

SKÓRY WYPRAWIONE FUTERKOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-71
	Skóry futerkowe wyprawione Oznaczenie zawartości aldehydu mrówkowego w skórze	7702-02
		Grupa katalogowa XI 19

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest oznaczenie aldehydu mrówkowego w skórze futerkowych.

1.2. Normy związane

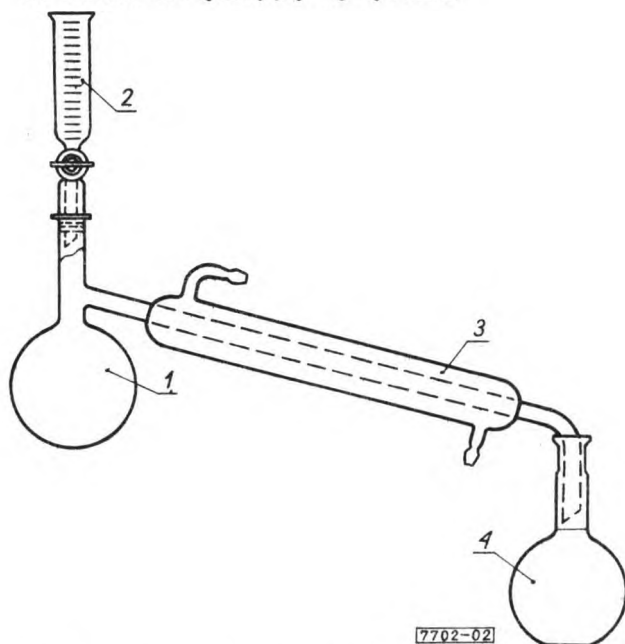
PN-55/P-22300 Skóry futerkowe wyprawione. Pobieranie i przygotowanie próbek pierwotnych oraz próbek laboratoryjnych do oznaczania wilgotności

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada metody polega na uwolnieniu aldehydu mrówkowego zawartego w skórze, utlenieniu jodem do kwasu mrówkowego i odmiareczkowaniu nadmiaru jodu tiosiarczanem sodowym.

2.2. Przyrządy

a) Zestaw destylacyjny wg rysunku.



1 - kolba destylacyjna pojemności $750 \pm 1000 \text{ cm}^3$, 2 - wkraplacz miarowy z kranem pojemności 250 cm^3 , 3 - chłodnica Liebiga długości $400 \pm 500 \text{ mm}$, 4 - kolba pomiarowa pojemności 500 cm^3

b) Kolba stożkowa pojemności 300 cm^3 z korkiem szlifowanym.

c) Naczynko wagowe o średnicy 4 cm i wysokości $3 - 4 \text{ cm}$.

2.3. Odczynniki

- Kwas siarkowy cz., roztwór 2-procentowy.
- Kwas siarkowy cz., roztwór 1n.
- Wodorotlenek sodowy cz., roztwór 1n.
- Jod cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Tiosiarczan sodowy cz.d.a., roztwór 0,1n.
- Skrobia rozpuszczalna, roztwór 1-procentowy.

2.4. Wykonanie oznaczenia

2.4.1. Destylacja aldehydu mrówkowego. Z próbki skóry pobranej wg PN-55/P-22300 zgolić dokładnie włosy i rozdrobnić ją na kawałki $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$. Odważyć na wadze analitycznej z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$ w naczynku wagowym $2,5 \pm 3,5 \text{ g}$ rozdrobnionej skóry i przenieść ilościowo do kolby destylacyjnej 1, dodać stłuczek porcelanowych. Przygotować zestaw do destylacji wg rysunku. Do wkraplacza 2 wlać 200 cm^3 2-procentowego roztworu kwasu siarkowego. Wylot chłodnicy 3 wprowadzić do szyjki kolby pomiarowej 4. Wlać roztwór kwasu siarkowego z wkraplacza do kolby destylacyjnej, zamknąć kran wkraplacza i ogrzewać zawartość kolby do wrzenia, a następnie destylować. W czasie $30 \pm 40 \text{ min}$ ogrzewania skóra powinna się całkowicie rozłożyć. W przypadku niecałkowitego rozłożenia należy nie przerywając wrzenia dodać jeszcze z wkraplacza 50 cm^3 2-procentowego roztworu kwasu siarkowego. Po całkowitym rozłożeniu skóry destylować dalej, dodając z wkraplacza wodę destylowaną w miarę ubywania roztworu w kolbie destylacyjnej, aż uzyska się 500 cm^3 destylatu, co powinno nastąpić po 90 min destylacji.

2.4.2. Oznaczanie zawartości aldehydu mrówkowego. Po dokładnym wymieszaniu zawartości kolby pomiarowej pobrać pipetą pomiarową 100 cm^3 destylatu do kolby stożkowej pojemności 300 cm^3 z korkiem szlifowanym.

Dodać 100 cm^3 1n roztworu wodorotlenku sodowego, wymieszać i natychmiast dodać 20 cm^3 0,1n roztworu jodu. Roztwór jodu dodawać aż do uzyskania wyraźnego żółtego niezanikającego zabarwienia zawartości kolby. Jeśli przy podanej ilości 0,1n roztworu jodu zabarwienie zanika, to należy zwiększyć ilość dodawanego roztworu jodu. Zawartość kolby wymieszać i dodać 15 cm^3 1n roztworu kwasu siar-

Instytut Przemysłu Skórzanego

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Skórzanego dnia 26 lipca 1971 r.

jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 stycznia 1972 r.

(Mon. Pol. nr 48/1971 poz. 314)

kowego. Kolbę zamknąć korkiem szlifowanym, wymieszać i na 15 min pozostawić w ciemności.

Następnie opłukać wodą destylowaną korek szlifowany - do kolby i zmiareczkować nadmiar jodu 0,1n roztworem tiosiarczanu sodowego. Pod koniec miareczkowania dodać roztworu skrobi jako wskaźnika.

2.5. Obliczanie wyniku. Zawartość aldehydu mrówkowego X obliczyć z dokładnością do 0,01, w procentach, wg wzoru

$$X = \frac{(v_1 - v_2) \cdot 0,0015 \cdot 5 \cdot 100}{m}$$

w którym:

v_1 - objętość jodu 0,1n dodana do próby, cm^3 ,

v_2 - objętość tiosiarczanu sodowego 0,1n zużytego do miareczkowania, cm^3 ,

0,0015 - ilość aldehydu mrówkowego odpowiadająca 1 cm^3 0,1n tiosiarczanu sodowego, g,

m - masa odważki skóry, g.

2.6. Wynik. Jako wynik oznaczania podać średnią arytmetyczną obliczoną z dokładnością do 0,1% z dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się od siebie więcej niż 5% wartości wyniku. W przypadku większej różnicy oznaczenie powtórzyć.

Wynik przeliczyć na skórę o zawartości 16% wody.

K O N I E C