

ŚRODKI POMOCNICZE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Środki pomocnicze dla garbarstwa	6063-21/15
	Garbniki syntetyczne	
	Oznaczanie fenoli destylujących z parą wodną	Grupa katalogowa 1099

1. Przedmiot arkusza normy. Przedmiotem arkusza normy jest metoda oznaczania w garbnikach syntetycznych fenoli destylujących z parą wodną.

2. Zasada metody. Zasada metody polega na wyodrębnieniu z próbki garbnika syntetycznego lotnych fenoli przez destylację z parą wodną i kolorymetrycznym ich oznaczaniu metodą sprzęgania z chlorkiem dwuazoniowym *p*-nitroaniliny.

3. Odczynniki i roztwory. Podczas analizy należy stosować odczynniki cz.d.a. i wodę destylowaną lub demineralizowaną o pH 5,0 ÷ 6,5 i suchej pozostałości po odparowaniu nie większej niż 0,001%(m/m), wolną od fenolu.

a) Kwas fosforowy ($d = 1,7$), roztwór 5%(m/m).

b) Siarczan miedziowy, roztwór 10%(m/m). 50 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 500 ml, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

c) Węglan sodowy, bezwodny, roztwór $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,5 \text{ mol/l}$.

d) Fenol, roztwór podstawowy. 10 g fenolu odważyć z dokładnością do 0,002 g i rozpuścić w wodzie w kolbie pomiarowej pojemności 1 l, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

1 ml tego roztworu zawiera 10 mg fenolu,

e) Fenol, roztwór wzorcowy, 1,0 ml podstawowego roztworu fenolu rozcieńczyć w kolbie pomiarowej pojemności 1 l i dopełnić do kreski wodą.

1 ml tego roztworu zawiera 0,01 mg fenolu.

f) *p*-Nitroanilina, roztwór przygotowany w następujący sposób: 1,39 g *p*-nitroaniliny rozpuścić w 310 ml roztworu kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$, przenieść do kolby pomiarowej pojemności 2 l, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać.

g) Azotyn sodowy, roztwór nasycony.

h) Papierki wskaźnikowe uniwersalne.

4. Aparatura i sprzęt laboratoryjny

a) Spektrofotometr obejmujący swym zakresem długość fali 470 nm lub kolorymetr fotoelektryczny z filtrem o maksymalnej przepuszczalności przy długości fali 470 nm oraz kuwety o grubości warstwy pochłaniającej 1 cm.

b) Aparat Parnasa lub dowolny zestaw szklany do destylacji z połączeniami na szlify i kolbą kulistą pojemności 500 ml.

5. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do 7 kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć 20,0 ml roztworu *p*-nitroaniliny i dodać kilka kropli nasyconego roztworu azotynu sodowego do jej odbarwienia. Następnie odmierzyć kolejno 1,0; 3,0; 5,0; 7,0; 10,0; 12,0; 14,0 ml roztworu wzorcowego fenolu oraz 30 ml węglanu sodowego. Kolby pomiarowe dopełnić do kreski wodą. Wzorce zawierają kolejno od 0,01 do 14 mg fenolu. W zależności od stężenia fenolu w roztworze zabarwienie jest żółte, przez morelowe do czerwonego. Po 20 min oznaczyć absorbancję barwnych roztworów przy długości fali 470 nm i grubości warstwy pochłaniającej równej 1 cm. Jako odnośnik stosować roztwór, zawierający ten sam skład, tylko bez fenolu. Wykreślić krzywą wzorcową odkładając na osi odciętych ilość fenolu (mg), a na osi rzędnych — odpowiadające im wartości absorbancji. Do wyznaczania każdego punktu krzywej wzorcowej wziąć średnią arytmetyczną 2 równoległych oznaczeń. Krzywą wzorcową należy wykonać ponownie w przypadku przygotowania nowego roztworu *p*-nitroaniliny.

6. Wykonanie oznaczania

a) Destylacja. Do zlewki pojemności 150 ml odmierzyć 50,0 ml roztworu analitycznego garbnika syntetycznego przygotowanego wg normy przedmiotowej, zakwasić kwasem fosforowym (około 2 ml) do pH około 4 wobec papierka uniwersalnego i dodać 0,5 ml roztworu siarczanu miedziowego. Zawartość zlewki przenieść ilościowo do kolby kulistej aparatu Parnasa lub aparatu do destylacji używając 50 ml wody. Koniec wylotu chłodnicy zanurzyć w 10 ml roztworu węglanu sodowego znajdującego się w odbieralniku.

W przypadku stosowania aparatu Parnasa destylację prowadzić do momentu uzyskania około 500 ml destylatu w czasie nie krótszym niż 1,5 h.

W przypadku stosowania zestawu do destylacji należy destylację prowadzić do momentu pozostania w kolbie około 20 ml roztworu. Następnie przerwać destylację i gdy ciecz przestanie wrzeć, dodać do niej 50 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)

wody i destylować dalej aż do pozostania w kolbie około 20 ml roztworu. Następnie wykonać próbę na całkowite oddestylowanie fenolu w następujący sposób: do probówki wprowadzić około 2 ml roztworu *p*-nitroaniliny, dodać kroplę azotynu sodowego do jej odbarwienia, dodać 1 ml węglanu sodowego i bezpośrednio z wylotu chłodnic aparatu Parnasa, czy zestawu do destylacji wprowadzić około 1 ml destylatu. Brak zmiany zabarwienia świadczy o całkowitym oddestylowaniu fenoli.

W przypadku stwierdzenia obecności fenoli destylację należy prowadzić dalej aż do uzyskania negatywnej reakcji na fenole. Przed rozpoczęciem ponownej destylacji do kolby kulistej zestawu do destylacji należy wprowadzić 50 ml wody.

Po skończeniu destylacji końcówkę chłodnicy wyjąć z odbieralnika i spłukać wodą. Destylat przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 500 lub 1000 ml, dopełnić do kreski wodą i dokładnie wymieszać.

b) Oznaczanie. Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć 20,0 ml roztworu *p*-nitroaniliny i zadać kilkoma kroplami azotynu sodowego do jej odbarwienia. Następnie wprowadzić 30 ml roztworu węglanu sodowego, dodać 5,0 ml destylatu rozcieńczonego do objętości 500 ml lub 10,0 ml destylatu rozcieńczonego do objętości 1000 ml, dopełnić do kreski wodą i dobrze wymieszać. W przypadku obecności fenoli występuje w zależności od stężenia zabarwienie żółte, przez morelowe do czerwonego, które po 20 min jest najinten-

sywniejsze. Po tym czasie wykonać pomiar absorbancji zachowując te same warunki, jak podczas przygotowania krzywej wzorcowej. Stężenie fenoli odczytać z krzywej wzorcowej. W przypadku absorbancji poniżej 0,1 oznaczanie powtórzyć biorąc do analizy 2 razy większą ilość destylatu. Nie zmieniająca się wartość absorbancji świadczy o nieobecności fenoli.

7. Obliczanie wyników. Zawartość fenoli lotnych w przeliczeniu na fenol (*X*) w garbniku syntetycznym obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot V \cdot 1000 \cdot 100}{b \cdot V_1 \cdot 50 \cdot 1000} = \frac{2 \cdot a \cdot V}{b \cdot V_1}$$

w którym:

a — ilość fenolu odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

V — objętość, do jakiej rozcieńczono destylat, ml.

b — odważka garbnika syntetycznego użytego do przygotowania 1 l roztworu analitycznego, g,

*V*₁ — objętość próbki destylatu pobrana do oznaczania, ml.

8. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń. W przypadku zawartości fenolu poniżej 0,5% różnica między równoległymi wynikami nie powinna być większa niż 10%, a dla zawartości fenoli większej od 0,5% różnica nie powinna być większa niż 5% wyniku.

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 L. Korowajczyk.

3. Informacja dotycząca metody oznaczania. Metoda oznaczania jest zgodna z metodą oznaczania fenoli w ściekach garbarskich.

Dopuszcza się do oznaczania fenoli w garbnikach syntetycznych stosowanie metod podanych w PN-72/C-04602/02 ÷ 04 „Woda i ścieki. Badania zawartości fenoli” oraz PN-75/C-89044 „Tworzywa sztuczne. Żywice fenoloformaldehydowe. Oznaczanie wolnego fenolu”.