

POLIGRAFIA	NORMA BRANŻOWA	
	Roztwory galwaniczne do wkłęsłodruku Metody badań Oznaczanie zawartości chlorków w kąpeli niklowej	
	BN-86 7469-42/07	
		Grupa katalogowa 1699
Electrolytes for gravure cylinders plating Testing methods Determination of chlorides content in the nickel bath	Гальванические растворы для глубокой печати Методы испытаний Определение содержания хлоридов в растворе для осаждения никеля	Elektrolysebäder für Tiefdruckverfahren Prüfmethoden Chlorid-Gehaltsbestimmung von Nickelbad

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot arkusza normy. Przedmiotem niniejszego arkusza normy są dwie równorzędne rozjemczo metody oznaczania zawartości chlorków w roztworze kąpeli niklowej wg BN-86/7469-42/02 tabl. lp. 1.

1.2. Rodzaje metod badań i zakres stosowania

- Metoda potencjometryczna — zalecana jako szybka i dokładna.
- Metoda argentometryczna — dopuszczalna w przypadku braku zestawu do miareczkowania wg poz. a).

2. METODY BADAŃ

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

2.2. Metoda potencjometryczna

2.2.1. Zasada oznaczania polega na potencjometrycznym miareczkowaniu badanego roztworu zawierającego jony chlorkowe mianowanym roztworem azotanu srebrnego przy użyciu elektrody srebrnej jako elektrody pomiarowej oraz nasyconej elektrody kalomelowej jako elektrody porównawczej.

2.2.2. Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebrny, roztwór mianowany o $c(\text{AgNO}_3) = 0,05 \text{ mol/l}$.

b) Azotan potasowy (KNO_3) roztwór nasycony — do klucza elektrolitycznego, roztwór 10%(m/m) — do zlewki z nasyconą elektrodą kalomelową.

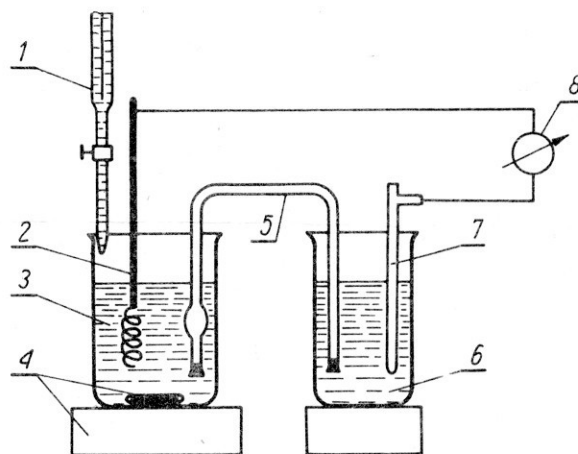
2.2.3. Przyrządy

- Miliwoltomierz (zakres $0 \div 500 \text{ mV}$ o dokładności odczytu $\pm 10 \text{ mV}$).
- Elektroda srebrna.
- Nasycona elektroda kalomelowa.

d) Klucz elektrolityczny wypełniony nasyconym roztworem azotanu potasowego.

e) Mieszadło magnetyczne.

2.2.4. Wykonanie oznaczania. Przed wykonaniem właściwego oznaczania należy przygotować zestaw przyrządów do miareczkowania potencjometrycznego wg rys. 1.



BN-86/7469-42/07-1

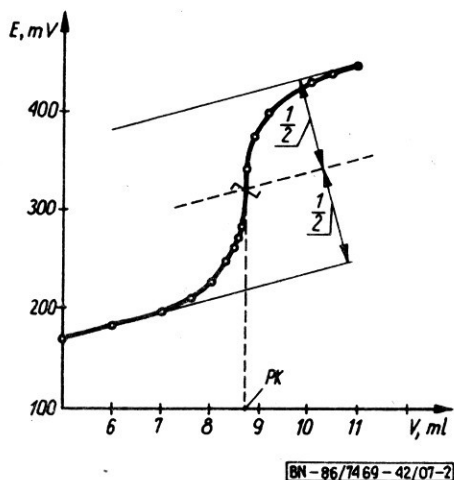
Rys. 1. Zestaw do miareczkowania potencjometrycznego
1 — biureta z roztworem azotanu srebra, 2 — elektroda srebrna, 3 — roztwór badany, 4 — mieszadło magnetyczne, 5 — klucz elektrolityczny z nasyconym roztworem azotanu potasowego, 6 — roztwór nasycony, 7 — nasycona elektroda kalomelowa, 8 — miliwoltomierz

1 ml badanego roztworu odmierzyć pipetą do zlewki pojemności 150 ml. Rozcieńczyć wodą destylowaną do około 50 ml. Podłączyć odpowiednio elektrody do miliwoltomierza. Włączyć mieszadło. Miareczkować mianowanym roztworem azotanu srebrnego z dokładnością

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)

do 0,05 ml. Notować odpowiednio wskazania miliwoltomierza w zależności od objętości dodawanego roztworu azotanu srebrowego. Punkt końcowy miareczkowania (objętość, ml, roztworu azotanu srebrowego zużytego do miareczkowania jonów chlorkowych) wyznaczyć metodą graficzną z wykresu zależności potencjału (w mV) od ilości dodanego azotanu srebrowego (w ml) lub z obserwacji największego przyrostu potencjału po dodaniu kolejnych porcji roztworu azotanu srebrowego.

2.2.5. Wykreślanie krzywej miareczkowania potencjometrycznego. Na osi rzędnych (y) odłożyć wartości potencjału, w mV, a na osi odciętych (x) — objętości dodawanego azotanu srebrowego, w ml. Odcinki jednostkowe mV i ml powinny mieć długości jednakowe lub proporcjonalne. Punkt zerowy układu współrzędnych może odpowiadać dowolnej wartości potencjału zmierzonego dla badanego roztworu przed rozpoczęciem miareczkowania. Następnie nanieść punkty odpowiadające wzrostowi potencjału po dodaniu określonej objętości roztworu i połączyć je krzywą (rys. 2).



Rys. 2

Objętość (V) roztworu zużytego do miareczkowania odczytać w punkcie maksymalnego przyrostu potencjału.

2.2.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość jonów chlorkowych (X_{Cl^-}) w gramach na litr obliczyć wg wzoru

$$X_{Cl^-} = V \cdot c \cdot 0,0355 \cdot 1000 \quad (1)$$

w którym:

- V — objętość roztworu azotanu srebrowego zużyta do miareczkowania, ml,
- c — stężenie roztworu azotanu srebrowego, mol/l,

0,0355 — liczba gramojonów chlorkowych odpowiadająca 1 ml roztworu azotanu srebrowego o $c(AgNO_3) = 1$ mol/l,

1000 — współczynnik równy stosunkowi 1 l : 1 ml.

2.2.7. Wynik końcowy oznaczania podać z dokładnością do 0,02 g/l. Różnica między oznaczeniami uwzględnianymi przy obliczaniu wyniku końcowego — nie większa niż 6%.

2.3. Metoda argentometryczna

2.3.1. Zasada oznaczania polega na bezpośrednim miareczkowaniu jonów chlorkowych roztworem azotanu srebrowego wobec jonów chromianowych (CrO_4^{2-}).

2.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Azotan srebrowy roztwór mianowany o $c(AgNO_3) = 0,1$ mol/l.

b) Chromian potasowy (K_2CrO_4) roztwór nasycony w temperaturze $20 \div 25^\circ C$, wolny od jonów srebra — wskaźnik przygotowany w następujący sposób: do 100 ml nasyconego roztworu dwuchromianu potasowego dodać 4-5 kropeł roztworu azotanu srebrowego, po czym odsączyć wytrącony osad chromianu srebrowego.

c) Kwaśny węgiel sodowy ($NaHCO_3$) do regulacji pH kąpeli.

2.3.3. Wykonanie oznaczania. 5 ml badanego roztworu odmierzyć pipetą do kolby stożkowej pojemności 250 ml. Jeżeli pH badanego roztworu wynosi poniżej 5,6 należy dodać 2 g kwaśnego węgla sodowego. Dodać 2-3 krople przygotowanego wskaźnika i miareczkować mianowanym roztworem azotanu srebrowego do momentu aż powstały biały osad chlorku srebrowego zabarwi się na kolor czerwonobrązowy.

2.3.4. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość jonów chlorkowych (X_{Cl^-}) w gramach na litr obliczyć wg wzoru

$$X_{Cl^-} = V \cdot c \cdot 0,0355 \cdot 200 \quad (2)$$

w którym:

V — objętość roztworu azotanu srebrowego zużyta do miareczkowania, ml,

c — stężenie roztworu azotanu srebrowego mol/l,

0,0355 — liczba gramojonów chlorkowych odpowiadająca 1 ml roztworu azotanu srebrowego o $c(AgNO_3) = 0,1$ mol/l,

200 — współczynnik przeliczeniowy stężenia (1 l : 5 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 6%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Normy związane

BN-86/7469-42/01 Roztwory galwaniczne do wkleślodruku. Metody badań. Zakres i postanowienia ogólne normy

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

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