

POLIGRAFIA	N O R M A B R A N Ż O W A	
	Roztwory galwaniczne do wkłęsłodruku Metody badań	
	Oznaczanie zawartości miedzi w kąpeli miedziowej	
	BN-86 7469-42/11	
Electrolytes for gravure cylinders plating Testing methods Determination of copper content in the copper bath		Grupa katalogowa 1699
Гальванические растворы для глубокой печати Методы испытаний Определение содержания меди в растворе для осаждения меди		Elektrolysebäder für Tiefdruckverfahren Prüfmethoden Kupfer-Gehaltsbestimmung von Kupferbad

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot arkusza normy. Przedmiotem niniejszego arkusza normy są dwie równorzędne rozjemczo metody oznaczania miedzi w roztworze kąpeli miedziowej wg BN-86/7469-42/02, tabl. lp. 2.

1.2. Rodzaje metod badań

- Metoda jodometryczna.
- Metoda kompleksometryczna.

2. METODY BADAŃ

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

2.2. Metoda jednometryczna

2.2.1. Zasada oznaczania polega na pośrednim miareczkowaniu jonów miedzi dwuwartościowej w obecności jodku potasowego za pomocą roztworu tiosiarczanu sodowego w obecności skrobi jako wskaźnika.

2.2.2. Odczynniki i roztwory

- Jodek potasowy (KJ) roztwór 10%(m/m).
- Tiosiarczan sodowy, roztwór mianowany o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,05 \text{ mol/l}$.
- Skrobia roztwór 1% przygotowany wg PN-81/C-06500 lp. 2.2.61.

2.2.3. Wykonanie oznaczania. 5 ml badanego roztworu przenieść pipetą do kolby stożkowej pojemności 250 ml, rozcieńczyć wodą destylowaną do około 100 ml. Wprowadzić nadmiar roztworu jodku potasowego do całkowitego wytrącenia jodku miedziowego. Dobrze wymieszać i zamknięte korkiem odstawić na 5÷10 min w ciemne miejsce, a następnie miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego. Gdy brunatne zabarwienie roztworu przejdzie w jasnożółte, dodać kilka kropel świeżo przyrządzonego roztworu skrobi i kontynuować miareczkowanie roztworem tiosiarczanu sodowego do zniknięcia niebieskofioletowego zabarwienia. Pod koniec

miareczkowania dodać jeszcze kilka kropel roztworu jodku potasowego w celu sprawdzenia całkowitego wytrącenia jodku miedziowego.

2.2.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość siarczanu miedziowego pięciowodnego ($\text{X}_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}$), w gramach na litr obliczyć wg wzoru

$$\text{X}_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = V \cdot c \cdot 0,4994 \cdot 200 \quad (1)$$

w którym:

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

c — stężenie roztworu tiosiarczanu sodowego, mol/l,

0,4994 — liczba gramów siarczanu miedziowego pięciowodnego odpowiadająca 1 ml roztworu tiosiarczanu sodowego o $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1 \text{ mol/l}$,

200 — współczynnik rozcieńczenia.

2.2.5. Wynik końcowy oznaczania należy podać z dokładnością do 0,02 g/l. Różnica między oznaczeniami uwzględnianymi przy obliczaniu wyniku końcowego — nie większa niż 0,2%.

2.3. Metoda kompleksometryczna

2.3.1. Zasada oznaczania polega na bezpośrednim, kompleksometrycznym miareczkowaniu jonów miedzi dwuwartościowej roztworem wersenianu dwusodowego w obecności mureksydu jako wskaźnika.

2.3.2. Odczynniki i roztwory — wg BN-86/7469-42/05 p. 3.

2.3.3. Wykonanie oznaczania. 10 ml badanego roztworu odmierzyć pipetą do kolby pomiarowej pojemności 250 ml. Rozcieńczyć wodą destylowaną do kreski i wymieszać. Z kolby pomiarowej odmierzyć pipetą 10 ml roztworu i przenieść do kolby stożkowej pojemności 250 ml. Rozcieńczyć wodą destylowaną do około 100 ml, dodać 5 ml roztworu chlorku amonowego.

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)

go, 0,3 ml roztworu trójetanoloaminy, kilka kropel roztworu amoniaku do pH = 8, 1 ÷ 2 g mureksydu, dobrze wymieszać i miareczkować powoli roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany zabarwienia z zielonożółtego na malinowe.

2.3.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość jonów miedzi w przeliczeniu na siarczan miedziowy pięciowodny ($X_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}$), w gramach na litr obliczyć wg wzoru

$$X_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = \frac{V \cdot c \cdot 0,2497 \cdot 250 \cdot 1000}{10 \cdot 10} \quad (2)$$

w którym:

V — objętość roztworu wersenianu dwusodowego zużyta do miareczkowania, ml,

c — stężenie mianowanego roztworu wersenianu dwusodowego, mol/l,

0,2497 — liczba gramów siarczanu miedziowego pięciowodnego odpowiadająca 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 1 \text{ mol/l}$,

1000 — współczynnik równy stosunkowi 1 l : 1 ml,

10, 10 — współczynnik rozcieńczenia próbki, ml.

2.3.5. Wynik końcowy oznaczania podać z dokładnością do 0,02 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

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

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-86/7469-42/05 Roztwory galwaniczne do wkłęsłodruku. Metody badań. Oznaczanie zawartości niklu w kąpielach niklowej

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