

POLIGRAFIA	N O R M A   B R A N Ż O W A	
	Roztwory galwaniczne do wkłęsłodruku Metody badań <b>Oznaczenie zawartości żelaza w kąpeli niklowej</b>	
	BN-86 7469-42/08	
Grupa katalogowa 1699		
Electrolytes for gravure cylinders plating Testing methods Determination of iron content in the nickel bath	Гальванические растворы для глубокой печати Методы испытаний Определение содержания железа в растворе для осаждения никеля	Elektrolysebäder für Tiefdruckverfahren Prüfmethoden Eisen-Gehaltsbestimmung von Nickelbad

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem niniejszego arkuşa normy są dwie metody badania zawartości żelaza w kąpeli niklowej wg BN-86/7469-42/02, tab. lp. 1.

### 1.2. Rodzaje metod badań

a) Metoda kropłowa oznaczania śladowych zawartości żelaza — zalecana do szybkiego sprawdzenia kąpeli niklowej w procesie galwanicznym.

b) Metoda spektrofotometryczna — zalecana w przypadku kontroli rozjemczej do ilościowego oznaczania żelaza.

## 2. METODY BADAŃ

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

**2.2. Oznaczanie śladowych zawartości żelaza metodą kropłową**

**2.2.1. Zasada oznaczania** polega na jakościowym wykryciu śladowej obecności żelaza w postaci czerwono zabarwionego kompleksu jonów żelaza z jonami rodankowymi (trójcyjanianowymi) w niezbyt kwaśnym środowisku przy zawartości powyżej 0,15 g/l  $Fe^{3+}$  w badanej próbce. (Czułość reakcji jonów rodankowych z jonami żelaza wynosi  $5 \cdot 10^{-4}\%$ ).

**2.2.2. Odczynniki i roztwory.** Rodanek amonowy (tjocyjanian amonowy,  $NH_4SCN$ ) roztwór 20% (m/m).

**2.2.3. Wykonanie oznaczania.** Jedną kroplę badanego roztworu umieścić na płytce porcelanowej lub na szkiełku zegarkowym, dodać 19 kropeł wody destylowanej oraz 4 krople roztworu rodanku amonowego. Jeżeli przy tym rozcieńczeniu próbka pozostaje bezbarwna, to znaczy, że zawartość żelaza znajduje się w granicy dopuszczalnej; jeżeli zabarwi się na czerwono, to znaczy, że zawartość żelaza jest większa od dopuszczalnej.

**2.2.4. Wynik oznaczania.** Za wynik oznaczania należy przyjąć stwierdzenie:

- niewystępowania żelaza w roztworze lub występowania w ilości dopuszczalnej, albo
- występowania nadmiernej ilości żelaza w badanym roztworze.

**2.2.5. Wynik końcowy oznaczania.** Za wynik końcowy należy przyjąć stwierdzenie wg 2.2.4a) lub b) zgodne co najmniej dla dwóch równoległych oznaczeń.

### 2.3. Metoda spektrofotometryczna oznaczania żelaza

**2.3.1. Zasada oznaczania** polega na ekstrakcji alkoholem izopropylowym czerwono zabarwionego kompleksu jonów żelazowych z jonami rodankowymi, zmierzeniu absorbancji ekstraktu za pomocą spektrofotometru i odczytaniu stężenia jonów żelaza z krzywej wzorcowej a następnie obliczeniu stężenia w badanym roztworze.

#### 2.3.2. Przyrządy, odczynniki i roztwory

- Spektrofotometr „Spekol” z kuwetami o grubości 1 cm,
- Rodanek amonowy (tjocyjanian amonowy,  $NH_4SCN$ ), roztwór wodny 10% (m/m).
- Alkohol izopropylowy ( $(CH_3)_2CH_2OH$ ) cz.
- Roztwór porównawczy podstawowy żelaza (1 ml zawiera 1 mg  $Fe^{3+}$ ) przygotowany wg PN-81/C-06503 tab. lp. 2.2.1.75.
- Roztwór porównawczy roboczy żelaza (1 ml zawiera 0,01 mg  $Fe^{3+}$ ) otrzymany przez stukrotne rozcieńczenie roztworu podstawowego.
- Alkohol metylowy cz.
- Siarczan sodowy bezwodny, cz.

**2.3.3. Wykreślenie krzywej wzorcowej.** Dla uzyskania danych do wykreślenia krzywej wzorcowej należy pobrać kolejno 1, 2, 3, 4 i 5 ml porównawczego roztworu roboczego co odpowiada zawartości kolejno 1, 2, 3, 4 i  $5 \cdot 10^{-5}$  g żelaza w próbce.

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)

Próbki umieszczać kolejno w rozdzielaczu, po czym dodać 10 ml roztworu rodanku amonowego, 10 ml alkoholu izopropylowego. Wstrząsać energicznie w ciągu około 2 min.

Po rozdzieleniu się dwóch warstw przez odstanie, przelać dolną warstwę czerwono zabarwionego alkoholowego roztworu do kolby pomiarowej pojemności 25 ml, dopełnić do kreski alkoholem izopropylowym. Jeżeli ekstrakt alkoholowy jest mętny, przed dopełnieniem do kreski należy dodać kilka kropeł alkoholu metylowego lub kilka kryształków bezwodnego siarczanu sodowego i wymieszać. Przelać do suchej kufki i zmierzyć absorbancję ( $A_1 \div A_5$ ) roztworów przy długości fali  $\lambda = 485$  nm, używając alkoholu izopropylowego jako wzorca porównawczego przy pomiarze. Następnie wykreślić krzywą wzorcową na papierze milimetrycznym, odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji ( $A_1 \div A_5$ ), a na osi odciętych zawartość żelaza w gramach.

**2.3.4. Wykonanie oznaczania.** 5 ml badanego roztworu przenieść za pomocą pipety do rozdzielacza pojemności 100 ml, dodać 10 ml roztworu rodanku amonowego 10% oraz 10 ml alkoholu izopropylowego. Wymieszać energicznie w ciągu 2 min. Pozostawić do rozdzielenia się dwóch warstw, a następnie przelać czer-

wony alkoholowy ekstrakt do kolby pomiarowej pojemności 25 ml, dopełnić do kreski alkoholem izopropylowym, wymieszać i przelać do suchej kufki. Zmierzyć absorbancję roztworu przy długości fali  $\lambda = 485$  nm, używając alkoholu izopropylowego jako wzorca porównawczego przy pomiarze. Odczytać z krzywej wzorcowej zawartość jonów żelaza w badanej próbce.

**2.3.5. Obliczanie wyniku oznaczania.** Zawartość żelaza w badanym roztworze ( $X_{Fe^{3+}}$ ), w gramach na litr, obliczyć wg wzoru

$$X_{Fe^{3+}} = \frac{a \cdot 1000}{5}$$

w którym:

$a$  — zawartość jonów żelaza odczytana z krzywej wzorcowej, g,

1000 — współczynnik równy stosunkowi 1 l : 1 ml,

5 — objętość próbki pobrana do oznaczania, ml.

**2.3.6. Wynik końcowy oznaczania** należy podać z dokładnością do 0,0002 g/l. Różnica między oznaczeniami uwzględnianymi przy obliczaniu wyniku końcowego — nie większa niż 5%.

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-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

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.