

MATERIAŁY POMOCNICZE DLA GARBARSTWA	NORMA BRANŻOWA	BN-70
	Garbniki roślinne Ekstrakt dębowy zwykły	7761-02
		Grupa katalogowa X 45 ¹⁾

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są wymagania i badania dotyczące ekstraktu dębowego zwykłego, produkowanego w postaci sproszkowanej i blokowej.

1.2. Zakres stosowania normy. Norma obowiązuje w zakresie kontroli jakości przy dostawach i odbiorze ekstraktów oraz w zakresie metod badań chemicznych i fizycznych dla sprawdzenia, czy właściwości ekstraktu odpowiadają wymaganiom normy

1.3. Normy i dokumenty związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek

PN/C-60010 Chemiczne badania i próby. Przyrządy do pobierania próbek. Zgłębniki do produktów sypkich i w kawałkach

PN/N-03010 Statystyczna kontrola jakości. Losowy wybór sztuk do próbek

BN-69/7761-01 Ekstrakty garbujące roślinne. Pakowanie, przechowywanie i transport

Systematyczny Wykaz Wyrobów, tom III. GUS. Wydawnictwa Katalogów i Cenników, Warszawa 1968 r.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Podział. Rozróżnia się dwa rodzaje ekstraktu dębowego:

ekstrakt dębowy sproszkowany oznaczony symbolem 2,

ekstrakt dębowy blokowy oznaczony symbolem 3.

2.2. Oznaczenie

2.2.1. Sposób budowy oznaczenia. Ekstrakty dębowe należy oznaczać wyróżnikiem złożonym z symboli cyfrowych przyjętych dla cech klasyfikacyjnych wg SWW i symbolu rodzaju.

2.2.2. Przykład oznaczenia ekstraktu dębowego (podbranza 1353, grupa 51) sproszkowanego (2):

1353-51 2 BN-70/7761-02

¹⁾Symbol wg SWW: 1353.

3. WYMAGANIA

Wymagania fizyczne i chemiczne	Wartość wskaźnika dla ekstraktu	
	sproszkowanego	blokowego
a) Suchej masy, %, nie mniej niż	91	75
b) Substancji rozpuszczalnej, %, nie mniej niż	84	72
c) Niegarników, %, nie więcej niż	30	28
d) Garbników, %, nie mniej niż <i>90,65 ± 4</i>	60	48
e) pH roztworu analitycznego	3,7±4,3	3,7±4,3
f) Współczynnik czystości, nie mniej niż	67	63
g) Popiołu, %, nie więcej niż	5	4

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Pakowanie, przechowywanie i transport - wg BN-69/7761-01.

5. BADANIA5.1. Rodzaje badań

- oznaczanie suchej masy (3 a),
- oznaczanie substancji rozpuszczalnej (3 b),
- oznaczanie niegarników (3 c),
- oznaczanie garbników (3 d),
- oznaczanie pH roztworu analitycznego (3 e),
- oznaczanie współczynnika czystości (3 f),
- oznaczanie popiołu (3 g).

5.2. Pobieranie próbek. Próbki do badań należy pobierać wg PN-67/C-04500 zgłębnikiem wg PN/C-60010, oddzielnie z każdej partii produkcyjnej. W zależności od liczności worków w partii należy pobrać losowo próbkę wg PN/N-03010.

Liczność próbek jednostkowych do wykonania średniej próbki laboratoryjnej w zależności od liczności partii produkcyjnej podano w tablicy na str. 2.

Zjednoczenie Przemysłu Skórzanego
Ustanowiona przez Dyrektora ZPS z dnia 26 lutego 1970 r.
jako norma obowiązująca w zakresie produkcji od dnia 1 października 1970 r.
(Mon. Pol. nr12/1970 poz.109)

W punkcie 3 w tabeli, kol. 1, poz. b), wiersz 4, po słowach: Substancji roz-
alnej dopisać odsyłacz ¹⁾ a pod tabelą dopisuje się jego treść:
wartość substancji rozpuszczalnych oznaczoną metodą sączenia przez świe-
refelda.

W punkcie 3. Wymagania, w tablicy, treść zmienia się następująco:

Wymagania fizyczne i chemiczne	Wartość wskaźnika dla ekstraktu		
	sposzkwowanego gatunek		blokowego
	I	II	
a) Suchej masy, %, nie mniej niż	91	90	75
b) Substancji rozpuszczalnej, %, nie mniej niż	84	32	72
c) Niegarbników, %, nie więcej niż	30	—	28
d) Garbników, %, nie mniej niż	60	52	43
e) pH roztworu analitycznego	3,7÷4,3	3,5÷4,6	3,7÷4,3
f) Współczynnik czystości, nie mniej niż	67	62	63
g) Popiołu, %, nie więcej niż	5	7	4

zmiana 1 — Biuletyn PKNMij nr 8—9/79 poz. 77
 zmiana 2 — Biuletyn PKNMij nr 11—12/85 poz. 104

(Biuletyn PKNMij nr 12/87 poz. 120)

Liczba worków w badanej partii produkcyjnej	Liczba próbek jednostkowych
do 15	4
16÷ 25	5
26÷ 63	5
64÷160	6
161÷250	6
251÷400	6

Próbki jednostkowe z poszczególnych worków pobrać w ilości około 0,3 kg, dokładnie wymieszać i z tego pobrać średnią próbkę laboratoryjną w ilości około 0,5 kg do słoja ze szlifowanym korkiem.

5.3. Przygotowanie próbki laboratoryjnej. Z każdej oddzielnie pobranej średniej próbki laboratoryjnej należy przygotować roztwór analityczny do sprawdzenia wskaźników podanych w rozdz. 3, z wyjątkiem suchej masy oznaczonej metodą suszarkową i popiołu.

5.4. Wytyczne ogólne badań

5.4.1. Przygotowanie roztworu. Do wykonania roztworu należy użyć wody destylowanej, która powinna mieć pH w granicach 5,0 ÷ 6,0. Pozostałość po odparowaniu i wysuszeniu 100 ml nie może przekraczać 1 mg. Woda powinna być sprawdzona na nieobecność chlorków.

Stężenie roztworu powinno wynosić 3,75 ÷ 4,25 g garbnika w litrze. W tym celu należy odważyć w zamkniętym naczyniu wagowym z dokładnością do 0,002 g około 13 g ekstraktu sproszkowanego lub około 16 g ekstraktu blokowego. Następnie przenieść ilościowo do zlewki pojemności 500 ml, zawierającej 200 ml wody destylowanej. Całość ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze 60 ÷ 70°C w ciągu 0,5 ÷ 1 godz, mieszając co pewien czas do całkowitego rozpuszczenia. Zlewkę w czasie ogrzewania należy przykryć. Następnie roztwór przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 2000 ml, do której uprzednio wiano 1400 ml wody destylowanej o temperaturze 60 ÷ 70°C. Ochłodzić do temperatury, w której skalowana była kolba i uzupełnić wodą destylowaną do kreski. Chłodzenie powinno odbywać się samoczynnie lub przez wstawienie kolby do naczynia z wodą o temperaturze 20°C. Nie-dopuszczalne jest chłodzenie w lodówkach lub zimną wodą (ze względu na wydzielanie się osadu).

Każdorazowo przed pobraniem roztworu analitycznego do badań zawartość dokładnie wymieszać.

5.4.2. Liczba oznaczeń. Poszczególne oznaczenia należy wykonać podwójnie, oprócz pH z roztworu analitycznego przygotowanego zgodnie z 5.4.1. Oznaczenie suchej masy i popiołu również należy wykonać podwójnie z średniej próbki laboratoryjnej wg 5.3. Oznaczenie suchej masy należy dokonać wg jednej z dwóch następujących metod:

- oznaczenie suchej masy metodą suszarkową wg 5.5.1,

- oznaczenie suchej masy z roztworu analitycznego wg 5.5.2.

Do bieżącej kontroli jakości produktów dopuszcza się oznaczenie substancji rozpuszczalnych wg jednej z dwóch metod podanych w 5.5.3 i 5.5.4. W przypadkach sporów dotyczących jakości produktu i dla celów badawczo-naukowych należy stosować metodę podaną w 5.5.3.

5.4.3. Podawanie wyników. Za ostateczny wynik każdego oznaczenia należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch równoległych oznaczeń, jeżeli nie różnią się między sobą więcej niż 1,5% wartości względnej. W przeciwnym przypadku oznaczenia należy powtórzyć. Wynik obliczać wg wzorów podanych w 5.5 z dokładnością do jednego miejsca po przecinku.

5.5. Opis badań

5.5.1. Oznaczenie suchej masy metodą suszarkową

5.5.1.1. Przyrządy. Suszarka z ogrzewaniem elektrycznym, parowym lub wodnym z regulacją temperatury w granicach 98,5 ÷ 100°C.

Nie wolno posługiwać się suszarkami powietrznymi z wymuszoną cyrkulacją ani ogrzewanymi gazem. Podczas suszenia próbek ekstraktów nie wolno w tej samej suszarce suszyć innych produktów lotnych - szczególnie łuszczków.

5.5.1.2. Wykonanie oznaczenia. Odważyć w przygotowanym naczyniu wagowym 1 ÷ 1,5 g pobranej próbki ekstraktu z dokładnością do 0,0002 g, wstawić otwarte naczynie do suszarki, suszyć 6 godz, a następnie zważyć. Po pierwszym zważeniu należy wykonać drugie i ewentualnie dalsze w odstępach 1-godzinnych oraz suszyć do stałej masy.

W okresie między ważeniami próbkę należy poddać suszeniu. Przy każdorazowym ważeniu przykryć naczynie, umieścić w eksykatorze zawierającym bezwodny chlorek wapnia i ochłodzić do temperatury pokojowej.

5.5.1.3. Wynik. Procentową zawartość suchej masy X obliczyć wg wzoru

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_3 - m_2} \cdot 100$$

w którym:

m_1 - masa naczynka wagowego z próbką zupełnie suchą, g,

m_2 - masa wysuszonego naczynka wagowego, g,

m_3 - masa naczynka wagowego z próbką przed suszeniem, g.

5.5.2. Oznaczenie suchej masy z roztworu analitycznego

5.5.2.1. Przyrządy. 2 parownice porcelanowe dwustronnie glazurowane o średnicy 9 ÷ 10 cm.

5.5.2.2. Wykonanie oznaczenia. Odpipetować do uprzednio wysuszonej i zważonej parownicy 50 ml roztworu analitycznego. Odparować na łaźni wodnej w ciągu 3 godz nie dopuszczając do wrzenia roztworu. Po odparowaniu wytrzeć dokładnie dno pa-

rowniczki, umieścić w suszarce wg 5.5.1.1 i suszyć do stałej masy zgodnie z 5.5.1.2.

5.5.2.3. Wynik. Procentową zawartość suchej masy X_1 obliczyć wg wzoru

$$X_1 = 40 \frac{(m_2 - m_3)}{m_1} \cdot 100$$

w którym:

- m_1 - masa ekstraktu (naważka) użyta do przygotowania roztworu analitycznego, g,
- m_2 - masa parownicy z suchą pozostałością, g,
- m_3 - masa wysuszonej parownicy.

5.5.3. Oznaczanie substancji rozpuszczalnych metodą sączenia przez świecę Berkefelda

5.5.3.1. Przyrządy. Świeca Berkefelda o długości 130 mm, średnicy zewnętrznej 27 mm i wewnętrznej 17 mm. Przed użyciem świecę należy wysuszyć, zamknąć korkiem, w którym znajduje się szklana rurka o średnicy wewnętrznej 4 mm i długości syfonu 750 mm. Oczyszczanie używanych świec Berkefelda przeprowadzać przez wypłukanie w bieżącej wodzie, a następnie przepuszczenie wody destylowanej o temperaturze $70 \div 75^\circ\text{C}$. Wodę przepuszczać do chwili całkowitego odbarwienia przesączu. Następnie przedmuchać świecę celem usunięcia resztek pyłu, po czym umieścić ją w naczyniu porcelanowym z mieszaniną chromową. Ogrzewać w łaźni wodnej o temperaturze $60 \div 70^\circ\text{C}$ przez 24 godz. Po upływie tego czasu przemyć dokładnie destylowaną wodą do reakcji obojętnej, a następnie wysuszyć. Nowe świece należy uprzednio czyścić przez zalanie 10-procentowym roztworem kwasu solnego i pozostawić w nim przez kilka dni. Następnie wygotować świecę w 1-procentowym roztworze kwasu solnego na łaźni wodnej w celu usunięcia resztek żelaza, wypłukać wodą destylowaną i wysuszyć.

5.5.3.2. Wykonanie oznaczania. Pobrać 250 ml roztworu analitycznego do cylindra szklanego i zanurzyć w nim świecę Berkefelda. Po 10 min nassać roztwór przez otwarty koniec rurki syfonowej i odrzucić pierwsze 100 ml przesączonego roztworu. Ubytek roztworu w cylindrze uzupełnić roztworem analitycznym. Z dalszego przesączu odpipetować dwukrotnie po 50 ml klarownego roztworu do uprzednio zważonych parownic wg 5.5.2.1. Odparować i wysuszyć do stałej masy wg 5.5.1.2.

5.5.3.3. Wynik. Procentową zawartość substancji rozpuszczalnych X_2 obliczyć wg wzoru

$$X_2 = 40 \frac{m_4 - m_3}{m_1} \cdot 100$$

w którym:

- m_1, m_3 - wg 5.5.2.3,
- m_4 - masa parownicy z suchą pozostałością po sączeniu, g.

5.5.4. Oznaczanie substancji rozpuszczalnych metodą sączenia przez bibułę

5.5.4.1. Przyrządy

a) Sączki. Do sporządzania sączków stosować bibułę do sączenia firmy "Filtrak" (NRD) w arkuszach, gatunek 3 b. Z bibuły wyciąć krążki o średnicy 150 mm i pofałdować.

b) Kaolin. Do 100 g kaolinu (krajowy - ekstra mielony) należy dodać 100 ml 10-procentowego roztworu kwasu solnego, ogrzać do wrzenia i mieszając gotować przez okres 2 godz. Następnie przesączyć na gorąco porcjami przez lejek Büchnera i przemyć dokładnie wodą destylowaną do zaniku reakcji na jony chlorkowe. Kaolin przenieść z sączka na parownicę i odparować na łaźni wodnej. Wysuszyć w suszarce w temperaturze $98 \div 100^\circ\text{C}$ w ciągu 10 godz. Wysuszony kaolin sproszkować przez rozgniatanie i przechowywać w szczelnym słoiku, 1 g dobrze przygotowanego kaolinu, skłócony z 100 ml wody destylowanej nie powinien zmieniać jej pH. Po wyklóceniu 1 g przygotowanego kaolinu w 100 ml 0,01n kwasu octowego przesącz po odparowaniu i wysuszeniu powinien mieć mniej niż 1 mg suchej masy.

5.5.4.2. Wykonanie oznaczania. Pobrać 125 ml roztworu analitycznego do zlewki pojemności 150 ml, dodać 1 g kaolinu i sączyć przez fałdowany sączek. Przesącz sączyć kilkakrotnie przez ten sam sączek do otrzymania zupełnie klarownego roztworu i całkowitego przeniesienia kaolinu na sączek. Klarowność roztworu badać obserwując żarzące się druciki 15 W żarówki, które powinny być dokładnie widoczne przez warstwę roztworu grubości 5 cm. Po uzyskaniu zupełnej klarowności odpipetować 50 ml roztworu do uprzednio odważonej parownicy, odparować na łaźni i wysuszyć w suszarce do stałej masy wg 5.5.1.2.

5.5.4.3. Wynik. Procentową zawartość substancji rozpuszczalnych obliczyć wg 5.5.3.3.

5.5.5. Oznaczanie niegarbników metoda filtracyjna

5.5.5.1. Przyrządy

a) Szmątka lniana, którą należy trzykrotnie wygotować w wodzie destylowanej. Dopuszczalne jest stosowanie wygotowanej i wyjałowionej gazy higroskopijnej.

b) Żelatyna. 1 g żelatyny czystej i 10 g chloru sodowego cz. rozpuścić w 100 ml wody destylowanej o temperaturze $50 \div 60^\circ\text{C}$. Przez dodanie kilku kropli kwasu lub ługu 0,1n doprowadzić pH roztworu do 4,7. Próbkę tego roztworu w ilości kilku ml powinny zabarwić roztwór czerwieni metylowej na czerwono, a roztwór oranżu metylowego na żółto.

Roztwór żelatynowy przygotowywać w dniu wykonywania analizy.

c) Proszek skórzany lekko chromowany powinien odpowiadać warunkom wzorcowego proszku freiber-

2. W punkcie 5.5.4.3 po dotychczasowej treści punktu dopisuje się:

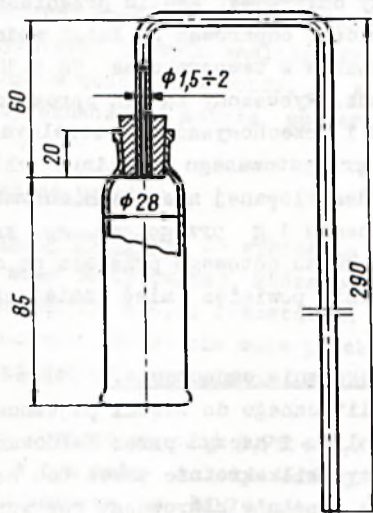
Stosunek zawartości substancji rozpuszczalnych oznaczonych metodą wg 5.5.3 do zawartości substancji rozpuszczalnych oznaczonych metodą wg 5.5.4 wynosi dla garbnika dębowego 1.019.

zmiana 1 — Biuletyn PKNMIJ nr 8—9/79 poz. 77

(Biuletyn PKNMIJ nr 11—12/83 poz. 104)

skiego lub innego wytwórcy zatwierdzonego przez Międzynarodową Unię Chemików Garbarzy. Proszek powinien mieć jasną barwę i nie zawierać więcej niż 0,5% Cr_2O_3 przy zawartości 12% wody. Sucha pozostałość wyciągu wodnego ślepej próby nie może przekraczać 0,0250 g na 7 g proszku, tj. nie więcej niż 0,3% masy użytego proszku. Ślepą próbę należy przeprowadzić zgodnie z 5.5.5.2, używając zamiast roztworu analitycznego wody destylowanej.

d) Dzwon Proctera. Do oznaczania niegarbników używać szklanego dzwonu Proctera połączonego korkiem gumowym z rurką kapilarną. Rurka kapilarna musi być dwukrotnie zgięta zgodnie z rysunkiem.



7761-02

5.5.5.2. Wykonanie oznaczania. Koniec rurki kapilarnej w dzwone przykryć kłaczkiem suchej waty, by zapobiec przenikaniu proszku do rurki. Następnie napełnić dzwon 7 g proszku skórzanego, przycisnąć go nieco do ścianek, aby nie było wolnej przestrzeni, przez którą przechodziłyby roztwór nie reagując z proszkiem.

Dolny otwór dzwonu zabezpieczyć przed wygypaniem proszku skórzanego przez nałożenie szmatki lnianej i przymocowanie gumką. Dzwon wstawić do zlewki pojemności 150 ml (wysokiej) i napełnić zlewkę niesączonym roztworem analitycznym. Dzwon i zlewkę należy umocować w statywie w ten sposób, aby dno zanurzonego dzwonu znajdowało się 1 cm od dna zlewki. Po całkowitym zwilżeniu proszku skórzanego zassać roztwór do rurki kapilarnej, który przez lewar sphywa kroplami do zlewki odbieralnika.

Szybkość przepływu ustalić na 8 ÷ 10 kropli na 1 min tak, aby ilość potrzebna do analizy (90 ml) przepłynęła w ciągu około 120 min (nie mniej niż 100 min, nie więcej niż 140 min).

Temperatura roztworu w ciągu całego czasu sączenia powinna być stała i wynosić 18 ÷ 20°C. Proszek skórzany nie może być zagarbowany całkowicie aż do szyjki dzwonu, ponieważ niezwiązane garbniki przejdą do roztworu. Pierwsze 30 ml przesącza odrzucić, a z następnych 60 ml odpipetować 50 ml do odważonej parownicy, a pozostałych 10 ml pobrać

5 ml roztworu i dodawać kroplami roztwór żelatyny.

Próba przesącza nie może dawać zmętnienia z roztworem żelatyny. Żelatynę należy dodawać ostrożnie, gdyż przy małej ilości garbników osad może ulec rozpuszczeniu w nadmiarze odczynnika. Parowniczkę z roztworem odparować na łaźni wodnej i wysuszyć do stałej masy, zgodnie z 5.5.1.2.

5.5.5.3. Wynik. Procentową zawartość niegarbników X_3 obliczyć wg wzoru

$$X_3 = 40 \frac{m_5 - m_3}{m_4} \cdot 100$$

w którym:

m_1, m_3 - wg 5.5.2.3,

m_5 - masa parownicy z suchą pozostałością przesącza, g.

Przy wyliczeniu zawartości niegarbników należy odjąć poprawkę na części rozpuszczalne zawarte w proszku skórzonym zgodnie z 5.5.5.1 o).

5.5.6. Oznaczanie garbników. Procentową zawartość garbników X_4 obliczyć z różnicy procentowej niegarbników wg wzoru

$$X_4 = X_2 - X_3$$

w którym:

X_2 - zawartość substancji rozpuszczalnych wg 5.5.3.3,

X_3 - zawartość niegarbników wg 5.5.5.3.

5.5.7. Oznaczanie pH roztworu analitycznego. Stężenie jonów wodorowych pH roztworu analitycznego wykonać za pomocą pehametru, stosując elektrodę szklaną i kalomelową według instrukcji dla danego przyrządu.

5.5.8. Oznaczanie współczynnika czystości. Współczynnik czystości X_5 obliczyć jako iloraz procentowej zawartości garbników do procentowej zawartości substancji rozpuszczalnych zgodnie z wzorem

$$X_5 = \frac{X_4}{X_2}$$

w którym:

X_2 - zawartość substancji rozpuszczalnych wg 5.5.3.3,

X_4 - zawartość garbników wg 5.5.6.

5.5.9. Oznaczenie popiołu

5.5.9.1. Wykonanie oznaczania. W wyprażonym i zważonym tyglu porcelanowym odważyć około 2 g ekstraktu, wysuszyć w suszarce, a następnie ostrożnie spalić w piecu muflowym i wyprażyć do stałej masy w temperaturze 600°C. Ostudzić w eksykatorze i zważyć.

5.5.9.2. Wynik. Procentową zawartość popiołu X_6 obliczyć wg wzoru

$$X_6 = \frac{m_1 - m_2}{m_3 - m_2} \cdot 100$$

w którym:

- m_1 - masa tygla z próbką po wyprażeniu, g,
- m_2 - masa wyprażonego tygla, g,
- m_3 - masa tygla z próbką przed suszeniem, g.

5.6. Ocena wyników badań. Partię należy uznać za zgodną z wymaganiami normy, jeżeli wyniki poszczególnych oznaczeń są zgodne z wymaganiami podanymi w rozdz. 3. Przy kontroli partii, na którą wystawiono zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań, należy uwzględnić zmiany masy handlowej, ze względu na higroskopijność ekstraktu sproszkowanego i wysychanie ekstraktu blokowego. Zmiany te należy uwzględnić przy wykonywaniu analiz. Jeżeli wyniki analizy kontrolnej mieszczą się w granicach $\pm 2\%$ (po uwzględnieniu zmian masy), partię należy uważać za zgodną z zaświadczeniem.

5.7. Zaświadczenie wytwórcy o wynikach badań powinno zawierać co najmniej:

- nazwę zakładu produkującego i jego adres,
- nazwę i postać produktu,
- nr partii (towaru),
- datę wystawienia,
- wielkość partii,
- wyniki przeprowadzonych badań zgodnie z 5.6),
- znak KT.

6. POSTĘPOWANIE Z PARTIĄ PRODUKTU UZNANA
ZA NIEZGODNĄ Z WYMAGANIAMI NORMY

Partię ekstraktu dębowego uznaną za niezgodną z wymaganiami normy można użyć do garbowania skór po uzgodnieniu z producentem warunków jej przyjęcia.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-70/7761-02

Niniejsza norma zastępuje dotychczas obowiązujące normy zakładowe ZN-55/N-0016 oraz ZN-65/ZPS-212 z uzupełnieniami wg Zarządzenia Dyrektora Wytwórni Ekstraktów Garbarskich w Bydgoszczy nr 50/67 z dnia 1.IX.1967 r.

BG PW

BN. 004809



4000000343164