

WŁÓKNA CHEMICZNE	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-87
	Wiskoza	7501-04
	Oznaczanie zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem <i>o</i> -fenantroliny	Grupa katalogowa 1109

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości żelaza w wiskozie.

1.2. Zakres stosowania normy. Metodę stosuje się do oznaczania zawartości żelaza w wiskozach, używanych do produkcji wszystkich asortymentów włókien wiskozowych oraz folii wiskozowej w kontroli międzyoperacyjnej.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na zmineralizowaniu próbki wiskozy metodą moką, redukcji zawartych w roztworze jonów żelazowych (Fe^{3+}) do żelazawych (Fe^{2+}) i następnym wytworzeniu barwnego kompleksu z *o*-fenantroliną. Do redukcji jonów żelazowych (Fe^{3+}) używa się chlorowodoru hydroksyloaminy.

2.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy stężony o ρ $H_2SO_4 = 1,84$ cz.d.a.
- Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór 10%(m/m).
- Nadtlenek wodoru cz.d.a., roztwór 30%(m/m).
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór 40%(m/m).
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór o $c(NaOH) = 1$ mol/l.
- Chlorowodorek hydroksyloaminy cz.d.a., roztwór 10%(m/m).
- Roztwór buforowy o $pH = 4$.

Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odważyć 40 g octanu amonowego cz.d.a., dodać 50 ml kwasu octowego cz.d.a. o stężeniu 80%(m/m), uzupełnić wodą destylowaną do kreski i wymieszać.

Dopuszcza się także stosowanie roztworu otrzymanego przez zmieszanie 18 ml roztworu octanu sodowego cz.d.a. o $c(CH_3COONa) = 0,2$ mol/l, z 82 ml roztworu kwasu octowego cz.d.a. o $c(CH_3COOH) = 0,2$ mol/l.

h) *O*-fenantrolina (1,10-fenantrolina) cz.d.a., roztwór 0,5%(m/m), w roztworze kwasu solnego cz.d.a. o $c(HCl) = 0,1$ mol/l lub chlorowodorek *o*-fenantroliny cz.d.a., roztwór 0,5%(m/m) w wodzie destylowanej.

Przygotowany roztwór *o*-fenantroliny lub chlorowodoru fenantroliny przechowywać w lodówce i używać tylko do czasu, dopóki nie wystąpi zabarwienie.

i) Żelazo (Fe^{3+}), roztwór wzorcowy roboczy. Przygotować roztwór wzorcowy podstawowy wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.75. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 1 mg Fe. Do kolby pomiarowej pojemności 1 l odważyć 10 ml roztworu wzorcowego podstawowego, dopełnić do kreski roztworem kwasu siarkowego o $c(\frac{1}{2} H_2SO_4) = 0,01$ mol/l i dokładnie wymieszać.

1 ml tak przygotowanego roztworu wzorcowego roboczego zawiera 0,010 mg Fe.

2.3. Aparatura i przyrządy. Spektrofotometr lub fotokolorymetr z filtrem o maksymalnej przepuszczalności w zakresie 510 nm z kuwetami o grubości warstwy 1 cm.

2.4. Przygotowanie próbki do badań. Do wysokiej zlewki pojemności 150 ml odważyć z dokładnością do 0,001 g około 8 g wiskozy, dodać 20 ml wody destylowanej, dokładnie wymieszać przecikiem szklanym, po czym stopniowo dodawać 40 ml nadtlenu wodoru i gotować w ciągu 15 min. Zlewkę ogrzewać bardzo ostrożnie i uważać, aby gotowanie przebiegało powoli. Następnie opłukać ścianki zlewki niewielką ilością wody destylowanej, dodać 3 ml stężonego kwasu siarkowego i wolno gotować (około 90 min), aż roztwór w zlewce będzie klarowny, po czym odparować do objętości kilku ml, uważając przy tym, aby nie wydzielały się białe dymy kwasu siarkowego.

Tak zmineralizowaną próbkę wiskozy doprowadzić do $pH 2 \div 3$ (wobec papierka uniwersalnego), stosując początkowo roztwór wodorotlenku sodu o stężeniu 40%, a następnie roztwór wodorotlenku sodu o $c(NaOH) = 1$ mol/l, po czym przenieść próbkę do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, używając możliwie małej ilości wody.

W przypadku analizowania wiskozy matowanej, doprowadzony do $pH 2 \div 3$ roztwór, w trakcie przenoszenia do kolby pomiarowej przesączyć przez twardy sączek w celu usunięcia dwutlenku tytanu. Sączek opłukać niewielką ilością wody destylowanej.

Zgłoszona przez Instytut Włókien Chemicznych
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Włókiennictwa dnia 10 marca 1987 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1988 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1987, poz. 16)

Równolegle w identyczny sposób wykonać próbkę kontrolną (przy użyciu wszystkich odczynników), stosując 10 ml wody destylowanej zamiast odważki wiskozy.

2.5. Wykonanie oznaczania

2.5.1. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do kolb pomiarowych pojemności 50 ml odmierzyć kolejno 2, 5, 10, 15 i 20 ml roboczego wzorcowego roztworu żelaza, przygotowanego wg 2.2i), co odpowiada 0,02; 0,05; 0,10; 0,15 i 0,20 mg Fe.

Do każdej kolby dodać 20 ml wody destylowanej, 0,5 ml kwasu siarkowego 10% i 2 ml roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, wymieszać i pozostawić na 15 min. Następnie dodać 5 ml roztworu buforowego, wymieszać, dodać 1 ml roztworu *o*-fenantroliny, dopełnić wodą do kreski i pozostawić na 20 min. Równolegle w identyczny sposób wykonać próbę kontrolną, stosując 20 ml wody destylowanej zamiast wzorcowego roztworu żelaza.

Tak przygotowane roztwory przelać do kuwet o grubości warstwy 1 cm i mierzyć absorbancję przy długości fali 510 nm. Jako odnośnik stosować równolegle przygotowaną próbę kontrolną.

Na podstawie otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową, odkładając na osi rzędnych wartości absorpcji, a na osi odciętych — zawartości żelaza w mg.

Krzywą wzorcową należy wykreślać raz na pół roku lub przy każdorazowej zmianie odczynników lub przyrządu.

2.5.2. Oznaczanie żelaza w próbce. Do kolby pomiarowej 50 ml zawierającej analizowaną próbkę przygoto-

waną wg 2.4, dodać 2 ml roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, wymieszać i pozostawić na 15 min, po czym dodać 5 ml roztworu buforowego, 1 ml roztworu *o*-fenantroliny lub chlorowodoru fenantroliny, dopełnić kolbę do kreski wodą destylowaną, wymieszać i pozostawić na 20 min. Tak przygotowany roztwór wlać do kuwety o grubości warstwy 1 cm i mierzyć absorbancję przy długości fali 510 nm. Jako odnośnik stosować równolegle wykonaną próbę kontrolną. Zawartość żelaza w badanej próbce wiskozy odczytać z krzywej wzorcowej.

2.6. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość żelaza (X) w wiskozie obliczyć w mg na 1 kg wiskozy wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot 1000}{m}$$

w którym:

a — zawartość żelaza w badanej próbce wiskozy, odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

m — masa badanej próbki wiskozy, g.

2.7. Dopuszczalna różnica między wynikami oznaczeń. Dopuszczalna różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 10% wyniku wyższego.

2.8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń, obliczonych wg 2.6, zgodnych z 2.7.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Włókien Chemicznych, Łódź, Zakłady Włókien Chemicznych CHEMITEX-WISTOM, Tomaszów Mazowiecki.

2. Normy związane
PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

3. Autorzy projektu normy — mgr inż. Danuta Markowska, Instytut Włókien Chemicznych, Łódź, mgr Barbara Szczepańska, Zakłady Włókien Chemicznych, CHEMITEX-WISTOM, Tomaszów Mazowiecki.