

POLIGRAFIA	N O R M A B R A N Ż O W A		BN-86
	Roztwory galwaniczne do wkłóstodruku		7469-42/14
	Metody badań		
	Oznaczanie zawartości żelaza w kąpeli miedziowej		Grupa katalogowa 1699
Electrolytes for gravure cylinders plating Testing methods Determination of iron content in the copper bath	Гальванические растворы для глубокой печати Методы испытаний Определение содержания железа в растворе для осаждения меди	Elektrolysebadner für Tiefdruckverfahren Prüfmethoden Eisen-Gehaltsbestimmung von Kupferbad	

1. WSTĘP

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

1.2. Rodzaje metod badań i ich przeznaczenie

a) Metoda strąceniowo-miareczkowa — zalecana w przypadku braku elektrolizera laboratoryjnego.

b) Metoda elektrolityczno-manganometryczna — zalecana do szybkiego oznaczania, również w przypadku kontroli rozjemczej.

2. METODY BADAŃ

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

2.2. Metoda strąceniowo-miareczkowa

2.2.1. Zasada oznaczania polega na oddzieleniu żelaza z kąpeli miedziowej przez wytrącenie wodorotlenku żelazowego w środowisku amoniakalnym i miareczkowaniu żelaza za pomocą mianowanego roztworu wersenianu dwusodowego w obecności kwasu sulfosalicylowego.

2.2.2. Odczynniki, roztwory i materiały

- Amoniak (NH_3) roztwór wodny 25% (V/V).
- Kwas azotowy (1,49).
- Kwas siarkowy (1,84).
- Kwas solny (1,19) i roztwór 1+1.
- Roztwór buforowy o pH = 2,2 wg PN-81/C-06504 tabl. 4.

(Przygotowanie roztworu buforowego: 3,72 g chlorku potasowego rozpuścić w 33,6 ml kwasu solnego-roztworu 1+1 i dopełnić wodą do objętości 1 l).

f) Sól dwusodowa kwasu etylenodwuaminoczworoctowego (wersenian dwusodowy) roztwór mianowany

o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$, przygotowany wg PN-82/C-04950, p. 2.5b).

g) Kwas sulfosalicylowy, roztwór 10%(m/m).

h) Nadtlenek wodoru (H_2O_2), roztwór 30%(m/m).

i) Sączek z bibuły do sączenia Whatmana nr 41 lub o równoważnej twardości.

j) Woda amoniakalna (1 l wody + 10 ml amoniaku wg 2.2.2a).

2.2.3. Wykonanie oznaczania. 10 ml badanego roztworu przenieść pipetą do kolby stożkowej pojemności 250 ml, dodać 10 ml stężonego kwasu azotowego, 10 ml stężonego kwasu siarkowego i podgrzewać do pojawienia się białych dymów. Ochłodzić zawartość kolby, dodać kilka kropel roztworu nadtlenu wodoru do wyraźnej burzliwej reakcji. Dodać 50 ÷ 70 ml wody destylowanej i ponownie ogrzewać roztwór do wrzenia w celu usunięcia nadmiaru nadtlenu wodoru. Następnie małymi porcjami dodawać roztwór amoniaku do powstania niebieskogrnatowego zabarwienia kompleksu dwuwartościowej miedzi z amoniakiem i pozostawić w ciepłym miejscu przez 15 ÷ 20 min. Powstały osad przefiltrować przez sączek. Pozostałość na sączku przemyć kilkakrotnie gorącą wodą amoniakalną. Przemyty na sączku osad rozpuścić w 5 ml roztworu kwasu solnego. Sączek przemyć kilkakrotnie gorącą wodą destylowaną w takiej objętości, aby ogólna objętość roztworu z rozpuszczonym osadem wynosiła około 20 ml. Za pomocą amoniaku doprowadzić pH roztworu do około 2 ÷ 3, dodać 15 ml roztworu buforowego i 10 ml roztworu kwasu sulfosalicylowego. W obecności żelaza pojawi się różowofioletowe zabarwienie. Następnie roztwór miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego do pojawienia się słomkowożółtego zabarwienia.

2.2.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość żelaza (X_{Fe}) 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)

$$X_{\text{Fe}} = V \cdot c \cdot 0,05585 \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

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

c — stężenie roztworu wersenianu dwusodowego, mol/l,

0,05585 — liczba gramów żelaza odpowiadająca 1 ml roztworu wersenianu dwusodowego o $c(\text{di-Na-EDTA}) = 1 \text{ mol/l}$,

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

2.2.5. Wynik końcowy oznaczania należy podać z dokładnością do 0,0002 g/l. Różnica między oznaczeniami uwzględnianymi przy obliczaniu wyniku końcowego — nie większa niż 1%.

2.3. Metoda elektrolityczno-manganometryczna

2.3.1. Zasada oznaczania polega na elektrolitycznym oddzieleniu miedzi z kąpeli miedziowej, a następnie oznaczeniu żelaza metodą manganometryczną.

2.3.2. Przyrządy, odczynniki i roztwory

a) Elektrolizer laboratoryjny z elektrodami platynowymi.

b) Kwas siarkowy (1,84).

c) Nadmanganian potasowy, roztwór mianowany

o $c\left(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4\right) = 0,1 \text{ mol/l}$.

2.3.3. Wykonanie oznaczania. 5 ml badanego roztworu przenieść pipetą do zlewki pojemności 250 ml, roz-

cieńczyć wodą destylowaną do około 100 ml, dodać 5 ml kwasu siarkowego. Przeprowadzić elektrolizę stosując napięcie 3 V i natężenie 2 A do momentu odbarwienia się roztworu. Całość roztworu przenieść do kolby stożkowej pojemności 250 ml i miareczkować roztworem nadmanganianu potasowego do momentu pojawienia się różowego zabarwienia.

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

$$X_{\text{Fe}} = V \cdot c \cdot 0,01117 \cdot 200 \quad (2)$$

w którym:

V — objętość roztworu nadmanganianu potasowego zużyta do miareczkowania próbki, ml,

c — stężenie mianowanego roztworu nadmanganianu potasowego, mol/l,

0,01117 — liczba gramów żelaza odpowiadająca 1 ml roztworu nadmanganianu potasowego

o $c\left(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4\right) = 1 \text{ mol/l}$,

200 — współczynnik równy stosunkowi 1 l:5 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

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

PN-81/C-06504 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów buforowych

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