

ŚRODKI POMOCNICZE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Środki pomocnicze dla garbarstwa	6063-21/13
	Garbniki syntetyczne	
	Oznaczanie zawartości chromu	Grupa katalogowa 1099

1. Przedmiot arkusza normy. Przedmiotem arkusza normy jest metoda oznaczania zawartości chromu.

2. Zasada metody polega na mineralizacji próbki garbnika syntetycznego mieszaniną stężonych kwasów, utlenieniu soli Cr (III) do soli Cr (VI), oznaczeniu chromu jodometrycznie.

3. Odczynniki. Do badań należy stosować odczynniki cz., d.a. oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

- Kwas nadchlorowy ($d = 1,54$).
- Kwas siarkowy ($d = 1,84$).
- Kwas azotowy ($d = 1,4$).
- Kwas solny ($d = 1,19$), roztwór (1+1).
- Nadmanganian potasowy, roztwór o stężeniu $c\left(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4\right) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- Tiosiarczan sodowy, roztwór mianowany o stężeniu $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- Jodek potasowy, roztwór 10%(m/m).
- Skrobia rozpuszczalna, roztwór 1%(m/m).
- Papierki jodoskrobiowe.

4. Wykonanie oznaczania. Z próbki ogólnej odważyć z dokładnością do 0,0002 g w przypadku przewidywanej zawartości tlenku chromowego poniżej 2%(m/m) 2,5 ÷ 3,0 g, a w przypadku przewidywanej zawartości — powyżej 2%(m/m) 0,5 ÷ 1,0 g garbnika syntetycznego.

Odważkę umieścić w kolbie stożkowej pojemności 300 ml, dodać 10 ml kwasu nadchlorowego, 5 ml kwasu siarkowego, 5 ml kwasu azotowego i zawartość kolby łagodnie ogrzewać do wrzenia pod sprawnie działającym wyciągiem. Stan łagodnego wrzenia utrzymywać do momentu całkowitego odpędzenia tlenków azotu. Następnie stopniowo wzmocnić ogrzewanie i utrzymywać intensywne wrzenie do momentu zmiany barwy klarownego roztworu z zielonej na pomarańczową (przy małej zawartości chromu barwa jest żółta). Po ostygnięciu zawartość kolby rozcieńczyć wodą do obję-

tości około 150 ml. Od momentu rozcieńczenia oznaczanie zawartości chromu należy wykonać tego samego dnia. Otrzymany roztwór ogrzać do wrzenia i dodawać kroplami roztwór nadmanganianu potasowego do momentu utrzymywania się wiśniowego zabarwienia. Zabarwiony roztwór gotować 5 min i zakwasić niewielką ilością kwasu solnego do momentu rozpuszczenia dwutlenku manganu i otrzymaniu klarownego roztworu o zabarwieniu pomarańczowym lub żółtym. Następnie po włożeniu małego lejka do szyjki kolby gotować roztwór około 20 min do całkowitego odpędzenia wydzielonego chloru, co należy sprawdzić papierkiem jodoskrobiowym. Po ostudzeniu roztworu dodać 10 ml roztworu jodku potasowego, kolbę zamknąć korkiem szlifowanym i odstawić na 15 min do zaciemnienia pomieszczenia. Kurek zamykający kolbę dokładnie opłukać wodą i zawartość kolby zmiareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego dodając pod koniec miareczkowania kilka kropli roztworu skrobi jako wskaźnika.

5. Obliczanie wyniku. Zawartość chromu w przeliczeniu na Cr_2O_3 w garbniku syntetycznym (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,00253 \cdot 100}{m} = \frac{0,253 \cdot V}{m}$$

w którym:

V — objętość roztworu tiosiarczanu sodowego o stężeniu $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ użytego do miareczkowania, ml,

m — masa odważki garbnika syntetycznego, g,

0,00253 — ilość Cr_2O_3 odpowiadająca 1 ml roztworu tiosiarczanu sodowego o stężeniu $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$, g.

Wynik obliczyć z dokładnością do 0,01%.

6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,1%.

K O N I E C

Informacje dodatkowe

Zgłoszona przez Instytut Przemysłu Organicznego
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 17 sierpnia 1988 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 15/1988, poz. 36)

INFORMACJE DODATKOWE

1. **Instytucja opracowująca normę** — Instytut Przemysłu Skórzanego, Łódź.
2. **Autorzy projektu normy** — doc. dr H. Gelo, mgr B. Wionczyk.
3. **Informacja dotycząca metody oznaczania chromu.** Wprowadzona metoda oznaczania chromu jest zgodna z metodą oznaczania chromu w skórze wyprawionej wg PN-74/P-22112.