

ŚRODKI POMOCNICZE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-88
	Środki pomocnicze dla garbarstwa	6063-21/10
	Garbniki syntetyczne	Zamiast PN-58/C-26000 ¹⁾
	Oznaczanie zawartości żelaza	Grupa katalogowa 1099

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

2. Zasada metody. Zasada metody polega na oznaczaniu żelaza lub żelaza obok glinu w zmineralizowanej lub spopielonej próbce garbnika syntetycznego poprzez bezpośrednie miareczkowanie roztworem wersenianu dwusodowego (EDTA) wobec kwasu sulfosalicylowego jako wskaźnika przy pH 2 ÷ 3.

W przypadku obecności żelaza wobec chromu należy oddzielić żelazo w postaci wodorotlenku przez działanie amoniakiem, rozpuścić wodorotlenek kwasem solnym i oznaczyć żelazo kompleksometrycznie w sposób podany wyżej.

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

- Kwas nadchlorowy ($d = 1,54$).
- Kwas siarkowy ($d = 1,84$).
- Kwas azotowy ($d = 1,4$).
- Woda amoniakalna 25%, oraz roztwór 1+1 (V/V).
- Kwas solny ($d = 1,19$), roztwór 1+1 (V/V).
- Rodanek amonowy, roztwór 1% (m/m).
- Wersenian dwusodowy (EDTA), roztwór mianowany o $c(\text{EDTA}) = 0,01 \text{ mol/l}$.
- Kwas sulfosalicylowy, roztwór 5% (m/m).
- Papierki wskaźnikowe, uniwersalne.
- Papierki jodaskrobiowe.

4. Wykonanie oznaczania

a) Oznaczanie żelaza w zmineralizowanej próbce. Z próbki ogólnej odważyć z dokładnością do 0,0002 g 2,5 ÷ 3,0 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 bardzo łagodnie ogrzewać 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 jasnożółtego lub

bezbarwnego roztworu, a w przypadku próbek zawierających chrom do momentu zmiany barwy klarownego roztworu z zielonej na pomarańczową lub żółtą. Po ostygnięciu zawartość kolby rozcieńczyć do objętości około 150 ml wodą i gotować do usunięcia wolnego chloru, co sprawdza się papierkiem jodaskrobiowym.

W przypadku garbników syntetycznych zawierających samo żelazo lub żelazo obok glinu ochłodzonego roztworu dodać 1 ml kwasu sulfosalicylowego i doprowadzić do pH 2 ÷ 3 za pomocą wody amoniakalnej (1+1) sprawdzając papierkiem uniwersalnym. Roztwór powinien mieć czerwono-fioletowe zabarwienie. Następnie miareczkować mianowanym roztworem EDTA do zaniku barwy czerwono-fioletowej. Pod koniec należy miareczkować powoli, czekając około 15 s po dodaniu każdej kropli roztworu mianowanego, aż nastąpi zanik ostatnich śladów czerwonego zabarwienia pochodzącego od kompleksu żelaza z kwasem sulfosalicylowym.

W przypadku garbników syntetycznych zawierających również sole chromu do gorącego roztworu dodawać, ciągle mieszając, wodę amoniakalną, aż do uzyskania wyraźnego zapachu amoniaku. Próbę pozostawić na 15 min, a następnie wytrącony osad wodorotlenku żelazowego i ewentualnie wodorotlenku glinowego odsączyć na gorąco przez sączek o średniej gęstości. Osad na sączku przemywać kilkakrotnie wodą aż do uzyskania bezbarwnego przesączu, co świadczy o odmyciu soli chromu. Osad rozpuścić dokładnie na sączku dodając małymi porcjami 20 ml kwasu solnego. Sączek przemyć kilkakrotnie gorącą wodą, aż do braku barwnej reakcji przesączu z rodankiem amonowym. Do ochłodzonego roztworu dodać 1 ml kwasu sulfosalicylowego, doprowadzić do pH 2 ÷ 3 wodą amoniakalną (1+1) sprawdzając papierkiem uniwersalnym i dalej postępować tak, jak podczas oznaczania żelaza lub żelaza obok glinu.

b) Oznaczanie żelaza w spopielonej próbce. Z próbki ogólnej odważyć z dokładnością do 0,0002 g 2,5 ÷ 3,0 g garbnika syntetycznego i spopielić wg BN-88/6063-21/09

¹⁾ W zakresie p. 1.2 l).

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)

W przypadku garbników syntetycznych zawierających samo żelazo lub żelazo obok glinu do tygla ze spopieloną próbką dodać 10 ml kwasu solnego, 2 ml kwasu azotowego i gotować pod przykrywką 10 min. Po ochłodzeniu zawartość tygla przenieść ilościowo do kolby stożkowej pojemności 200 ml popłukując tygiel małą ilością wody, dodać 1 ml kwasu sulfosalicylowego i dalej postępować wg 4.1.

W przypadku garbników syntetycznych zawierających również sole chromu spopieloną próbkę umieścić w kolbie stożkowej pojemności 300 ml przepłukując tygiel 5 ml kwasu siarkowego. Dodać 10 ml kwasu nadchlorowego, 5 ml kwasu azotowego i ogrzewać pod sprawnie działającym wyciągiem do odpędzenia tlenków azotu i otrzymania klarownego roztworu o barwie pomarańczowej lub żółtej. Po ochłodzeniu zawartość kolby rozcieńczyć do objętości około 150 ml i gotować do usunięcia wolnego chloru, co należy sprawdzić papierkiem jodoskrobiowym. Dalej postępować tak, jak podczas oznaczania żelaza obok soli chromu według 4.1.

5. Obliczanie wyniku. Zawartość żelaza w przeliczeniu na Fe_2O_3 (X) w garbniku syntetycznym obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{V \cdot 0,000798 \cdot 100}{m} = \frac{0,0798 \cdot V}{m}$$

w którym:

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

m — masa odważki garbnika syntetycznego, g,

0,000798 — ilość Fe_2O_3 odpowiadająca 1 ml roztworu EDTA o $c(\text{EDTA}) = 0,01$ mol/l, g.

Wynik obliczyć z dokładnością do 0,001%.

6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń.

W przypadku zawartości tlenku żelazowego poniżej 0,1% różnica pomiędzy równoległymi wynikami nie powinna być większa niż 0,01%, a dla zawartości tlenku żelazowego większej od 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 mineralizację próbki garbnika syntetycznego kwasami, obok spopielenia,

— wprowadzono nową kompleksometryczną metodę oznaczania żelaza oraz żelaza w obecności soli glinu i chromu.

3. Normy związane

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

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