

ŚRODKI POMOCNICZE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Środki pomocnicze dla garbarstwa	6063-21/14
	Garbniki syntetyczne	
	Oznaczanie zawartości glinu	Grupa katalogowa 1099

1. Przedmiot arkusza normy. Przedmiotem arkusza normy jest metoda oznaczania zawartości glinu oraz glinu w obecności soli chromu.

2. Zasada metody polega na mineralizacji próbki garbnika syntetycznego mieszaniną stężonych kwasów, doprowadzeniu badanego roztworu do pH 3 ÷ 4 i oznaczaniu glinu lub glinu obok chromu (VI) kompleksometrycznie przez odmiareczkowanie nadmiaru dodanego wersenianu dwusodowego (EDTA) — ałunem żelazowo-amonowym w środowisku buforu octanowego o pH 5 wobec kwasu sulfosalicylowego jako wskaźnika.

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

- a) Kwas nadchlorowy ($d = 1,54$).
- b) Kwas siarkowy ($d = 1,84$) oraz roztwór (1+4).
- c) Kwas azotowy ($d = 1,4$).
- d) Woda amoniakalna 25%, roztwór (1+1).
- e) Wersenian dwusodowy (EDTA), roztwór mianowany o $c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- f) Ałun żelazowo-amonowy, roztwór o $c[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}] = 0,1 \text{ mol/l}$.
- g) Bufor octanowy o pH 5; mieszać równe objętości octanu sodowego o $c(\text{CH}_3\text{COONa}) = 2 \text{ mol/l}$ i kwasu octowego o $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1 \text{ mol/l}$.
- h) Kwas sulfosalicylowy, roztwór 5%(m/m).
- i) Papierki wskaźnikowe uniwersalne.
- j) Papierki jodokrobiowe.

4. Wykonanie oznaczania. Z próbki ogólnej odważyć z dokładnością do 0,0002 g (przy przewidywanej zawartości tlenku glinowego około 10%) około 0,5 g garbnika syntetycznego. W przypadku produktu o innej zawartości glinu wielkość odważki należy dostosować do przewidywanej zawartości Al_2O_3 . 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 otrzymania klarownego, bezbarwnego roztworu, a w przypadku prób zawierających chrom — do momentu otrzymania klarownego roztworu o barwie pomarańczowej lub żółtej. Po ostygnięciu zawartość kolby rozcieńczyć do objętości około 150 ml wodą i gotować do usunięcia wolnego chloru, co należy sprawdzić papierkiem jodokrobiowym. Do ochłodzonego roztworu dodać 70 ÷ 80 ml wody amoniakalnej.

Wytrąca się osad, a roztwór powinien mieć odczyn słabo alkaliczny wobec papierka wskaźnikowego uniwersalnego. Po ochłodzeniu zawartość kolby dodać 12,0 ml mianowanego roztworu EDTA i roztwór kwasu siarkowego (1 + 4) w takiej ilości, aby pH wynosiło 3 ÷ 4 (pH prób nie zawierających soli chromu sprawdzić papierkiem wskaźnikowym uniwersalnym; w przypadku prób zawierających sole chromu kwas siarkowy wprowadzać kroplami do pierwszej zmiany barwy roztworu z żółtej na pomarańczową). Następnie dodać 20 ml buforu octanowego, zawartość kolby ogrzać do wrzenia i utrzymywać w tym stanie w ciągu 3 min. Wytrącony podczas dodawania wody amoniakalnej osad rozpuszcza się. Po ochłodzeniu dodać 1 ml kwasu sulfosalicylowego i odmiareczkować nadmiar EDTA roztworem ałunu żelazowo-amonowego do pojawienia się barwy brunatnoczerwonej lub zmiany barwy z żółtej czy pomarańczowej (w obecności chromu) na brunatnoczerwoną.

Jeżeli nadmiar EDTA będzie mniejszy niż 1 ml lub większy niż 3 ml, oznaczanie należy powtórzyć zmieniając ilość dodanego EDTA.

5. Obliczanie wyniku. Zawartość glinu w przeliczeniu na tlenek glinowy (X) w garbniku syntetycznym obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,005097 \cdot 100}{m} = \frac{0,5097 \cdot (V - V_1)}{m}$$

w którym:

V — objętość dodanego do próby roztworu EDTA o $c(\text{EDTA}) = 0,1 \text{ mol/l}$, ml,

V_1 — objętość zużytego podczas miareczkowania roztworu ałunu żelazowo-amonowego o $c[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}] = 0,1 \text{ mol/l}$, ml,

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)

m — masa odważki garbnika syntetycznego, g,
0,005097 — ilość Al_2O_3 odpowiadająca 1 ml roztworu EDTA o $c(\text{EDTA}) = 0,1 \text{ mol/l}$, g.
Wynik obliczyć z dokładnością do 0,01%.

6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,5%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Przemysłu Skórzanego, Łódź.
2. Autorzy projektu normy — doc. dr H. Gelo, mgr B. Wionczyk.