nie zanikającego bladoróżowego zabarwienia próbki.

1.2.4. Obliczanie wyniku. Zawartość chromu trójwartościowego w przeliczeniu na dwuchromian potasowy ( $X_1$ ) obliczyć w  $\text{g/dm}^3$  wg wzoru

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot M \cdot 0,24516 \cdot 1000 \cdot 250}{10 \cdot 10} \quad (Z-2)$$

w którym:

$V_1$  - objętość roztworu nadmanganianu potasowego zużyta do miareczkowania próbki przy oznaczaniu chromu trójwartościowego,  $\text{cm}^3$ ,

$V_2$  - objętość roztworu nadmanganianu potasowego zużyta do miareczkowania próbki przy oznaczaniu dwuchromianu potasowego wg 1.1.4,  $\text{cm}^3$ ,

$M$  - dokładne miano roztworu nadmanganianu potasowego,

0,24516 - liczba gramów dwuchromianu potasowego odpowiadająca ściśle  $1 \text{ cm}^3$  roztworu nadmanganianu potasowego o stężeniu  $1 \text{ mol/dm}^3$ .

1.2.5. Wynik końcowy. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż 2%.

## 1.3. Oznaczanie ogólnej zawartości substancji organicznych

1.3.1. Zasada oznaczania polega na utlenieniu substancji organicznych mieszaniną kwasu siarkowego i dwuchromianu potasowego na wrzącej łaźni wodnej, a następnie na odmiareczkowaniu nadmiaru chromu sześciowartościowego, który nie przereagował z substancjami organicznymi.

### 1.3.2. Odczynniki i roztwory oraz sprzęt laboratoryjny

- a) Kwas siarkowy wg 1.2.2a).
- b) Dwuchromian potasowy wg BN-74/6191-124 roztwór wodny o stężeniu  $0,1 \text{ mola/dm}^3$ .
- c) Siarczan żelazawo-amonowy (sól Mohra) wg 1.1.2b).
- d) Nadmanganian potasowy wg 1.1.2c).
- e) Szklany sprzęt laboratoryjny.

1.3.3. Wykonanie oznaczania. Do  $10 \text{ cm}^3$  roztworu badanego rozcieńczonego jak w 1.1.3, przeniesionego do kolby stożkowej pojemności  $250 \text{ cm}^3$  dodać  $10 \text{ cm}^3$  stężonego kwasu siarkowego i stopniowo wkraplać z biurety dokładnie odmierzaną objętość mianowanego roztworu dwuchromianu potasowego, dodając go w niewielkim nadmiarze.

Jeżeli objętość dodawanego roztworu dwuchromianu potasowego jest znaczna, należy zwiększyć również objętość kwasu siarkowego tak, aby ogólne stężenie kwasu wynosiło około 50%. Kolbę przykryć małą zlewką lub szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej około 1,5 h. Następnie zawartość kolby schłodzić, rozcieńczyć wodą destylowaną, dodać  $10 \pm 20 \text{ cm}^3$  soli Mohra i miareczkować jej nadmiar mianowanym roztworem nadmanganianu potasowego do uzyskania nie zanikającego bladoróżowego zabarwienia.

1.3.4. Obliczanie wyniku. Ponieważ w danym przypadku oznacza się różne zawartości substancji o różnych ciężarach cząsteczkowych, to wyliczanie może być tylko względ-

ne. Zawartość substancji organicznych ( $X_2$ ), w przeliczeniu na masę cząsteczkową gliceryny w 1 dm<sup>3</sup> badanego roztworu obliczyć w g/dm<sup>3</sup> wg wzoru

$$X_2 = \frac{G - (V_1 - V_2) \cdot M \cdot 0,24516 \cdot 0,1342 \cdot 1000 \cdot 250}{10 \cdot 10} \quad (Z-3)$$

w którym:

$G$  - ogólna masa dwuchromianu potasowego, znajdująca się w próbce badanej i dodana w nadmiarze do utleniania, g,

$V_1$  - objętość roztworu nadmanganianu potasowego zużyta do miareczkowania ślepej próby roztworu soli Mohra, cm<sup>3</sup>,

$V_2$  - objętość roztworu nadmanganianu potasowego zużyta do zmiareczkowania badanej próbki, cm<sup>3</sup>,

$M$  - dokładne miano roztworu nadmanganianu potasowego użytego do miareczkowania,

0,24516 - liczba gramów dwuchromianu potasowego odpowiadająca ściśle 1 cm<sup>3</sup> roztworu nadmanganianu potasowego o stężeniu 1 mola/dm<sup>3</sup>,

0,1342 - współczynnik przeliczenia na substancje organiczne (liczba gramów gliceryny odpowiadająca 1 g dwuchromianu potasowego).

**1.3.5. Wynik końcowy.** Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 5%.

## 2. METODA B (AMPEROMETRYCZNA)

**2.1. Zasada oznaczania** polega na pomiarze prądu dyfuzyjnego jako funkcji współdziałania substancji miareczkowanej (badanej) z reagentem roboczym.

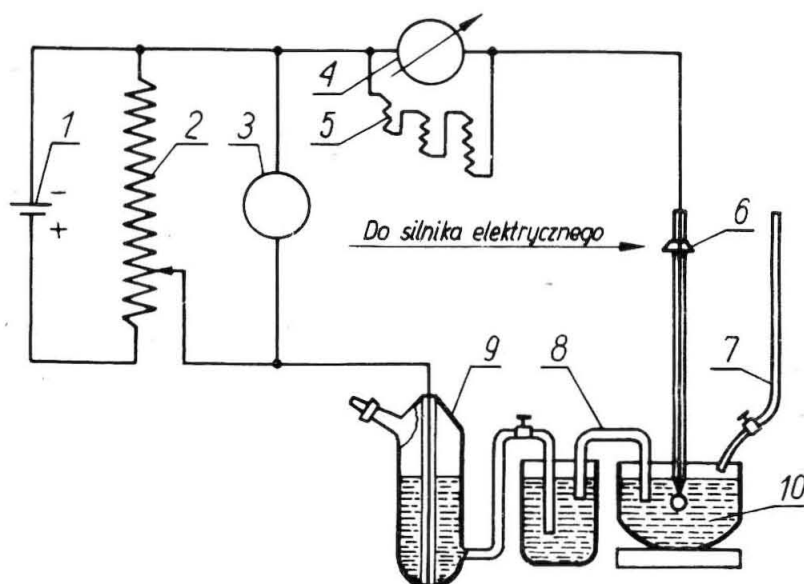
Miareczkowanie amperometryczne można rozpatrywać jako metodę analizy objętościowej, w której końcowy punkt miareczkowania ustala się wg natężenia prądu przechodzącego przez element elektrolityczny lub jako odmianę metody ilościowej analizy polarograficznej, która oparta jest na prostej zależności między prądem dyfuzyjnym a stężeniem badanej substancji.

**2.2. Urządzenie do miareczkowania amperometrycznego.** Do miareczkowania amperometrycznego należy stosować polarograf dowolnego typu (wizualny, automatyczny z fotozapisem lub elektroniczny) albo prosty zestaw laboratoryjny wg schematu przedstawionego na rysunku.

Jako elektrodę wskaźnikową należy stosować elektrodę platynową, cylindryczną, obrotową.

Konstrukcja uchwytów elektrod i doprowadzenia prądu - dowolna.

Zaleca się następujący wariant.



BN-83/7432-01-Z

Schemat zestawu amperometrycznego

1 - źródło prądu stałego; 2 - nastawnik oporowy; 3 - woltomierz; 4 - galwanometr; 5 - uzwojenie bocznikowe galwanometru; 6 - elektroda platynowa, obrotowa; 7 - biureta; 8 - klucz elektrolityczny agar-agarowy; 9 - półelement kalomelowy; 10 - naczynie z próbką

Drut platynowy o średnicy 1,0±1,5 mm i długości 10 ± 12 mm wlotować do nagwintowanej mosiężnej oprawki, wkręcić oprawkę na mosiężny pręt obrotowy, który doprowadza prąd do elektrody. W odległości 3 ± 4 mm od końca drutu platynowego przylutować szklaną rurkę lub koralek z małymi, symetrycznie rozmieszczonymi łopatkami, pozwalającymi utrzymać stałą roboczą powierzchnię elektrody. Podłączyć elektrodę do obwodu poprzez szczotkę miedzianą dociskaną urządzeniem sprężynującym do pręta obrotowego, lub poprzez kieszeń rtęciową. Jako elektrodę wspomagającą stosować odnośny półelement kalomelowy. Połączyć elektrodę wskaźnikową z odnośną elektrodą kalomelową za pomocą mostka agar-agarowego.

### 2.3. Odczynniki i roztwory oraz sprzęt laboratoryjny

- Kwas siarkowy wg 1.2.2a).
- Kwas siarkowy, roztwór o stężeniu 0,1 mola/dm<sup>3</sup>.
- Siarczan żelazawo-amonowy (sól Mohra) wg BN-73/6191-109, roztwór wodny o stężeniu 0,01 mola/dm<sup>3</sup>.
- Azotan srebra wg BN-71/6191-100, krystaliczny.
- Nadsiarczan amonu wg BN-69/6191-14, roztwór wodny 20-procentowy,
- Roztwór wodny zawierający w 1 dm<sup>3</sup> 75 g dwuchromianu potasowego wg BN-74/6191-124 i 150 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu siarkowego o gęstości 1,84 g/cm<sup>3</sup>.
- Szklany sprzęt laboratoryjny.

**2.4. Przygotowanie próbki do badań.** Roztwór uczulający, przeznaczony do badań, odfiltrować od zawiesin, następnie pobrać 25 cm<sup>3</sup>, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 250 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

Roztwór rozcieńczony służy jako wyjściowy do wszystkich oznaczeń amperometrycznych.

**2.5. Miareczkowanie amperometryczne.**  $20 \pm 30 \text{ cm}^3$  badanego roztworu zawierającego obojętny elektrolit przenieść do zlewki pojemności  $50 \pm 100 \text{ cm}^3$  i umieścić w nim elektrodę wskaźnikową. Za pomocą nastawnika oporowego (lub autotransformatora) nastawić określoną stałą prędkość obrotu elektrody, zamknąć obwód mostkiem agar-agarowym i ustalić określoną różnicę potencjałów. Wielkość i znak potencjału elektrody wskaźnikowej powinny być takie, aby reagujące substancje lub jedna z nich dawała prąd dyfuzyjny przy tym potencjale. Włączyć galwanometr i dobrać czułość odpowiadającą prądom dyfuzyjnym przechodzącym przez element elektrolityczny.

Do zlewki z badanym roztworem wkraplać z biurety z częstotliwością  $0,5 \pm 2 \text{ min}$  po  $0,1 \pm 0,2 \text{ cm}^3$  roztworu roboczego. Po dodaniu każdej porcji i ustalaniu się równowagi odnotować natężenie prądu dyfuzyjnego.

Po osiągnięciu punktu ekwiwalentności dodać jeszcze kilka porcji ( $3 \pm 5$ ) roztworu roboczego i mierzyć odpowiednio natężenie prądu dyfuzyjnego. Wyniki badania przedstawić graficznie: na osi odciętych odkładać ilość roztworu roboczego (w  $\text{cm}^3$ ) zużytego do miareczkowania, a na osi rzędnych - wielkość prądu dyfuzyjnego w jednostkach względnych (podziałka skali galwanometru) lub absolutnych ( $\mu\text{A}$ ). Punkty umieszczone w układzie współrzędnych połączyć dwoma prostymi, których przecięcie określa dokładnie punkt ekwiwalentności. Odcinek na osi odciętych od początku współrzędnych do punktu ekwiwalentności charakteryzuje objętość roztworu roboczego ( $\text{cm}^3$ ) zużytego do miareczkowania całego roztworu badanego lub jego odpowiedniej części.

Stężenie roztworu roboczego należy dobrać tak, aby podczas miareczkowania uzyskać prądy dyfuzyjne o dostatecznie dużym natężeniu.

Stężenie badanej substancji w próbce powinno być  $10 \pm 20$  razy mniejsze od stężenia roztworu roboczego.

## 2.6. Oznaczanie chromu sześciowartościowego

**2.6.1. Wykonanie oznaczania.**  $2 \text{ cm}^3$  roztworu przygotowanego wg 2.4, rozcieńczyć kwasem siarkowym wg 2.3b) w kolbie pomiarowej pojemności  $100 \text{ cm}^3$ .

Pobrać  $20 \text{ cm}^3$  roztworu do zlewki i podłączyć do zestawu amperometrycznego. Jako roztwór roboczy stosować roztwór soli Mohra wg 2.3c). Napięcie miareczkowania (E) ustalić na  $0,75 \pm 0,8 \text{ V}$  i miareczkować wg 2.5.

**2.6.2. Obliczanie wyniku.** Zawartość chromu sześciowartościowego ( $X_1$ ) w przeliczeniu na dwuchromian potasowy obliczyć w  $\text{g/dm}^3$  wg wzoru

$$X_1 = \frac{M \cdot V_{ekw} \cdot 0,04903 \cdot P \cdot 100}{V_{pr}} \quad (\text{Z-4})$$

w którym:

$M$  - dokładne miano roztworu soli Mohra,

$V_{ekw}$  - objętość roztworu soli Mohra zużyta do miareczkowania badanego roztworu (do uzyskania punktu ekwiwalentności, odczytana z wykresu),  $\text{cm}^3$ ,

$0,04903$  - liczba gramów dwuchromianu potasowego odpowiadająca ściśle  $1 \text{ cm}^3$  roztworu soli Mohra o stężeniu  $1 \text{ mola/dm}^3$ ,

$P$  - współczynnik rozcieńczenia ( $\frac{250 \cdot 100}{25 \cdot 2} = 500$ ),

$V_{pr}$  - objętość próbki po rozcieńczeniu pobrana do miareczkowania,  $\text{cm}^3$ .

**2.6.3. Wynik końcowy.** Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż 1%.

## 2.7. Oznaczanie chromu trójwartościowego.

**2.7.1. Wykonanie oznaczania.**  $50 \text{ cm}^3$  roztworu wg 2.4 przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności  $500 \text{ cm}^3$ , dodać  $200 \pm 250 \text{ cm}^3$  wody destylowanej,  $10 \pm 12 \text{ cm}^3$  stężonego kwasu siarkowego i ogrzewać do wrzenia. Do wrzącego roztworu dodać kilka kryształków azotanu srebra i nie wielkimi porcjami 20-procentowy roztwór nadsiarczuanu amonu do pojawienia się stałego żółtego zabarwienia. Roztwór gotować do chwili pojawienia się warstwy dużych pęcherzy powietrza na powierzchni, świadczących o całkowitym rozkładzie nadmiaru nadsiarczuanu amonu. Następnie zawartość pozostawić do ostygnięcia, przenieść do kolby pomiarowej pojemności  $500 \text{ cm}^3$ , dodać wody destylowanej do kreski, wymieszać, pobrać  $10 \text{ cm}^3$  i rozcieńczyć wodą destylowaną w kolbie pomiarowej pojemności  $100 \text{ cm}^3$ .

Do pomiaru amperometrycznego pobrać  $20 \text{ cm}^3$  i postępować wg 2.6.

### 2.7.2. Obliczanie wyniku

a) Ogólną zawartość chromu ( $X$ ) w przeliczeniu na dwuchromian potasowy obliczyć w  $\text{g/dm}^3$  wg wzoru

$$X = 0,4903 \cdot P \cdot V_{ekw} \cdot M \cdot 1000 \quad (\text{Z-5})$$

w którym:

$P$  - współczynnik rozcieńczenia ( $\frac{250 \cdot 500 \cdot 100}{25 \cdot 50 \cdot 10 \cdot 20} = 50$ ), pozostałe oznaczenia jak w 2.6.1.

b) Zawartość chromu trójwartościowego ( $X_2$ ) w przeliczeniu na dwuchromian potasowy obliczyć jako różnicę między ogólną zawartością chromu ( $X$ ) a zawartością chromu sześciowartościowego ( $X_1$ ) obliczoną wg 2.6.1.

**2.7.3. Wynik końcowy.** Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż 0 1%.

## 2.8. Oznaczanie ogólnej zawartości substancji organicznych

2.8.1. Wykonanie oznaczania. 5 cm<sup>3</sup> roztworu wg 2.4 przenieść do kolby stożkowej pojemności 250 cm<sup>3</sup>, dodać 12,5 cm<sup>3</sup> roztworu dwuchromianu potasowego wg 2.5 oraz 23 ÷ 25 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu siarkowego. Zakryć kolbę małą zlewką lub szkiełkiem zegarkowym i ogrzewać na łaźni wodnej przez 2 h. Utlenioną mieszaninę schłodzić, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 250 cm<sup>3</sup>, uzupełnić wodą do kreski, wymieszać, pobrać 1 cm<sup>3</sup> i rozcieńczyć w kolbie pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>.

Do miareczkowania amperometrycznego pobrać 20 cm<sup>3</sup> i postępować wg 2.6.

2.8.2. Obliczanie wyniku. Zawartość związków organicznych ( $X_3$ ) w przeliczeniu na masę cząsteczkową gliceryny obliczyć w g/dm<sup>3</sup> wg wzoru

$$X_3 = \left[ G - M \cdot V_{ekw} \cdot 0,04903 \cdot P_1 \right] \cdot 0,1342 \cdot P_2 \cdot 1000 \quad (Z-6)$$

w którym:

$G$  - ogólna masa dwuchromianu potasowego znajdująca się w badanej próbce roztworu rozcieńczonego wg 2.4 i dodanego w nadmiarze do utlenienia, g,

$M$  - dokładne miano roztworu soli Mohra,

$V_{ekw}$  - objętość roztworu soli Mohra zużyta do miareczkowania badanego roztworu (do uzyskania punktu ekwiwalentności, odczytana z wykresu), cm<sup>3</sup>,

0,04903 - liczba gramów dwuchromianu potasowego odpowiadająca ściśle 1 cm<sup>3</sup> roztworu soli Mohra o stężeniu 1 mola/dm<sup>3</sup>,

$P_1$  - współczynnik rozcieńczenia próbki po dodaniu dwuchromianu potasu do utlenienia (250),

0,1342 - liczba gramów gliceryny odpowiadająca 1 g dwuchromianu potasowego (współczynnik przeliczenia na substancje organiczne),

$P_2$  - współczynnik rozcieńczenia próbki przed dodaniem dwuchromianu (2),

2.8.3. Wynik końcowy. Za wynik końcowy należy przyjmując średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 5%.

## 3. OZNACZANIE ZAWARTOŚCI DWUCHROMIANU POTASOWEGO METODĄ SPEKTROFOTOMETRYCZNĄ

3.1. Zasada oznaczania polega na pomiarze intensywności pomarańczowego zabarwienia jonów dwuchromianowych w środowisku kwaśnym za pomocą spektrofotometru Spekol.

3.2. Przyrząd. Spektrofotometr Spekol z kuwetami o grubości 1 cm.

3.3. Odczynniki i roztwory oraz sprzęt laboratoryjny

a) Roztwór podstawowy chromu sześciowartościowego (1 cm<sup>3</sup> - 1 mg Cr<sup>VI</sup>) przygotowany wg PN-81/C-06500.

b) Kwas siarkowy cz.d.a., stężony o gęstości 1,84 g/cm<sup>3</sup>.

c) Woda destylowana.

d) Roztwory robocze otrzymane przez odpowiednie rozcieńczenie roztworu podstawowego wodą destylowaną.

e) Szklany sprzęt laboratoryjny.

3.4. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do sporządzenia krzywej wzorcowej należy pobrać za pomocą pipety i przenieść do kolb pomiarowych pojemności 100 cm<sup>3</sup> kolejno: 5, 10, 15, 20 cm<sup>3</sup> roztworu podstawowego wg 3.3 a). Do każdej kolby dodać około 60 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, 5 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu siarkowego, schłodzić, dopełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać. Otrzymane roztwory robocze o stężeniu: 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 g/dm<sup>3</sup> należy kolejno przelewać do suchej kувety i mierzyć ich absorbancję za pomocą spektrofotometru przy długości fali  $\lambda = 445$  nm wobec wody destylowanej (znajdującej się w drugiej kувecie) jako wzorca.

Następnie wykreślić krzywą wzorcową na papierze milimetrowym umieszczając na osi rzędnych wartość absorbancji ( $A$ ), a na osi odciętych, stężenie jonów chromu sześciowartościowego ( $a$ ) w g/dm<sup>3</sup>.

3.5. Wykonanie oznaczania. 1 cm<sup>3</sup> badanego roztworu uczulającego przenieść za pomocą pipety do kolby pomiarowej pojemności 100 cm<sup>3</sup>, dodać około 60 cm<sup>3</sup> wody destylowanej, 5 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu siarkowego, po schłodzeniu dopełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać.

Otrzymany roztwór przelać do suchej kувety i zmierzyć jego absorbancję przy długości fali  $\lambda = 445$  nm, używając wody destylowanej jako wzorca.

3.6. Obliczanie wyniku. Zawartość dwuchromianu potasowego ( $X$ ) obliczyć w g/dm<sup>3</sup> wg wzoru

$$X = a \cdot 100 \cdot 2 \cdot 2,828 \quad (Z-7)$$

w którym:

$a$  - stężenie jonów chromu sześciowartościowego odczytane z krzywej wzorcowej, odpowiadające absorbancji zmierzonej w badanym roztworze;

2,828 - współczynnik przeliczeniowy stężenia jonów chromu sześciowartościowego na dwuchromian potasu.

3.7. Wynik końcowy. Za wynik końcowy należy przyjmując średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 3%.

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-75/7432-01

a) wprowadzono wymaganie dotyczące warunków przechowywania roztworu uczulającego,

b) wprowadzono opis metod badań roztworu uczulającego.

3. Normy związane

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

BN-64/6191-10 Odczynniki. Kwas siarkowy dymiący - oleum

BN-69/6191-14 Odczynniki. Nadsiarczan amonu

BN-69/6191-89 Odczynniki. Nadmanganian potasowy

BN-71/6191-100 Odczynniki. Azotan srebra

BN-73/6191-109 Odczynniki. Siarczan żelazawo-amonowy (sól Mohra)

BN-74/6191-124 Odczynniki. Dwuchromian potasowy

BN-72/7401-09 Technika drukowania wklęsłego. Wykonanie formy drukowej. Nazwy i określenia

4. Symbol wg SWW - 1821-139.

5. Autorzy projektu normy - inż. Krystyna Korytkowska; - nowelizacja: mgr inż. Jadwiga Muzyczek, mgr Ryszard Godlewski; weryfikacja załącznika: mgr Barbara Stankiewicz, Krystyna Miąsko - Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Poligraficznego, Warszawa.

6. Warunki regeneracji roztworu uczulającego podano w tymczasowej instrukcji technologicznej pt. Zastosowanie papierów i folii pigmentowych firmy Autotype - Warszawa 1973 r. Centralne Laboratorium Poligraficzne.

7. Literatura

Технологические инструкции по процессам глубокой печати, Издательство "Книга", Москва 1969.