

POLIGRAFIA	N O R M A B R A N Ż O W A	
	Roztwory galwaniczne do wkleśtodruku Metody badań Oznaczenie zawartości miedzi w kąpieli niklowej	
	BN-86 7469-42/09	
		Grupa katalogowa 1699
Electrolytes for gravure cylinders plating Testing methods Determination of copper content in the nickel bath	Гальванические растворы для глубокой печати Методы испытаний Определение содержания меди в растворе для осаждения никеля	Elektrolysebäder für Tiefdruckverfahren Prüfmethoden Kupfer-Gehaltsbestimmung von Nickel bad

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem niniejszego arkusza normy są dwie metody badania zawartości miedzi w kąpieli niklowej wg BN-86/7469-42/02, tabl. lp. 1.

1.2. Rodzaje metod badań i ich przeznaczenie

a) Metoda kroplowa oznaczania śladowych zawartości miedzi — zalecana do szybkiego sprawdzania kąpieli niklowej w procesie galwanicznym.

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

2. METODY BADAŃ

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

2.2. Oznaczenie śladowych zawartości miedzi metodą kroplową

2.2.1. Zasada oznaczania polega na jakościowym wykryciu śladowej obecności miedzi w postaci żółtobrunatnego osadu z jonami dwuetylodwutiokarbaminianowymi w środowisku amoniakalnym przy zawartości powyżej 0,04 g/l Cu^{2+} w badanej próbce.

(Czułość reakcji jonów dwuetylodwutiokarbaminianowych z jonami miedzi wynosi 0,01%).

2.2.2. Odczynniki i roztwory

- Wersenian dwusodowy cz.d.a. roztwór 10%(m/m).
- Amoniak roztwór 25%(V/V).
- Dwuetylodwutiokarbaminian sodowy roztwór wodny 0,1%(m/m).
- Octan etylowy lub octan butylowy.

2.2.3. Wykonanie oznaczania. Do jednej kropli badanego roztworu dodać 4 krople roztworu wersenianu dwusodowego, 2 krople roztworu amoniaku, 3 krople roztworu dwuetylodwutiokarbaminianu sodu i 10 kro-

peł octanu. Wymieszać i pozostawić do odstania. Wykonać równoległe ślepą próbę, biorąc zamiast kropli elektrolitu kroplę wody destylowanej.

W przypadku nieobecności miedzi w kąpieli niklowej warstwa octanu pozostaje bezbarwna. W przypadku zabarwienia warstwy octanu na kolor żółtobrunatny kąpiel niklowa zawiera jony miedzi w ilości większej niż 0,04 g/l Cu^{2+} .

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

- niewystępowania miedzi w roztworze lub występowania w ilości poniżej 0,04 g/l,
- występowania nadmiernej ilości miedzi w badanym roztworze (powyżej 0,04 g/l).

2.2.5. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy należy przyjąć stwierdzenie wg 2.1.4 a) lub b) zgodne co najmniej dla dwóch równoległych oznaczeń.

2.3. Oznaczenie zawartości miedzi metodą spektrofotometryczną

2.3.1. Zasada oznaczania polega na ekstrakcji alkoholem izoamyłowym purpurowego kompleksu jonów miedzi z kuproiną, zmierzaniu absorbancji ekstraktu za pomocą spektrofotometru i odczytaniu stężenia jonów miedzi z krzywej wzorcowej, a następnie obliczeniu stężenia w badanym roztworze.

2.3.2. Odczynniki i roztwory

a) Kuproina (2,2-dwuchinolił, dwuchinolina, $\text{C}_{18}\text{H}_{12}\text{N}_2$), roztwór w alkoholu izoamyłowym 0,02%(m/m).

b) Alkohol izoamyłowy I rzędowy $[(\text{CH}_3)_2 \cdot \text{CH} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2\text{OH}]$ (frakcja alkoholu wrząca w temperaturze $129 \div 132^\circ\text{C}$, otrzymana przez destylację handlowego alkoholu izoamyłowego),

c) Chlorowodorek hydroksyloamoniowy (NH_3OHCl) roztwór 1,5%(m/m).

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)

d) Octan sodowy (CH_3COONa) cz. roztwór 5%(m/m).

e) Alkohol metylowy (metanol).

f) Roztwór porównawczy podstawowy miedzi (1 ml zawiera 1 mg Cu^{2+}) przygotowany wg PN-81/C-06503 tabl., p. 2.2.1.42.

g) Roztwór porównawczy roboczy (1 ml zawiera 0,01 mg Cu^{2+}) otrzymany przez stukrotne rozcieńczenie roztworu podstawowego wodą.

2.3.3. Przyrządy i materiały

a) Spektrofotometr „Spekol“ z kuetami grubości 1 cm.

b) Papierki uniwersalne do pomiaru pH w zakresie $4 \div 5$.

2.3.4. Wykreślenie krzywej wzorcowej. Dla uzyskania danych do wykreślenia krzywej, należy pobrać kolejno 1, 2, 3, 4 i 5 ml porównawczego roztworu roboczego co odpowiada kolejno 1, 2, 3, 4, $5 \cdot 10^{-5}$ g miedzi w próbce. Próbkę kolejno umieszczać w rozdzielaczu, po czym dodawać 5 ml roztworu chlorkowodoru hydroksyloamoniowego, octanu sodowego do ustalenia pH na $4 \div 5$ względem papierka uniwersalnego i 10 ml roztworu kuproiny. Wstrząsać energicznie w ciągu 2 min, odstawić do rozdzielania się dwóch warstw, a następnie przelać dolną warstwę purpurowego roztworu alkoholowego do kolby pomiarowej pojemności 25 ml i dopełnić alkoholem izoamylovym do kreski. Jeżeli roztwór alkoholowy jest mętny należy przed dopełnieniem do kreski dodać kilka kropel alkoholu metylowego. Roztworem tym napełnić suchą kuetę od spektrofotometru i mierzyć absorbancję (A_1, A_2, A_3, A_4 i A_5) dla kolejnych próbek przy długości fali $\lambda = 560$ nm, używając alkoholu izoamylovego jako wzorca porównawczego przy pomiarze. Następnie na papierze milimetrycznym wykreślić krzywą wzorcową w układzie

współrzędnych, odkładając na osi rzędnych wartości absorbancji (A), a na osi odciętych zawartość miedzi w gramach.

2.3.5. Wykonanie oznaczania. Przenieść pipetą 5 ml badanego roztworu do rozdzielacza pojemności 100 ml, dodać 5 ml roztworu chlorowodoru hydroksyloamoniowego, octanu sodowego do ustalenia pH na $4 \div 5$ względem papierka uniwersalnego, 10 ml roztworu kuproiny. Wstrząsać energicznie w ciągu 2 min. Po rozdzieleniu się dwóch warstw przelać purpurowy alkoholowy roztwór do kolby pomiarowej pojemności 25 ml, dopełnić alkoholem izoamylovym do kreski. Następnie przelać do suchej kuetki o grubości 1 cm i zmierzyć absorbancję (A) roztworu za pomocą spektrofotometru przy długości fali $\lambda = 560$ nm, używając alkoholu izoamylovego jako wzorca porównawczego przy pomiarze. Odczytać z krzywej wzorcowej zawartość jonów miedzi w badanej próbce.

2.3.6. Obliczanie wyniku oznaczania. Zawartość miedzi w badanym roztworze ($X_{\text{Cu}^{2+}}$), w gramach na litr obliczyć wg wzoru

$$X_{\text{Cu}^{2+}} = \frac{a \cdot 1000}{5}$$

w którym:

a — zawartość jonów miedzi odczytana z krzywej wzorcowej, g,

1000 — współczynnik równy stosunkowi 1 l : 1 ml,

5 — objętość próbki pobrana do oznaczania, ml.

2.3.7. Wynik końcowy oznaczania należy podać z dokładnością do 0,002 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 włósnodruku. Metody badań. Zakres i postanowienia ogólne normy

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

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