

ŚRODKI POMOCNICZE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Środki pomocnicze dla garbarstwa	6063-21/11
	Garbniki syntetyczne	Zamiast PN-58/C-26000 ¹⁾
	Oznaczanie zawartości wapnia	Grupa katalogowa 1099

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

2. Zasada metody. Zasada metody polega na oznaczaniu wapnia w spopiłonej próbce garbnika syntetycznego poprzez bezpośrednie miareczkowanie roztworem wersenianu dwusodowego (EDTA) wobec kalcesu jako wskaźnika przy pH 11,9 ÷ 12,0.

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

a) Kwas solny ($d = 1,19$), roztwór 1+1 (V/V) oraz roztwór o $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

b) Kwas azotowy ($d = 1,4$).

c) Wodorotlenek sodowy, roztwór o $c(\text{NaOH}) = 4 \text{ mol/l}$ oraz roztwór o $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

d) Trójetanoloamina, roztwór 2%(V/V).

e) Kalces, stała mieszanina z chlorkiem sodowym 1 + 100, roztarta dokładnie w moździerzu.

f) Wersenian dwusodowy (EDTA) roztwór mianowany o $c(\text{EDTA}) = 0,01 \text{ mol/l}$ zawierający dodatek 0,01 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ w 1 l.

4. Wykonanie oznaczania. Do tygła porcelanowego ze spopiłoną próbką garbnika syntetycznego otrzymaną wg BN-88/6063-21/09 dodać 10 ml roztworu kwasu solnego (1+1), 2 ml kwasu azotowego i gotować pod przykrywką 10 min. Po ochłodzeniu zawartość tygła przenieść ilościowo do kolby pomiarowej 100 ml i dopełnić wodą do kreski.

W przypadku garbników syntetycznych zawierających sole wapnia oraz sole wapnia i żelaza pobrać 20,0 ml otrzymanego roztworu, rozcieńczyć wodą do około 50 ml i doprowadzić za pomocą roztworu wodorotlenku sodowego do pH 2 ÷ 3 dodając naj-

pierw roztwór o $c(\text{NaOH}) = 4 \text{ mol/l}$, a pod koniec roztwór o $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, sprawdzając na pehametrze. Dodać 3 ml trójetanoloaminy i pozostawić na 5 min. Dodać 0,3 ÷ 0,5 g kalcesu, zalkalizować badany roztwór roztworem wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 4 \text{ mol/l}$ do pH 11,9 ÷ 12,0 (pehametr) i miareczkować roztworem EDTA do zmiany barwy wskaźnika z różowofioletowej na niebieską.

W przypadku garbników syntetycznych zawierających również sole chromu lub sole chromu i glinu pobrać 20,0 ml zawiesiny rozcieńczyć próbkę wodą do objętości około 50 ml i doprowadzić za pomocą roztworu wodorotlenku sodowego do pH 6 ÷ 7 dodając najpierw roztwór o $c(\text{NaOH}) = 4 \text{ mol/l}$, a pod koniec roztwór o $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ i sprawdzając na pehametrze. Następnie ogrzać prawie do wrzenia i odsączyć na gorąco wytrącony osad wodorotlenków przez sączek o średniej gęstości. Osad przemyć kilkakrotnie gorącą wodą i połączyć otrzymane przesącze. Po ochłodzeniu zakwaszyć przesącz roztworem kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ do pH 2 ÷ 3 i dalej postępować tak jak podczas oznaczania wapnia w garbnikach syntetycznych nie zawierających soli chromu i glinu.

5. Obliczanie wyniku. Zawartość wapnia (X) w garbniku syntetycznym w przeliczeniu na tlenek wapniowy obliczyć w procentach wg wzoru:

$$X = \frac{V \cdot 0,00056 \cdot 100 \cdot 100}{20 \cdot m} = \frac{V \cdot 0,28}{m}$$

w którym:

V — objętość zużytego do miareczkowania roztworu EDTA o $c(\text{EDTA}) = 0,01 \text{ mol/l}$,

m — masa odważki garbnika syntetycznego g,
0,00056 — ilość CaO odpowiadająca 1 ml EDTA o $c(\text{EDTA}) = 0,01 \text{ mol/l}$.

Wynik obliczyć z dokładnością do 0,001%.

¹⁾ W zakresie p. 1.2 m).

Zgłoszona przez Instytut Przemysłu Organicznego
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Chemii Przemysłowej dnia 29 grudnia 1988 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1989 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 3/1989, poz. 6)

6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń. W przypadku zawartości tlenku wapniowego poniżej 0,1% różnica pomiędzy równoległymi wynikami nie powinna być większa niż 0,01%, a dla zawartości tlenku wapniowego większej niż 0,1% różnica nie powinna być większa niż 0,03%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Przemysłu Skórzanego, Łódź.

2. Zmiany w stosunku do PN-58/C-26000. Wprowadzono kompleksometryczną metodę oznaczania wapnia oraz wapnia w obecności soli chromu, żelaza i glinu.

3. Normy związane

BN-88/6063-21/09 Środki pomocnicze dla garbarstwa. Garbniki syntetyczne. Oznaczanie zawartości popiołu

4. Autorzy normy — mgr B. Wionczyk, mgr L. Korowajczyk, doc. dr H. Gelo.