

POLIGRAFIA	N O R M A B R A N Ź O W A		BN-86
	Roztwory galwaniczne do wkłęsłodruku		7469-42/16
	Metody badań		
	Oznaczanie zawartości kwasu siarkowego w kąpeli chromowej		Grupa katalogowa 1699
Electrolytes for gravure cylinders plating Testing methods Determination of sulphuric acid content in the chromium bath	Гальванические растворы для глубокой печати Методы испытаний Определение содержания серной кислоты в растворе для осаждения хрома	Elektrolysebäder für Tiefdruckverfahren Prüfmethoden Schwefelsäure-Gehaltsbestimmung von Chrombad	

1. Przedmiot normy. Przedmiotem niniejszego arku-
sza normy jest oznaczanie zawartości kwasu siarkowego
w roztworze kąpeli chromowej BN-86/7469-42/02 tab.,
lp. 3.

2. Zasada oznaczania polega na wytrącaniu jonów
siarczanowych w postaci siarczanu baru, następnie roz-
puszczeniu osadu w roztworze amoniakalnym zawie-
rającym nadmiar mianowanego roztworu wersenianu
dwusodowego i odmiareczkowaniu nadmiaru wersenia-
nu dwusodowego mianowanym roztworem chlorku
cynkowego.

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

4. Odczynniki, roztwory i materiały

a) Mieszanina redukująca jony chromu sześciowar-
tościowego zawierająca: 100 ml kwasu solnego (1,19),
150 ml kwasu octowego lodowatego (CH_3COOH),
200 ml alkoholu etylowego ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$).

b) Chlorek barowy (BaCl_2) roztwór 10%(m/m).

c) Sól dwusodowa kwasu etylenodwuaminocztero-
octowego (wersenian dwusodowy), roztwór mianowany
o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$, przygotowany wg
PN-82/C-04950 p. 2.5 b).

d) Chlorek cynkowy, roztwór mianowany o $c(\text{ZnCl}_2) =$
 $= 0,10 \text{ mol/l}$, przygotowany przez rozpuszczenie 3,269 g
czystego cynku w 100 ml roztworu kwasu solnego
(1+1) i dopełnieniu w kolbie miarowej do objętości 1 l.

e) Amoniak (NH_3), roztwór 25%(V/V).

f) Czerń eriochromowa T — wskaźnik wg PN-81/
C-06501, tabl. 5, lp. 9 (0,1 g czerni eriochromowej T
rozetrzeć w moździerzu porcelanowym z 10 g NaCl).

g) Sączek z bibuły do sączenia Whatmana nr 42 lub
o równoważnej twardości.

5. Wykonanie oznaczania. 10 ml badanego roztworu
przenieść pipetą do zlewki pojemności 250 ml. Dodać
10 ml wody i 45 ml mieszaniny redukującej jony chro-
mu sześciowartościowego. Po przebiegu dość burzliwej
reakcji ogrzewać próbkę przez około 30 min, aby
w zlewce pozostało $\frac{1}{3}$ pierwotnej objętości. Do gorą-
cego roztworu dodać 15 ml roztworu chlorku barowe-
go, rozcieńczyć roztwór gorącą wodą destylowaną,
przykryć szkiełkiem zegarkowym i odstawić w ciepłym
miejscu na około 12 h. Zawartość zlewki podgrzać do
około 90°C i przesączyć wytrącony osad na gorąco
przez gęsty sączek. Zlewkę i osad przemyć kilkakrotnie
gorącą wodą w celu usunięcia nadmiaru chlorku barowe-
go. Odsączony i przemyty osad siarczanu barowego
wraz z sączkiem przenieść do zlewki, w której przepro-
wadzono wytrącanie, dodać 10 ml amoniaku i z biurety
10 ml roztworu wersenianu dwusodowego.

Zlewkę z roztworem ogrzewać w ciągu kilkunastu
minut do temperatury $60 \div 70^\circ\text{C}$, mieszając do cał-
kowitego rozpuszczenia się osadu. Po ochłodzeniu do-
dać wskaźnika czerni eriochromowej T w takiej ilości,
aby zabarwienie roztworu było wyraźnie niebieskie.
Miareczkować roztworem chlorku cynkowego do poja-
wienia się fiołkowego zabarwienia.

6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość kwasu
siarkowego ($X_{\text{H}_2\text{SO}_4}$), w gramach na litr, obliczyć wg
wzoru

$$X_{\text{H}_2\text{SO}_4} = (c_1 \cdot V_1 - c_2 \cdot V_2) \cdot 0,049 \cdot 100$$

w którym:

c_1 — stężenie mianowanego roztworu wersenia-
nu dwusodowego, mol/l,

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)

- V_1 — objętość dodanego roztworu wersenianu dwusodowego, ml,
 c_2 — stężenie mianowanego roztworu chlorku cynkowego, mol/l,
 V_2 — objętość roztworu chlorku cynkowego zużyta do miareczkowania, ml,
0,049 — liczba gramów kwasu siarkowego odpowiadająca 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 1 \text{ mol/l}$,

100 — współczynnik przeliczeniowy równy stosunkowi 1 l : 10 ml.

7. Wynik końcowy oznaczania podać z dokładnością do 0,02 g/l. Różnica między oznaczaniami 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 tematycznie związane

PN-82/C-04950 Analiza chemiczna. Kompleksometryczne metody oznaczania zawartości kationu głównego składnika

PN-81/C-06501 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów wskaźników

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

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