

ŚRODKI POMOCNICZE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Środki pomocnicze dla garbarstwa	6063-21/08
	Garbniki syntetyczne	
	Oznaczanie całkowitej suchej pozostałości, substancji rozpuszczalnych i nierozpuszczalnych, garbników i niegarbników, substancji lotnych i liczby czystości	Grupa katalogowa 1099

1. WSTĘP

Przedmiotem arkusza normy jest oznaczanie całkowitej suchej pozostałości, substancji rozpuszczalnych i nierozpuszczalnych, garbników i niegarbników, substancji lotnych i liczby czystości garbników syntetycznych.

2. WYTYCZNE OGÓLNE

2.1. Czystość odczynników. Należy stosować odczynniki cz.d.a. oraz wodę destylowaną lub demineralizowaną o pH 5,0 ÷ 6,5 i suchej pozostałości nie większej niż 0,001%(m/m).

2.2. Roztwór analityczny garbnika syntetycznego. Roztwór analityczny garbnika syntetycznego przygotować zgodnie z normą przedmiotową.

2.3. Dokładność ważenia. Odważki większe niż 10 g ważyć z dokładnością do 0,02 g, odważki do 10 g — z dokładnością do 0,001 g.

W czasie oznaczania należy ważyć z dokładnością do 0,0002 g.

2.4. Ilość oznaczeń równoległych. Należy wykonać dwa równoległe oznaczania.

2.5. Podawanie wyniku. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, jeśli nie różnią się między sobą więcej niż 0,5 wartości bezwzględnej. W przeciwnym przypadku oznaczanie należy powtórzyć.

3. METODY BADAŃ

3.1. Oznaczanie całkowitej suchej pozostałości

3.1.1. Zasada metody. Zasada metody polega na odparowaniu określonej objętości roztworu analitycznego garbnika i wysuszeniu pozostałości do stałej masy.

3.1.2. Wykonanie oznaczania. Do wysuszonej w temperaturze 100 ± 2°C i zważonej płaskodennej parownicy odmierzyć 50,0 ml roztworu analitycznego przygotowanego wg 2.2 i odparować na łaźni wodnej. Po odparowaniu wytrzeć dokładnie dno parownicy, umieścić ją w suszarce i suszyć 1 h w temperaturze 100 ± 2°C, a następnie przenieść do eksykatora i po

ochłodzeniu w ciągu 0,5 h zważyć. Po pierwszym ważeniu należy wykonać drugie i ewentualnie dalsze ważenia w odstępach jednogodzinnych susząc próbkę za każdym razem w suszarce. Suszenie i ważenie należy prowadzić aż do uzyskania stałej masy. Masę należy uznać za stałą, gdy różnica między wynikami dwóch kolejnych ważen nie jest większa niż 0,002 g.

3.1.3. Obliczanie wyników. Zawartość całkowitej suchej pozostałości (X) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{m \cdot 1000 \cdot 100}{50 \cdot m_1} = \frac{2000 \cdot m}{m_1} \quad (1)$$

w którym:

m — masa suchej pozostałości, g,

m_1 — masa badanego garbnika syntetycznego użytego do przygotowania 1 l roztworu analitycznego wg 2.2, g.

3.1.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć wartość zgodnie z wymaganiami wg 2.5.

3.2. Oznaczanie substancji rozpuszczalnych

3.2.1. Zasada metody. Zasada metody polega na usunięciu z roztworu analitycznego garbnika syntetycznego substancji nierozpuszczalnych za pomocą sączenia przez twardy sączonek ilościowy, a następnie odparowaniu i wysuszeniu do stałej masy określonej objętości klarownego przesączu.

3.2.2. Wykonanie oznaczania. Około 200 ml roztworu analitycznego przygotowanego wg 2.2 sączyć pod zmniejszonym ciśnieniem przez podwójny twardy sączonek ilościowy umieszczony na lejku Büchnera. Następnie odmierzyć 50,0 ml klarownego przesączu do uprzednio wysuszonej w temperaturze 100 ± 2°C i zważonej parownicy, odparować na łaźni wodnej i suszyć w suszarce w temperaturze 100 ± 2°C do stałej masy postępując zgodnie z 3.1.2.

3.2.3. Obliczanie wyników. Zawartość substancji rozpuszczalnych (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{m \cdot 1000 \cdot 100}{50 \cdot m_1} = \frac{2000 \cdot m}{m_1} \quad (2)$$

w którym m , m_1 — wg 3.1.3.

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 1/1989, poz. 2)

3.2.4. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania przyjąć wartość zgodnie z wymaganiami wg 2.5.

3.3. Oznaczanie niegarbników

3.3.1. Odczynniki

a) Proszek skórzaný słabo chromowany, odpowiadający warunkom wzorcowego proszku zatwierdzonego przez Międzynarodową Unię Chemików Garbarzy i Technologów Skóry. Proszek powinien mieć jasną barwę i nie zawierać więcej niż 0,5% Cr_2O_3 przy zawartości 12% wody. Sucha pozostałość wyciągu nie może być większa niż 0,3% masy użytego proszku. Oznaczanie należy wykonać zgodnie z 3.3.3 lub 3.3.4 używając zamiast roztworu analitycznego garbnika wody zgodnej z wymaganiami wg 2.1.

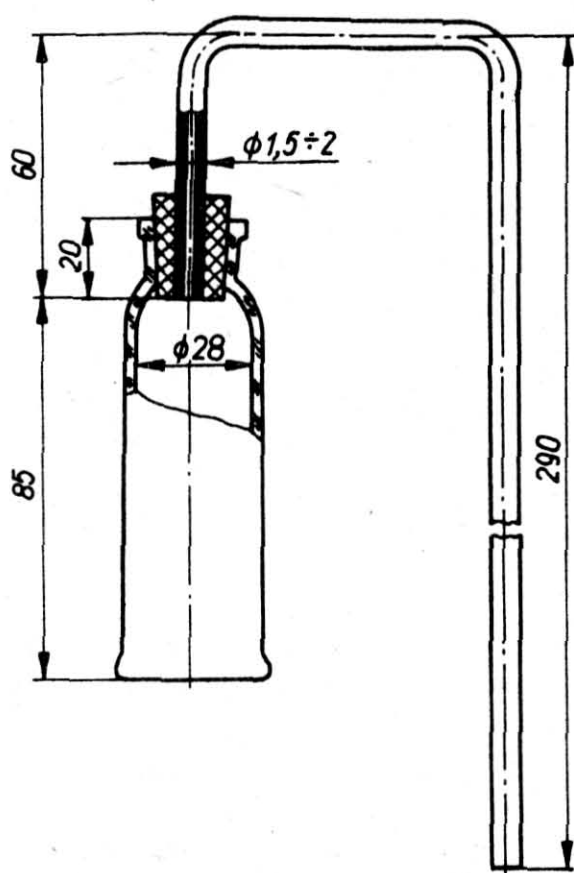
b) Żelatyna, roztwór: rozpuścić 1 g żelatyny cz. i 10 g chlorku sodowego w 100 ml wody w temperaturze $50 \div 60^\circ\text{C}$. Przez dodanie kilku kropli roztworu kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$ lub wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ doprowadzić pH roztworu do 4,7. Próbkę tego roztworu w ilości kilku mililitrów powinny zabarwiać roztwór czerwieni metylowej na czerwono, a roztwór oranżu metylowego — na żółto.

Należy używać świeżo przygotowany roztwór żelatyny.

c) Wyjałowiona gaza higroskopijna.

3.3.2. Przyrządy

a) Dzwon filtracyjny. Do oznaczania niegarbników należy używać szklany dzwon filtracyjny połączony korkiem gumowym z rurką kapilarną (rysunek).



BN-88/6063-21/08

b) Wirówka elektryczna o szybkości wirowania $1 \div 8$ tys. obr/min.

c) Wytrząsarka laboratoryjna typ 327 lub inna o częstotliwości drgań $100 \div 500$ obr/min i wielkości amplitudy $1 \div 20$ mm.

3.3.3. Oznaczanie niegarbników metodą dzwonu filtracyjnego

3.3.3.1. Zasada metody. Zasada metody polega na odgarbowaniu roztworu analitycznego garbnika syntetycznego przez wzorcowy, słabo chromowany proszek skórzaný umieszczony w dzwone filtracyjnym oraz odparowaniu i wysuszeniu do stałej masy określonej objętości odgarbowanego roztworu.

3.3.3.2. Wykonanie oznaczania. Koniec rurki kapilarnej w dzwone filtracyjnym przykryć kłaczkiem suchej waty, aby zapobiec przenikaniu proszku do rurki. Następnie napełnić dzwon 6,5 g proszku skórzanego przyciskając go nieco do ścianek dzwonu tak, aby nie było przestrzeni, przez którą mógłby przechodzić roztwór nie reagując z proszkiem. Dolny wylot dzwonu zabezpieczyć watą i gazą higroskopijną, którą należy przymocować za pomocą nici lnianych. Dzwon wstawić do zlewki pojemności 150 lub 250 ml i napełnić ją roztworem analitycznym garbnika, przygotowanym zgodnie z 2.2. Dzwon należy umieścić w zlewce w taki sposób, aby jego dolna krawędź znajdowała się na wysokości 1 cm od dna zlewki. Po całkowitym zwilżeniu zawartości dzwonu, zassać roztwór do rurki kapilarnej. Spływający kroplami roztwór zbierać do cylindra pomiarowego. Szybkość przepływu powinna wynosić $8 \div 10$ kropli na min tak, aby 90 ml roztworu spłynęło w 120 ± 20 min.

Temperatura roztworu w czasie oznaczania powinna wynosić $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

Pierwsze 30 ml przesączu należy odrzucić, następnie 60 ml przeznaczyć do właściwego oznaczania. Po uzyskaniu 90 ml przesączu pobrać dalsze $2 \div 3$ ml do próbki i dodać kilka kropli żelatyny; roztwór nie powinien zmętnieć. W przypadku zmętnienia oznaczanie należy powtórzyć wypełniając dzwon filtracyjny świeżym proszkiem skórzanym.

Z 60 ml przesączu przeznaczonego do oznaczania odmierzyć 50,0 ml do uprzednio wysuszonej w temperaturze $100 \pm 2^\circ\text{C}$ i zważonej płaskodennej parownicy. Odparować na łaźni wodnej i suszyć w suszarce w temperaturze $100 \pm 2^\circ\text{C}$ do stałej masy postępując zgodnie z 3.1.2.

3.3.4. Oznaczanie niegarbników metodą wytrząsania — wirowania

3.3.4.1. Zasada metody. Zasada metody polega na odgarbowaniu roztworu analitycznego garbnika syntetycznego przez wytrząsanie z wzorcowym, słabo chromowanym proszkiem skórzanym, odwirowaniu proszku skórzanego oraz odparowaniu i wysuszeniu do stałej masy określonej objętości odgarbowanego roztworu.

3.3.4.2. Wykonanie oznaczania. W próbce wirówkowej pojemności 100 ml umieścić 3,5 g proszku skórzanego i dodać 50 ml roztworu analitycznego garbnika przygotowanego wg 2.2. Probówkę zamknąć gumowym korkiem i wytrząsać ręcznie około 5 min, a następnie 15 min za pomocą wytrząsarki laboratoryjnej przy częstotliwości drgań $300 \div 400$ obr/min i wielkości amplitudy 1 mm. Następnie usunąć korek, umieścić probówkę w wirówce i wirować w ciągu 30 min, przy prędkości $3 \div 5$ tys. obr/min. Roztwór przesączyć przez sączek ilościowy średniej gęstości, pobrać $2 \div 3$ ml prze-

sączu i dodać kilka kropli żelatyny — roztwór nie powinien zmętnieć.

W przypadku zmętnienia oznaczanie należy powtórzyć ze świeżym proszkiem skórzanym. Następnie z przesącza odmierzyć 20,0 ml do uprzednio wysuszonej w temperaturze $100 \pm 2^\circ\text{C}$ i zważonej płaskodennej parownicy, odparować na łaźni wodnej i suszyć w suszarce w temperaturze $100 \pm 2^\circ\text{C}$ do stałej masy postępując zgodnie z 3.1.2.

3.3.5. Obliczanie wyników. Zawartość niegarbników (X_2) w procentach obliczyć wg wzorów

— w przypadku oznaczania metodą dzwonu filtracyjnego

$$X_2 = \frac{(m - m_2) \cdot 1000 \cdot 100}{50 \cdot m_1} = \frac{2000 (m - m_2)}{m_1} \quad (3)$$

— w przypadku oznaczania metodą wytrząsania i wirowania

$$X_2 = \frac{(m - m_2) \cdot 1000 \cdot 100}{20 \cdot m_1} = \frac{5000 \cdot (m - m_2)}{m_1} \quad (4)$$

w których:

m, m_1 — wg 3.1.3,

m_2 — masa suchej pozostałości wyciągu wodnego z proszku skórzanego oznaczona wg 3.3.1a).

3.3.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania przyjąć wartości zgodnie z wymaganiami wg 2.5.

3.4. Obliczanie substancji lotnych w temperaturze $100 \pm 2^\circ\text{C}$. Zawartość substancji lotnych (X_3) w badanym garbniku obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = 100 - X \quad (5)$$

w którym X — zawartość całkowitej suchej pozostałości wg 3.1, $\%(m/m)$.

3.5. Obliczanie substancji nierozpuszczalnej. Zawartość substancji nierozpuszczalnych (X_4) w badanym garbniku obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = X - X_1 \quad (6)$$

w którym:

X — zawartość całkowitej suchej pozostałości wg 3.1, $\%(m/m)$,

X_1 — zawartość substancji rozpuszczalnych wg 3.2, $\%(m/m)$.

3.6. Obliczanie zawartości garbników. Zawartość garbników (X_5) w badanym garbniku obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_5 = X_1 - X_2 \quad (7)$$

w którym:

X_1 — zawartość substancji rozpuszczalnych wg 3.2, $\%(m/m)$,

X_2 — zawartość niegarbników wg 3.3, $\%(m/m)$.

3.7. Obliczanie liczby czystości (liczby proporcji) garbników. Liczbę czystości (X_6) garbnika obliczyć wg wzoru

$$X_6 = \frac{X_5}{X_1} \cdot 100 \quad (8)$$

w którym:

X_5 — zawartość garbników wg 3.6, $\%(m/m)$,

X_1 — zawartość substancji rozpuszczalnych wg 3.2, $\%(m/m)$.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-58/C-26000 p. 1.2b)÷f)

— uściślono metodę oznaczania całkowitej suchej pozostałości — suchej masy;

— uściślono wymagania odnośnie wody destylowanej;

— wprowadzono nową metodę oznaczania niegarbników opartą na wytrząsaniu i wirowaniu. Metoda jest szybsza i wymaga o połowę mniej ilości proszku skórzanego niż metoda dotychczas stosowana. Metoda jest zgodna z metodą proponowaną przez Komisję

Badań Chemicznych Międzynarodowej Unii Stowarzyszenia Chemików Garbarzy i Technologów Skóry;

— zamiast zawartości wody wprowadzono zawartość substancji lotnych w temperaturze $100 \pm 2^\circ\text{C}$;

— wprowadzono poprawkę na części rozpuszczalne zawarte w proszku skórzanym przy oznaczaniu zawartości niegarbników;

— uproszczono wzór na obliczanie liczby czystości (liczby proporcji garbników).

Dotychczas obowiązująca PN-58/C-26000 w zakresie p. 1.2b)÷f) zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1989 r.

3. Autorzy projektu normy — doc. dr H. Gelo, mgr B. Wionczyk.