

Bestimmung der Asche und der wasserunlöslichen Mineralstoffe

Die Methode ist in DIN 53305 beschrieben. Mit diesem Verfahren kann die Gesamtasche des Originalleders und die wasserunlösliche Asche aus dem bereits ausgewaschenen Leder bestimmt werden. Es werden nur die Anteile der Mineralstoffe des Leders erfasst, die unter den Bedingungen dieser Normbestimmung nicht flüchtig sind. Ammoniumsalze, die praktisch vollkommen verflüchtigen, müssen gesondert bestimmt und, berechnet als Ammoniumsulfat, der Gesamtasche zugezählt werden.

Verluste an weiteren flüchtigen Verbindungen (bei Ledern und Pelzen besonders an Natriumchlorid) werden durch vorzeitiges Abrauchen mit Schwefelsäure verhindert, wobei die Chloride in die nicht flüchtigen Sulfate überführt werden. Die nach diesem Verfahren bestimmte Asche wird auch als Sulfatasche bezeichnet. Durch Zersetzung, Reduktion und Verflüchtigung gewisser Verbindungen kann der festgestellte Aschegehalt vom tatsächlichen Gehalt an Mineralstoffen im Leder abweichen. Vorhandene metallorganische Verbindungen, z.B. Silikone, können das Ergebnis verfälschen. Silikonimprägnierte Leder sind daher zuvor mit Dichlormethan zu extrahieren. Aus der Asche können die zu den gerbenden Oxiden gehörenden Kationen sowie weitere im Leder enthaltene Kationen bestimmt werden.

Die Bestimmung erfolgt an nach DIN 53303 T2/IUC3 zerkleinertem Originalleder, das aus Probestücken nach DIN 53302 T2/IUC2 entnommen wurde. Nach einem Verbrennen der Probe und dem Abrauchen mit Schwefelsäure wird bei $(800\pm 25)^\circ\text{C}$ verascht. Für die Feststellung der wasserunlöslichen Asche wird eine nach DIN 53307/IUC 6 ausgewaschene Lederprobe verwendet, die dann nach dem Auftrocknen in gleicher Weise verascht wird. Aus der Differenz der Gesamtasche zu dem Gehalt an auswaschbaren Mineralstoffen nach DIN 53307/IUC 6 kann ebenfalls die wasserunlösliche Asche errechnet werden.

Die Bestimmung erfolgt in Platintiegeln oder auch in Glühtiegeln aus Porzellan oder Quarz. Es können auch entsprechende Schalen verwendet werden. Die zu veraschende Substanz darf während des Erhitzens nicht über den Tiegelrand kriechen. Es sind mindestens zwei Bestimmungen durchzuführen. Gleichzeitig ist der Wassergehalt der Probe festzustellen, so dass die erhaltenen Ergebnisse auf Trockensubstanz umgerechnet werden können. Zur Bestimmung der Gesamtasche werden 2 bis 5 g der entnommenen Probe auf 0,001g genau eingewogen. Dazu wird ein bei $(800\pm 25)^\circ\text{C}$ vorgeglühter Tiegel, der eine Stunde lang im Exsikator abgekühlt wurde, verwendet. Das Leergewicht des Tiegels ist vorher zu bestimmen. Die Probe wird dann vorsichtig so verkohlt, dass sie nur mit kleiner Flamme brennt. Besonders bei stärker gefetteten Ledern ist darauf zu achten, dass die Verbrennung langsam erfolgt. Anschließend wird so viel 2-n-Schwefelsäuren aufgetropft, dass die verkohlte Probe vollständig durchfeuchtet ist. Danach wird über kleiner Flamme abgeraucht, bis keine Schwefelsäuredämpfe mehr auftreten. Der Tiegel wird mit dem Rückstand im Muffelofen bei $(800\pm 25)^\circ\text{C}$ geglüht, bis er kohlefrei ist. Bleiben schwarze Rückstände in der Asche zurück, so wird der Tiegel mit Rückstand abgekühlt, der Tiegelinhalt mit etwas Ammoniumnitratlösung befeuchtet und nochmals bei $(800\pm 25)^\circ\text{C}$ geglüht. Wenn auch nach der Verwendung von Ammoniumnitrat keine vollständige Veraschung erfolgt ist, so wird der Tiegelinhalt mit heißem destilliertem Wasser extrahiert und durch ein aschefreies Filtrierpapier filtriert. Das Filtrierpapier mit dem schwarzen Rückstand wird bei $(800\pm 25)^\circ\text{C}$ im gleichen, zuvor verwendeten Tiegel verascht und danach das Filtrat dem Tiegelinhalt zugegeben. Es wird zur Trockene eingedampft und nochmals kurz bei $(800\pm 25)^\circ\text{C}$ geglüht.

Nach vollständiger Veraschung wird der Tiegelinhalt nochmals mit wenig 2-n-Schwefelsäure befeuchtet, die Schwefelsäure wiederum abgeraucht und anschließend etwa 15 Minuten lang erneut bei $(800\pm 25)^{\circ}\text{C}$ geglüht. Dann wird der Tiegelinhalt mit Rückstand im Exsikator abgekühlt und nach 60 min auf 0,001g zur Bestimmung des Gewichtes des Tiegels mit Glührückstand gewogen. Der Gehalt an Gesamtasche in Prozent, bezogen auf die Einwaage, wird danach wie folgt berechnet:

$$\% \text{ Gesamtasche} = \frac{\text{g Tiegelgewicht mit Glührückstand} - \text{g Leergewicht}}{\text{g Einwaage}} \cdot 100$$

Zur Bestimmung der wasserunlöslichen Mineralstoffe wird ein Anteil von etwa 2 bis 5 g als Einwaage aus der ausgewaschenen und getrockneten Probe entnommen und auf 0,001g in einen bei $(800\pm 25)^{\circ}\text{C}$ vorgeglühten, eine Stunde im Exsikator über Silikagel getrockneten Tiegel, dessen Leergewicht bestimmt wurde, eingewogen. Es wird weiterhin, wie in der Bestimmung der Gesamtasche beschrieben, verfahren und danach das Gewicht des Tiegels mit Glührückstand der wasserunlöslichen Asche bestimmt. Die Auswertung erfolgt in entsprechender Weise, wie folgt:

$$\% \text{ Wasserunlösliche Asche in \%} = \frac{\text{g Tiegelgewicht mit wasserunlös. Glührückstand} - \text{g Leergewicht}}{\text{g Einwaage}} \cdot 100$$

Bei der Bestimmung der wasserunlöslichen Asche, allein durch Berechnung, wird wie folgt verfahren: Der Gehalt an Gesamtasche und der bei der Bestimmung der auswaschbaren Mineralstoffe festgestellte Anteil werden auf Trockensubstanz umgerechnet. Danach gilt die folgende Gleichung:

$$\% \text{ wasserunlösliche Asche} = \% \text{ Gesamtasche} - \% \text{ auswaschbare Mineralstoffe}$$

Die Ergebnisse von Doppelbestimmungen dürfen um nicht mehr als 0,1 %, bezogen auf die Einwaage, voneinander abweichen, sonst ist die Doppelbestimmung zu wiederholen. Die nach dem beschriebenen Verfahren anzuwendende Temperatur von $(800\pm 25)^{\circ}\text{C}$ ist erforderlich, um einerseits eine vollständige Veraschung des zu untersuchenden Leders in der vorgeschriebenen Zeit zu erhalten und um andererseits Aluminium- und Chromoxide vollständig zu dehydratisieren. Da das häufig im Leder - und vermehrt in Pelzledern - vorhandene Natriumchlorid aber bei 801°C schmilzt und dann bereits merklich flüchtig ist, werden durch die Schwefelsäurezugabe zu Beginn der Veraschung die Chloride in Sulfate überführt und so bestimmt. Der Vergleich der Molekulargewichte von 58,44 bei Natriumchlorid zu dem Äquivalentgewicht von Natriumsulfat von 71,02 zeigt, dass die Bestimmung der Sulfatasche im Ergebnis der Untersuchung besondere Erwähnung finden sollte. Dies gilt um so mehr, da in Frankreich in der NF-G 52-203 die Aschebestimmung ohne und mit Sulfatierung angegeben wird, wobei die Temperatur zur Veraschung mit $(775\pm 25)^{\circ}\text{C}$ festgelegt wurde. In der ASTM D 2617-79 wird die Veraschungstemperatur mit $(600\pm 25)^{\circ}\text{C}$ angegeben. Damit soll ein Verflüchtigen des Natriumchlorids vermieden werden. Die Veraschung bis zur Beseitigung aller organischen Rückstände ist bei dieser Temperatur aber oft problematisch.

Bei der Natriumchlorid-Bestimmung in rohen, konservierten Häuten ist die Begrenzung der Höchsttemperatur von $(600\pm 25)^{\circ}\text{C}$ dagegen zweckmäßig, da aus der erhaltenen Asche, in der meist noch Verkohlungsrückstände vorhanden sind, das Natriumchlorid am leichtesten quantitativ extrahiert werden kann, so dass eine maßanalytische Bestimmung danach möglich wird. Gegenüber der mehrfachen Extraktion des Natriumchlorids aus klein geschnittenen konservierten Rohhautproben mit anschließender maßanalytischer Bestimmung ist die Veraschung mit dem nachfolgenden quantitativen Herauslösen des Natriumchlorids wesentlich einfacher und nicht so zeitaufwendig. Zur Bestimmung des Natriumchlorids in gesalzener Rohware ist auch schon allein die Veraschung bei $(600\pm 25)^{\circ}\text{C}$ herangezogen worden. Die erhaltene Auswaage wurde unter Vernachlässigung weiterer möglicher Mineralstoffanteile, die gegenüber der Kochsalzmenge zu vernachlässigen sind, als

Natriumchlorid angegeben.

Insgesamt geht daraus hervor, dass die angewandte Methode mit dem Ergebnis der Aschebestimmung angegeben werden sollte. Dabei ist zwischen der Sulfatasche und der Asche ohne Schwefelsäurezugabe derart zu unterscheiden, daß die Sulfatasche direkt genannt und bei der anderen Methode nur die angewandte Temperatur beim Glühen mit angegeben wird.

Die Bestimmung der wasserunlöslichen Asche, die bisher nur sehr selten in der Lederanalytik durchgeführt wurde, bekommt heute durch die große Anzahl der möglichen gerbenden Oxide eine neue Bedeutung. Es wird zu entscheiden sein, ob bei Ledern, die mit den verschiedensten Mineralgerbstoffen gegerbt sein können, kosten- und zeitaufwendige Einzelbestimmungen jedes möglichen gerbenden Oxides erfolgen müssen oder ob die wasserunlösliche Asche als Summenangabe dafür herangezogen werden kann. Zur Bestimmung des tatsächlichen Aschegehaltes eines Leders müssen die Ammoniumsalze zusätzlich erfasst werden. Dazu werden die auswaschbaren Stoffe bestimmt. Von der erhaltenen Lösung wird ein aliquoter Teil entnommen und die darin enthaltenen Ammoniumverbindungen durch die Wasserdampfdestillation des mit Alkali freigesetzten Ammoniaks maßanalytisch ermittelt und, als Ammoniumsulfat berechnet, der erhaltenen Asche hinzugezählt.

Die im Leder und in Pelzen enthaltene Asche wird zwar bestimmt, um darin dann auch die gerbenden Oxide feststellen zu können, die Bedeutung, die der Ermittlung der Gesamtasche zukam, ist heute aber wesentlich verringert. Zur Begrenzung der im Leder enthaltenen nicht gerbenden Mineralstoffe wird die Bestimmung der auswaschbaren Stoffe herangezogen. Zurückzuführen ist diese Umstellung darauf, daß aus der Sicht möglicher Schwierigkeiten bei dem Gebrauch des Leders die mit Wasser löslichen Mineralbestandteile wichtiger sind. Diese Salze können im Leder bei dem Eindringen von Wasser in unkontrollierbarer Weise wandern und zu lokalen Anreicherungen führen, so dass die Gefahr der Bildung von Salzrändern und Salzausschlägen entsteht. In den Beschreibungen der Anforderungen von verschiedenen Lederarten kommt damit dem Gesamtauswaschbaren und vor allen Dingen den auswaschbaren Mineralstoffen eine weit größere Bedeutung zu.

Kategorien:

[Alle-Seiten](#), [Gesamt](#), [Lederpruefung](#)

Quellenangabe:

[Quellenangabe zum Inhalt](#)

Zitierpflicht und Verwendung / kommerzielle Nutzung

Bei der Verwendung von Inhalten aus [Lederpedia.de](https://www.lederpedia.de) besteht eine Zitierpflicht gemäß Lizenz [CC Attribution-Share Alike 4.0 International](https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/). Informationen dazu finden Sie hier [Zitierpflicht bei Verwendung von Inhalten aus Lederpedia.de](#). Für die kommerzielle Nutzung von Inhalten aus [Lederpedia.de](https://www.lederpedia.de) muss zuvor eine schriftliche Zustimmung ([Anfrage via Kontaktformular](#)) zwingend erfolgen.

[www.Lederpedia.de](https://www.lederpedia.de) - Lederpedia - Lederwiki - Lederlexikon

Eine freie Enzyklopädie und Informationsseite über Leder, Ledertechnik, Lederbegriffe, Lederpflege, Lederreinigung, Lederverarbeitung, Lederherstellung und Ledertechnologie

From: <https://www.lederpedia.de/> - **Lederpedia** - **Lederwiki** - **Lederlexikon**

Permanent link: https://www.lederpedia.de/lederpruefung_lederbeurteilung/bestimmung_der_asche_und_der_wasserunloeslichen_mineralstoffe

Last update: **2019/04/27 15:10**

