

ŚRODKI POMOCNICZE DO POKRYWANIA METALI	NORMA BRANŻOWA	BN-75 6068-05
	Sole do celów galwanotechnicznych Siarczan miedziowy	Zamiast BN-67/6068-05
		Grupa katalogowa X 14

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest **siarczan miedziowy** do celów galwanotechnicznych.

Siarczan miedziowy ma:

wzór $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$,

masę cząsteczkową 249,68 (43).

2. OZNACZENIE

Przykład oznaczenia siarczanu miedziowego do celów galwanotechnicznych:

SIARCZAN MIEDZIOWY GALWANOTECHNICZNY
BN-75/6068-05

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Siarczan miedziowy do celów galwanotechnicznych powinien mieć postać kryształów barwy niebieskiej bez zanieczyszczeń mechanicznych widocznych nieuzbrojonym okiem.

3.2. Wymagania chemiczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Składniki	
a) Siarczan miedziowy uwodniony ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), %, nie mniej niż	97,5
b) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, nie więcej niż	0,1
c) Wolnego kwasu siarkowego (H_2SO_4), %, nie więcej niż	0,1
d) Chlorków (Cl^-), %, nie więcej niż	0,005
e) Żelaza ($\text{Fe}^{3+} + \text{Fe}^{2+}$), %, nie więcej niż	0,1
f) Arsenu (As) %, nie więcej niż	0,02
g) Antymonu (Sb) %, nie więcej niż	0,01
h) Niklu (Ni), %, nie więcej niż	0,02
i) Zanieczyszczeń obcych	nie dopuszcza się

4. PAKOWANIE

Siarczan miedziowy do celów galwanotechnicznych należy pakować w sposób zabezpieczający przed zanieczyszczeniem, rozsypaniem i zawilgoeniem w czasie przechowywania i transportu. Opakowanie powinno być przystosowane do szybkiego, łatwego i wielokrotnego otwierania.

Na opakowaniu należy umieścić napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę lub znak wytwórni,
- b) oznaczenie wg rozdz. 2,
- c) numer partii,
- d) masę netto,
- e) napis: "Ostrożnie: środek szkodliwy", barwy czerwonej na białym tle.

5. BADANIA**5.1. Rodzaje badań**

- a) sprawdzenie tożsamości, postaci, barwy i nieobecności wtrąceń i zanieczyszczeń obcych (3.1),
- b) oznaczanie zawartości siarczanu miedziowego uwodnionego (3.2a),
- c) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3.2b),
- d) oznaczanie zawartości wolnego kwasu siarkowego (3.2c),
- e) oznaczanie zawartości chlorków (3.2d),
- f) oznaczanie zawartości żelaza (3.2e),
- g) oznaczanie zawartości arsenu (3.2f),
- h) oznaczanie zawartości antymonu (3.2g),
- i) oznaczanie zawartości niklu (3.2h),
- j) oznaczanie zawartości zanieczyszczeń obcych (3.2i).

5.2. Przygotowanie partii do badań. Z każdej partii podlegającej odbiorowi należy pobierać w sposób losowy, w zależności od liczności partii, następującą liczbę opakowań jednostkowych wg tabl. 2.

Zgłoszona przez Instytut Mechaniki Precyzyjnej
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Urządzeń Technologicznych TECHMA dnia 6 maja 1975 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji i obrotu od dnia 1 stycznia 1976 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 19/1975 poz. 68)

Tablica 2

Liczba opakowań w partii	Liczba opakowań jednostkowych, które należy wybrać do pobrania próbek
do 5	wszystkie
6 ÷ 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 160	10
powyżej 160	16 jednak nie mniej niż 5%

5.3. Pobieranie próbek - wg PN-67/C-04500. Z każdego opakowania jednostkowego, wybranego do badań, należy pobrać próbkę próbnikiem 15 lub 16 wg PN-74/C-60008, zagłębiając go co najmniej do $\frac{3}{4}$ głębokości opakowania licząc od góry.

Średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 500 g przygotować wg PN-67/C-04500.

Pobraną próbkę należy szybko sproszkować w moździerzu porcelanowym, dobrze wymieszać i umieścić z powrotem w szczelnie zamkniętym naczyniu szklanym, z którego następnie będą pobierane próbki do poszczególnych oznaczeń.

5.4. Opis badań

5.4.1. Sprawdzenie postaci, barwy oraz nieobecności wtrąceń i zanieczyszczeń obcych wykonuje się nieuzbrojonym okiem w świetle dziennym.

5.4.2. Sprawdzenie tożsamości

5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- Asotan barowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Woda amoniakalna cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

5.4.2.2. Wykonanie sprawdzenia. 1 g badanego siarczanu miedziowego do celów galwanotechnicznych rozpuścić w 20 cm³ wody. Otrzymany roztwór używać do następujących badań:

- do kilku cm³ badanego roztworu dodać roztworu azotanu barowego; powinien wytrącić się biały osad nierozpuszczalny w rozcieńczonych kwasach,
- do kilku cm³ badanego roztworu dodać kilka kropel amoniaku; powinien wydzielić się jasnozielony osad wodorotlenku miedziowego rozpuszczającego się w nadmiarze amoniaku z zabarwieniem lazurowym.

5.4.3. Oznaczanie zawartości siarczanu miedziowego pięciowodnego - wg BN-72/6016-31 p. 5.4.3.

5.4.4. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie

5.4.4.1. Wykonanie oznaczania. 60 g badanego siarczanu miedziowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 500 cm³ wody, a następnie przesączyć przez czysty, wysuszony w temperaturze 105°C i zważony z dokładnością do 0,0002 g tygiel szklany do sączenia o gęstości G4. Tygiel z osadem przemyc czterokrotnie gorącą wodą i wysuszyć

w temperaturze 105°C do stałej masy. Ostudzić w eksykatorze i zważyć z tą samą dokładnością.

5.4.4.2. Obliczanie. Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie w procentach (X_1) obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m_2}$$

w którym:

- masa osadu, g,
- odważka siarczanu miedziowego, g.

5.4.4.3. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o 10%.

5.4.5. Oznaczanie zawartości wolnego kwasu siarkowego

5.4.5.1. Odczynniki i roztwory. Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.

5.4.5.2. Wykonanie oznaczania. Odważyć 50 g badanego siarczanu miedziowego z dokładnością do 0,001 g, rozpuścić w 200 cm³ i energicznie mieszając miareczkować roztworem wodorotlenku sodowego do powstawania pierwszego trwałego zmętnienia roztworu, utrzymującego się przez co najmniej 2 min.

5.4.5.3. Obliczenia. Zawartość kwasu siarkowego w procentach (X_2) obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{V_1 \cdot 0,49}{m_3}$$

w którym:

- objętość ściśle 0,1n roztworu wodorotlenku sodowego zużytego do miareczkowania, cm³,
- odważka badanego siarczanu miedziowego, g.

5.4.5.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż o 10%.

5.4.6. Oznaczanie zawartości chlorków (Cl⁻). 2 g badanego siarczanu miedziowego, zważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 20 cm³ wody i wykonać oznaczenie wg PN-68/C-04518 sposób A, stosując roztwór porównawczy siarczanu miedziowego cz.d.a. Do roztworu porównawczego dodać 0,1 mg Cl⁻.

5.4.7. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe³⁺ Fe²⁺)

5.4.7.1. Zasada oznaczania polega na wstępnym oddzieleniu żelaza w postaci wodorotlenku żelazowego i następnie oznaczeniu metodą kolorymetryczną z kwasem sulfosalicylowym w środowisku amoniakalnym.

5.4.7.2. Odczynniki i roztwory

- Chlorek amonowy cz.d.a.
- Kwas azotowy cz.d.a. (1,15).
- Woda amoniakalna cz.d.a., roztwór 10- i 25-procentowy.
- Kwas solny cz.d.a. (1,19).
- Kwas sulfosalicylowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.

f) Roztwór wzorcowy zawierający jony Fe^{3+} , przygotowany i rozcieńczony w stosunku 1:100 wg PN-68/C-06500 p. 3.2.1.57. 1 cm^3 rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Fe.

5.4.7.3. Wykonanie oznaczania. 1 g badanego siarczanu miedziowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 70 cm^3 wody, przelać ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm^3 , uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Do oznaczania pobrać 5 cm^3 tego roztworu, dodać $0,5 \text{ cm}^3$ kwasu azotowego, ogrzać do wrzenia, dodać $1,5 \text{ g}$ chlorku amonowego i 10-procentowej wody amoniakalnej do rozpuszczenia wytrącającego się zielonkawego osadu. Roztwór ogrzewać w ciągu 1 h na wrzącej łaźni wodnej, a następnie przesączyć. Osad przemyć na sączku początkowo roztworem zawierającym 5 g chlorku amonowego i 5 cm^3 25-procentowego roztworu amoniaku w 100 cm^3 wody, a następnie gorącą wodą do zaniku reakcji na jony Cl^- . Osad na sączku rozpuścić w 3 cm^3 kwasu solnego i przemyć sączek 10 cm^3 wody. Przesączyć z rozpuszczenia wodorotlenku żelazowego na sączku oraz wodę z przemycia zebrać razem w cylindrze Nesslera pojemności 50 cm^3 . Roztwór zobojętnić 10-procentową wodą amoniakalną wobec papierka lakmusowego, dodać $2 \div 3$ krople kwasu solnego, uzupełnić objętość roztworu do 25 cm^3 , dodać 5 cm^3 roztworu kwasu sulfosalicylowego, wymieszać, dodać 5 cm^3 10-procentowego roztworu amoniaku i ponownie dobrze wymieszać.

Równocześnie w drugim takim samym cylindrze Nesslera sporządzić roztwór porównawczy w następujący sposób: do 25 cm^3 roztworu zawierającego $2 \div 3$ krople kwasu solnego oraz $0,05 \text{ mg Fe}^{3+}$ (5 ml roztworu rozcieńczonego wg 5.4.7.2f), dodać 5 cm^3 roztworu kwasu sulfosalicylowego, wymieszać, dodać 5 cm^3 10-procentowego roztworu amoniaku i ponownie dobrze wymieszać.

Porównać intensywność zabarwienia w obu cylindrach.

5.4.7.4. Wynik. Badany siarczan miedziowy do celów galwanotechnicznych odpowiada wymaganiom normy, jeżeli zabarwienie badanego roztworu nie jest intensywniejsze niż zabarwienie roztworu porównawczego.

5.4.8. Oznaczanie zawartości arsenu (As)

5.4.8.1. Zasada oznaczania polega na destylacyjnym wydzieleniu arsenu w postaci chlorku arsenawego z roztworu zawierającego kwas solny i substancję redukującą i następnie na oznaczeniu metodą objętościową przy użyciu bromianu potasowego wobec oranżu metylowego.

5.4.8.2. Odczynniki i roztwory

- Bromek potasowy cz.d.a.
- Bromian potasowy cz.d.a., roztwór 0,02n,

0,5566 g bromianu potasowego rozpuścić w 1 cm^3 wody. Miono ustalić za pomocą trójtlenku arsenawego cz.d.a.

- Kwas solny (1,19) nie zawierający arsenu.
- Oranż metylowy, roztwór 0,1-procentowy.
- Siarczan hydrazyny cz.d.a.

5.4.8.3. Wykonanie oznaczania. 35 g badanego siarczanu miedziowego odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w małej ilości wody w kolbie destylacyjnej Kattwinkela, dodać 100 cm^3 kwasu solnego i $3 \div 6 \text{ g}$ siarczanu hydrazyny z dodatkiem $1 \div 2 \text{ g}$ bromku potasowego. Po zestawieniu aparatu rozpocząć destylację przez powolne i stopniowe ogrzewanie zawartości kolby do wrzenia, włączając przepływ wody przez chłodnicę.

Destylat zebrać do zlewki pojemności 600 cm^3 zawierającej 100 cm^3 wody i umieszczonej w zimnej kąpieli. Po oddestylowaniu $\frac{2}{3}$ zawartości kolby pozostawić do ostygnięcia, wprowadzić przez wkraplacz 100 cm^3 kwasu solnego i destylować w dalszym ciągu. Do otrzymanego destylatu dodać w razie potrzeby tyle kwasu solnego, aby na każde 100 cm^3 roztworu przypadło 25 cm^3 kwasu solnego (1,19), dodać kilka kropli roztworu oranżu metylowego, ogrzać do temperatury 50°C i miareczkować roztworem bromianu potasowego aż do zupełnego odbarwienia.

5.4.8.4. Obliczenie. Zawartość arsenu As (X_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{V_2 \cdot 0,07491}{m_4}$$

w którym:

- V_2 - objętość ściśle 0,02n roztworu bromianu potasowego zużytego do miareczkowania, ml,
 m_4 - odważka badanego siarczanu miedziowego, g.

5.4.8.5. Wyniki oznaczania. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch oznaczeń, różniących się między sobą nie więcej niż o 1%.

5.4.9. Oznaczanie zawartości antymonu (Sb) - wg BN-72/6016-31 p. 5.4.8.

5.4.10. Oznaczanie zawartości niklu (Ni) - wg BN-72/6016-31 p. 5.4.9.

5.5. Ocena wyników badań. Badany siarczan miedziowy do celów galwanotechnicznych odpowiada wymaganiom normy, jeżeli wyniki wszystkich badań są zgodne z treścią rozdz. 3.

5.6. Zaświadczenie o wynikach badań. Producent zobowiązany jest przedstawić zaświadczenie o wynikach badań stwierdzające zgodność produktu z wymaganiami normy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Mechaniki Precyzyjnej, Warszawa.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-67/6068-05. Wprowadzono nowe wymagania dotyczące zanieczyszczeń obcych i zmieniono metodę oznaczania produktu.

3. Normy związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-68/C-04518 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych za-

wartości chlorków w bezbarwnych roztworach metodą turbidymetryczną

PN-68/C-06500 Analiza chemiczna. Przygotowanie odczynników, roztworów pomocniczych oraz roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-74/C-60008 Próbki do pobierania próbek produktów bezkształtnych,

BN-72/6016-31 Siarczan miedziowy techniczny

4. Autorzy projektu normy - dr inż. Stanisław Bagdach, dr inż. Teresa Biestek, mgr Irena Zagrodzka - Instytut Mechaniki Precyzyjnej.